



FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS
ORGANISATION DES NATIONS UNIES POUR L'ALIMENTATION ET L'AGRICULTURE
ORGANIZACION DE LAS NACIONES UNIDAS PARA LA AGRICULTURA Y LA ALIMENTACION
Rome, Viale delle Terme di Caracalla. Cables: FOODAGRI, Rome. Tel. 5797



WORLD HEALTH ORGANIZATION
ORGANISATION MONDIALE DE LA SANTÉ
Genève, Palais des Nations. Câbles: UNISANTÉ, Genève. Tél. 33 10 00

ALINORM 66/23
(Codex/ANALYS/66-14)
Octobre 1966

PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES
COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS

COMITE DU CODEX SUR LES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE
RAPPORT DE LA DEUXIEME SESSION - BERLIN, 20-23 SEPTEMBRE 1966

1. Le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage a tenu sa deuxième session du 20 au 23 septembre 1966 à Berlin, sous la présidence du Professeur R. Franck. A cette réunion ont participé 30 délégués et observateurs représentant 18 pays et 4 organisations internationales. MM. Gosselé et Mollenhauer ont été élus rapporteurs. L'ordre du jour provisoire a été adopté après décision d'examiner ensemble le point 5 : Principes généraux de l'échantillonnage dans le domaine des denrées alimentaires, et le point 14 : Méthodes d'analyse et d'échantillonnage des fruits et légumes traités. La liste des participants est reproduite à l'Annexe 1 et celle des documents présentés au Comité, à l'Annexe 2 du présent rapport.
2. Après avoir examiné de façon approfondie le problème des droits d'auteur, (copyright) et de la reproduction des méthodes d'analyse existantes, le Comité estime que les méthodes mises au point par les organisations internationales ne peuvent être prises en considération dans le chapitre "Méthodes d'analyse" du Codex Alimentarius, que si les intéressés renonçaient à leur copyright. Le Comité a décidé de saisir la Commission de cette question.
3. En ce qui concerne la présentation des méthodes d'analyse, le Comité a estimé à l'unanimité qu'il fallait s'inspirer du "Plan normalisé de norme d'analyse chimique", publié à la page 10 de la Recommandation ISO R 78-"Modèles commentés de plans pour les normes de produit chimique et d'analyse chimique", première édition, décembre 1958. Afin de répondre aux spécifications des méthodes d'analyse pour les denrées alimentaires, le schéma devrait être désigné sous le titre de "Plan normalisé de norme d'analyse pour les denrées alimentaires" et devrait être légèrement modifié (voir Annexe 3 du présent Rapport). Le Comité a recommandé à tous les comités d'utiliser autant que possible ce plan pour présenter leurs méthodes d'analyse. On est convenu que ce plan amendé serait soumis aux Etats Membres pour observations dans le cadre de l'étape 3 de la Procédure d'élaboration des normes.

4. Le Comité prend note avec intérêt du document intitulé "Exposé général sur l'échantillonnage dans le domaine des produits alimentaires", préparé par le Comité technique ISO TC/34 sous la cote ALINORM 65/25(1), octobre 1965 ; le Comité technique de l'ISO doit préparer une version révisée de ce document. Le Comité demande si l'on ne pourrait pas trouver pour ce document un titre plus approprié, de manière à indiquer qu'il traite des principes statistiques de l'échantillonnage de quantités commerciales, c'est-à-dire de la sélection numérique des échantillons. Le Comité était également saisi du document SP 10/70-SP, juillet 1966, "Plans d'échantillonnage proposés pour les fruits et légumes traités, y compris les aliments congelés", préparé par les Etats-Unis. Il formule des remarques analogues au sujet du titre de ce document. En matière d'échantillonnage, le Comité estime qu'il faut tenir compte des divers aspects de l'échantillonnage et notamment distinguer entre l'échantillonnage pour le contrôle de la qualité commerciale et l'échantillonnage pour le contrôle en vue de la protection du consommateur. Il décide de soumettre les plans d'échantillonnage (document des Etats-Unis) aux Etats Membres dans le cadre de l'étape 3 de la Procédure d'élaboration des normes. Les observations des gouvernements ne devraient porter que sur la partie du document intitulée "Application" (pages 5 à 9). Le document en question sera distribué en même temps que le présent rapport. (Les Etats Membres voudront bien noter que ce document a déjà été distribué à l'occasion de la troisième session du Comité du Codex sur les fruits et légumes traités). Le Comité recommande que le sous-titre "Application" (page 6) soit remplacé par "Méthode".
5. La délégation de la République fédérale d'Allemagne a accepté de préparer pour la prochaine session du Comité des directives provisoires sur les techniques de prélèvement, de conservation, de transport et d'emmagasinage des échantillons, en s'inspirant des indications figurant dans le Code de principes concernant le lait et les produits laitiers, 5ème édition (1966) - "Méthodes normalisées pour le prélèvement d'échantillons de lait et de produits laitiers", Norme No B.1 (1962).
6. Conformément à la décision prise par le Comité à sa première session (répartition des travaux), la délégation de la Suisse a proposé d'utiliser les méthodes de l'Office international du cacao et du chocolat (OICC) comme méthodes d'analyse normalisées pour le cacao et les produits chocolatés. Le Comité juge nécessaire de comparer ces méthodes avec celles de l'AOAC, du NMKL et de l'ISO pour ces produits ; il demande donc à la délégation suisse de préparer, pour sa prochaine session, une étude synoptique complète sur les méthodes d'analyse. La délégation suisse a été priée de transmettre cette étude au Secrétariat de Rome, avec copie adressée au Président du Comité, avant le 31 janvier 1967. L'étude sera communiquée pour observations par le Secrétariat de Rome aux Services centraux de liaison avec le Codex et aux participants à la session ; la date limite pour la réception des réponses sera fixée lors de la transmission du document en question. Les gouvernements sont invités à décider, après avoir pris connaissance soit des méthodes de l'OICC seulement, soit de l'étude synoptique, si les méthodes normalisées d'analyse pour le cacao et les produits chocolatés devraient porter sur d'autres points que ceux dont traitent les méthodes de l'OICC. Les gouvernements n'ayant pas encore eu communication des méthodes de l'OICC et en ayant besoin pour se former une opinion devraient s'adresser directement au Dr O. Schetty, Office international du cacao et du chocolat, 2003 Neuchâtel, Suisse.
7. En ce qui concerne les jus de fruits, le Comité accepte une proposition de la délégation de la République fédérale d'Allemagne qui s'est offerte à préparer une étude synoptique des méthodes d'analyse de l'Union internationale des jus de fruits et de l'Office international de la vigne et du vin (OIV). Cette étude synoptique devrait également porter sur les méthodes d'analyse de l'AOAC, de l'ISO et du NMKL, et englober tous les jus. Le Secrétariat allemand enverra l'étude synoptique avant le 31 janvier 1967 au Secrétariat de Rome, qui la communiquera à son tour pour avis aux Services centraux de liaison avec le Codex et aux participants à la session. Les intéressés devraient formuler des observations soit uniquement sur les méthodes d'analyse de l'Union internationale des jus de fruits, soit sur l'étude synoptique.

8. Le Comité était saisi du document Codex/ANALYS/66-12 décrivant des méthodes d'analyse pour le miel établies par le Royaume-Uni. Le texte révisé de ces méthodes d'analyse est reproduit à l'Annexe 4 du présent rapport et sera incorporé dans le projet de norme provisoire pour le miel à soumettre à la Commission du Codex Alimentarius à sa quatrième session ; celle-ci décidera de l'étape à laquelle la norme et les méthodes d'analyse seront envoyées pour observations, conformément à la Procédure d'élaboration des normes.
9. Le Comité remercie la délégation néerlandaise de son rapport sur les agents conservateurs. Etant donné le grand nombre des méthodes exposées, on a jugé souhaitable de préparer un tableau récapitulatif indiquant dans toute la mesure du possible les méthodes convenant pour chaque catégorie de produits alimentaires. La délégation néerlandaise a été priée de transmettre cette étude synoptique au Secrétariat du Comité, avec copie adressée au Secrétariat de Rome, avant le 31 janvier 1967. Le Comité juge également opportun de mettre cette documentation à la disposition des autres comités du Codex, afin qu'ils puissent choisir une méthode appropriée pour déterminer les agents conservateurs dans les produits relevant de leur domaine. A cet effet, le Secrétariat de Rome devrait distribuer aux comités du Codex s'occupant de produits un exemplaire de l'étude synoptique et du rapport des Pays-Bas sur les méthodes d'analyse des agents conservateurs intéressant ces comités.
10. Le Comité remercie la délégation néerlandaise de son rapport sur les antioxydants. Etant donné que ce domaine n'est pas aussi étendu que celui de l'analyse des agents conservateurs, le Comité prie la délégation des Pays-Bas de proposer des méthodes convenant aux produits alimentaires respectivement pauvres et riches en graisse et de les lui soumettre à sa prochaine session pour un nouvel examen, tout en indiquant les raisons pour lesquelles ces méthodes sont jugées particulièrement appropriées. La délégation néerlandaise a accepté de fournir cette documentation au Secrétariat du Comité, et d'en adresser une copie au Secrétariat de Rome, avant le 31 janvier 1967. Cette documentation sera également communiquée au Comité du Codex sur les graisses et les huiles.
11. Le Comité note que le Comité du Codex sur les sucres a étudié la question des méthodes d'analyse du sucré et que ces méthodes sont actuellement examinées par l'ICUMSA. La délégation du Royaume-Uni espère être en mesure de présenter ces méthodes au Comité en temps utile pour sa prochaine session.
12. Le Comité remercie la délégation du Royaume-Uni de sa proposition relative à l'examen de la pureté des colorants alimentaires. Le représentant du Secrétariat de Rome a signalé que des méthodes d'analyse pour contrôler la pureté des colorants alimentaires avaient déjà été mises au point par la FAO et l'OMS ; à son avis, l'élaboration de telles méthodes par le Comité serait donc inutile. Le Comité prie la délégation du Royaume-Uni de proposer des méthodes pour la détection et la détermination des colorants dans les substances alimentaires, en tenant compte des méthodes qui existent déjà.
13. Le Comité du Codex sur les graisses et les huiles élabore actuellement des méthodes d'analyse pour la margarine. La délégation du Royaume-Uni présentera une proposition pour la prochaine session.
14. Le Comité était saisi des méthodes normalisées d'échantillonnage et d'analyse pour les produits laitiers, qui figurent dans le Code de principes concernant le lait et les produits laitiers et dont il a été question plus haut. Le Comité est convenu d'examiner ces méthodes d'analyse l'année prochaine et de formuler, le cas échéant, des suggestions concernant une éventuelle insertion dans la prochaine édition du Code.
15. A la suite d'un exposé verbal sur les travaux de normalisation de l'huile d'olive effectués conjointement par le Conseil oléicole international et le Comité du Codex sur les graisses et les huiles, le Comité note que des méthodes d'analyse pour ce produit lui seront soumises.

16. Après examen des documents sur la papaïne, les diastases, l'alpha-amylase et la présure, on est convenu que les trois premiers seraient à nouveau présentés au Comité l'an prochain, tandis que les travaux sur la présure seraient renvoyés à une date ultérieure ; on demandera à la Fédération internationale de laiterie où en sont ses travaux sur ce sujet. La délégation des Etats-Unis d'Amérique a accepté de coopérer avec la délégation de la république fédérale d'Allemagne pour fournir des renseignements sur les méthodes d'analyse pour les enzymes.
17. Le Comité a examiné une note de la délégation polonaise portant sur la table des matières de la partie générale du chapitre "Méthodes d'analyse" du Codex et sur le programme de travail pour l'uniformisation des méthodes d'analyse organoleptique. Les membres du Comité ayant eu communication du document polonais ont été priés de formuler des observations sur ces deux sujets et de les adresser avant le 31 janvier 1967 au Service central de liaison du Comité du Codex de la Pologne. La délégation polonaise a accepté de préparer un résumé de ces observations qui sera présenté à la prochaine session du Comité.
18. Le Comité a examiné la liste des organisations et la bibliographie préparées par son Secrétariat. Il invite des membres à communiquer toute correction ou modification à son Secrétariat avant le 31 octobre 1966. Estimant que ce document contient des renseignements de valeur et qu'il est utile pour l'élaboration de méthodes d'analyse, le Comité recommande que le Secrétariat de Rome en communique la version corrigée aux gouvernements pour utilisation immédiate. Il décide de recommander à la Commission de ne pas faire passer ce document par toutes les étapes de la procédure normale d'élaboration des normes, étant donné qu'il est très complet. On a l'intention de mettre cette liste à jour chaque année en lui ajoutant un supplément.
19. Le Comité remercie le Nordisk Metodik-komite for Levendsmidler de sa liste de méthodes et de son offre de fournir des exemplaires de cette liste à tous les délégués.
20. Le Comité confirme la décision prise à sa première session tendant à ce que les méthodes d'analyse figurent dans un chapitre distinct du Codex Alimentarius.
21. Le Comité décide de recommander à la Commission du Codex Alimentarius de lui reconnaître le mandat ci-après en ce qui concerne les méthodes d'échantillonnage et d'analyse en vue de la détermination de la composition des denrées alimentaires :
- a) spécifier les méthodes normalisées généralement applicables à un certain nombre de produits alimentaires ;
 - b) étudier, modifier le cas échéant et ratifier les projets de méthodes préparés ou proposés par les comités du Codex s'occupant de produits lors de l'élaboration de normes intéressant des produits, ou
 - c) mettre au point de telles méthodes, en collaboration avec d'autres comités, en vue d'une ratification ultérieure par le Comité ;
 - d) réviser le cas échéant de telles méthodes, et
 - e) étudier les problèmes spécifiques d'échantillonnage et d'analyse que lui soumet la Commission.
22. La délégation polonaise a déclaré au Comité que son pays assurait le secrétariat du Sous-Comité 3 : Fruits et légumes, du Comité technique 34 de l'ISO : Produits agricoles alimentaires (ISO/TC 34/SC 3). Elle a précisé que ce Sous-Comité fournirait au Comité toute information inédite en sa possession sur les méthodes d'analyse des fruits et légumes.
23. Le Président a proposé que la prochaine session du Comité se tienne du 11 au 15 septembre 1967 à Berlin.

PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES
COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS

COMITE DU CODEX SUR LES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE
Deuxième session - Berlin 20-23 septembre 1966

LIST OF PARTICIPANTS
LISTE DES PARTICIPANTS
LISTA DE PARTICIPANTES

AUSTRIA
AUTRICHE
Dr. T. Jachimovics
Director, Federal Institute for Agriculture
Grinsiger Allee 74
1196 Vienna

AUSTRALIA
AUSTRALIE
R.C. Stanhepe
Food Technologist and Senior Chemist
Victorian Department of Health
Melbourne
Victoria

BELGIUM
BELGIQUE
BELGICA
J. Gosselé
Ing. Chim. Inspecteur de Laboratoire
Institut d'Hygiène
14, rue Jul. Wytman
Bruxelles 5

CANADA
Ch. V. Marshall
Nend, Analytical Central Lab.,
Department of Agriculture
Ottawa

DENMARK, FINLAND, NORWAY, SWEDEN
DANEMARK, FINLANDE, NORVEGE, SUEDE
DINAMARCA, FINLANDIA, NORUEGA, SUECIA

Dr. J. Dielefeldt
Scandinavian Committee on Food Analysis
Roskildevej 65
Albertslund
Denmark

F.R. of GERMANY
R.F. d'ALLEMAGNE
R.F. de ALEMANIA
Prof. Br. R. Franck *
Bundesgesundheitsamt
1 Berlin 33, Pestfach

H.P. Mellenhauer
Federal Ministry of Health
Deutscherherrenstrasse 87
532 Bad Godesberg

* Chairman of the Committee
Président du Comité
Presidente del Comité

Dr. F. Krusen
Federal Ministry of Food, Agriculture and Forestry
53 Bens

Dr. M. Depner
Director
Staatlichen Chemischen Untersuchungsamtes Wiesbaden
Hasengartenstr. 24
62. Wiesbaden

Dr. P. Vogel
Bund für Lebensmittelrecht
Flandrische Str. 16
419 Kleve

FRANCE
FRANCIA

B. Saulnier
Vice Président de la Commission générale
d'Unification des Méthodes d'Analyse au
Ministère de l'Agriculture
42 bis rue de Bourgogne
Paris 7^{ème}. 75

IRELAND
IRLANDE
IRLANDIA

Dr. P.F. Donevan
Public Analyst, Department of Health, Dublin
Public Analyst Laboratory, Regional Hospital
Galway

POLAND
POLOGNE
POLONIA

Dr. Kaszmicz Sak
Chief of Laboratory
Ministry of Foreign Trade
Reymondstreet 11/13
Posnam

Dipl. Ing. Taboklieki
Chief
Ministry of Foreign Trade
Quality Inspection Office
Stopimaka 9
Warsaw

SWITZERLAND
SUISSE
SUIZA

Prof. Dr. O. Høgl
Président du Comité National Suisse
du Codex Alimentarius
Taubenstrasse 18
Berne

Dr. S. Frey
Chef du Laboratoire de Contrôle
AFICO
1814 La Tour de Peils

Dr. G. Sehetty
Office International du Cacao et du Chocolat
Suchard, 2003 Neuchâtel

NETHERLANDS
PAYS-BAS
PAISES BAJOS

Dr. P.L. Schuller
Head Laboratory Food Chemical Analysis
Institute of Public Health
Sterrenbos 1
Utrecht

Dr. P.W.M. van der Weyden
Jacobplein 1
Rotterdam

TUNISIA
TUNISIE
TUNEZ

K. Darghouth
Ingénieur
Chef du Service des Industries Alimentaires
Division I C 2
Ministère de l'Industrie et du Commerce
192 rue de la Kasbah
Tunis

UNITED KINGDOM
ROYAUME-UNI
REINO UNIDO

T.J. Coomes
Principal Scientific Officer
Ministry of Agriculture, Fisheries and Food
Great Westminster House
Horseferry Road
London S.W.1

Dr. H. Egan
Superintendent
Food, Drugs and Agriculture Division
Laboratory of the Government
Chemist Cornwall House
Stamford Street
London S.E.1

L.C. Gaskell
Senior Executive Officer
Ministry of Agriculture, Fisheries and Food
Great Westminster House
Horseferry Road
London S.W.1

Dr. P.C. Young
Divisional Chief Technical Officer
British Standards Institution
2 Park Street
London W.1

UNITED STATES OF AMERICA
ETATS-UNIS D'AMERIQUE
ESTADOS UNIDOS DE AMERICA

Dr. W. Horwits
Staff Assistant
Bureau of Science,
Food and Drug Administration
Washington, D.C. 20204

YUGOSLAVIA
YUGOSLAVIE

Prof. Dr. B. Vajić
Institut pour la chimie alimentaire
Faculté de Pharmacologie et de Biochimie
Domagojeva 2
Zagreb 1

OBSERVERS
OBSERVATEURS
OBSERVADORES

EEC

Dr. H. Steiger
Chef de Division
12, Avenue de Broqueville
Brussels
Belgium

ISO

Dr. J.G. van Ginkel
Director
Government Dairy Station
Vreewijkstraat 12 B
Leiden
Netherlands

Dr. W. Pörlert
Administrator of the Section Agriculture
of the German Normalisation Board
Burggrafenstr. 4-7
1 Berlin 30
F.R. of Germany

FAO

Dr. D.M. Smith
Chief, Food Additives, Standards and
Legislation Section
Food Science and Technology Branch
Nutrition Division
FAO
Rome

WHO

Dr. L.G. Ladomery
Scientist Food Additives
WHO
Geneva

Secretariat

Dr. W. Krönert
Bundesgesundheitsamt
1 Berlin 33, Postfach

Fr. Dr. R. Neussel
Federal Ministry of Health
Deutschherrenstrasse 87
532 Bad Godesberg

Liste des documents soumis à la deuxième session
du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage

- Codex/ANALYS/66-4 Bibliography: List of some already existing collections of analytical methods, and of Organizations occupying themselves with analytical methods, prepared by the German Secretariat
- Codex/ANALYS/66-5 Note by the Polish delegation: Table of contents of the general part of the chapter "Methods of Analysis" of the Codex Alimentarius and "Working Program for the Unification of Methods to be applied for sensoric (organoleptic) Analysis"
- Codex/ANALYS/66-7 Note prepared by the German delegation on Methods of Analysis for Fruit Juices
- Note prepared by the German delegation on Methods of Analysis for Enzyme Preparations:
- Codex/ANALYS/66-8,1 Part 1: Papain
- Codex/ANALYS/66-8,2 Part 2: Determination of Diastatic Activity
- Codex/ANALYS/66-8,3 Part 3: Determination of alpha-amylase and of rennet activity
- Codex/ANALYS/66-9 Note prepared by the delegation of the Netherlands: Study of and proposed methods for identification and determination of preservatives in foods
- Part I: Sulphur dioxide
- Part II: Sorbic acid
- Part III: Nitrate and Nitrite
- Part IV: Benzoic acid
- Codex/ANALYS/66-10 Note prepared by the delegation of the Netherlands. Antioxidants
- Codex/ANALYS/66-11 Methods of analysis on colouring matters. Documentation submitted by the United Kingdom delegation
- Codex/ANALYS/66-12 Joint FAO/WHO Draft Provisional Standard for Honey. Honey - Methodes of analysis. Note by the United Kingdom delegation.
- Codex/ANALYS/66-13 List of methods of analysis published by the Nordisk Metodik-komite for Levendsmidler
- ALINORM 65/25(1) Exposé général sur l'échantillonnage dans le domaine des produits alimentaires, préparé par le Secrétariat du Comité technique ISO/T 34, octobre 1965.

SP 10/70-SP
Juillet 1966

Plans d'échantillonnage proposés pour les fruits et légumes traités, y compris les aliments congelés. Pays responsable : Etats-Unis

SP 10/110

Code de principes concernant le lait et les produits laitiers et normes connexes, Programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires (5ème édition, janvier 1966)

Recommandation
ISO R 78

Modèles commentés de plans pour les normes de produit chimique, et d'analyse chimique, 1ère édition, décembre 1958

SP 10/101-USSR

Index from USSR Books, State Standards :

- a) Canned and Preserved Fish - 1963
- b) Dairy Products and Canned Milk and Dairy Products - 1962
- c) Meat and Canned Meat - 1963

Plan normalisé de norme d'analyse pour les denrées alimentaires

1. Titre
2. Objet
3. Définition
4. Principe de la méthode, réactions
5. Réactifs
6. Appareillage
7. Echantillon ou échantillonnage
 - 7.1 Plan d'échantillonnage
 - 7.2 Mode opératoire pour le prélèvement d'échantillons
8. Mode opératoire
 - 8.1 Préparation de la prise d'essai
 - 8.2 Essai à blanc
 - 8.3 Dosage (s)
9. Expression des résultats
 - 9.1 Mode de calcul et formules
 - 9.2 Précision de la détermination
 - 9.2.1 Répétabilité
 - 9.2.2. Reproductibilité
10. Cas particuliers
11. Remarques
12. Procès-verbal d'essai
13. Schéma du mode opératoire.

Projet de norme provisoire FAO/OMS pour le miel

Miel - Méthodes d'analyse

a) Teneur en substances réductrices exprimées en sucre interverti

Utiliser la méthode de Lane et Eynon modifiée (1923)

Echantillonnage

Avant la prise d'essai, fondre le miel dans un récipient clos, sur un bain-marie à 60° C pendant 30 minutes au maximum ou sur un bain-marie à 40° C (durée de chauffage non spécifiée). Après fusion et refroidissement, mélanger soigneusement le miel et l'agiter pour assurer que tout produit de condensation sur d'autres parties du récipient est réincorporé.

Dans le miel ainsi homogénéisé, prélever un échantillon d'environ 1 g pesé avec précision et le dissoudre dans de l'eau distillée. Porter ensuite l'échantillon à 200 ml avec de l'eau distillée dans un ballon jaugé.

Réactifs

1. Liqueur de Fehling, modifiée par Soxhlet:

Solution A: 69,28 g de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ par litre
Solution B: 346 g de sel de Seignette)
100 g d'hydroxyde de sodium) par litre

Mélanger les deux solutions en volumes égaux immédiatement avant l'emploi.

2. Solution étalon de sucre interverti à 1 pour cent

3. Solution de bleu de méthylène à 1 pour cent

Mode opératoire

La liqueur de Fehling est normalisée de manière que 5 ml exactement de solution A, mélangés avec environ 5 ml de solution B, réagissent complètement avec 50 ml de sucre interverti dans un volume supplémentaire de 20 ml.

La solution de miel est diluée de 50 à 100 fois, puis titrée avec la liqueur de Fehling selon la méthode suivante :

Environ 10 ml de la solution de miel dilué et 5 ml d'eau distillée sont ajoutés à 10 ml de la liqueur de Fehling dans un flacon conique de 250 ml. Le mélange est porté à ébullition pendant 2 mn, après quoi on ajoute quelques gouttes de la solution de bleu de méthylène. Le titrage est terminé en 1 mn, jusqu'à disparition totale de la couleur du bleu de méthylène. D'autres titrages plus précis peuvent être effectués : le volume de titrage est porté à 20 ml par adjonction d'eau distillée au début, toute la solution de miel à l'exception de 1 ml étant ajoutée en même temps.

Le résultat est exprimé en grammes de sucre interverti pour 100 g de miel.

b) Teneur apparente en saccharose

Echantillonnage

Utiliser le mode opératoire décrit dans la section a).

Réactifs

1. Liqueur de Fehling
2. Solution 6,34 N d'acide chlorhydrique
3. Solution 5 N d'hydroxyde de sodium.

Mode opératoire

Utiliser la méthode d'inversion de Walker (1917).

On verse 50 ml de la solution de miel dans un ballon jaugé de 100 ml contenant 25 ml d'eau distillée. La température de la solution est portée à 65°C sur un bain-marie. Après avoir ôté le ballon du bain-marie, on ajoute 10 ml d'une solution 6,34 N d'acide chlorhydrique. On laisse la solution refroidir à la température ambiante pendant 15 minutes ou plus longtemps, selon les besoins. Après refroidissement, elle est neutralisée (tournesol) avec la solution 5 N d'hydroxyde de sodium, puis refroidie à nouveau, son volume étant ensuite porté jusqu'au trait de jauge.

La solution est titrée avec la liqueur de Fehling (voir section a); pour exprimer en sucre interverti la teneur en saccharose obtenue, on soustrait le pourcentage du sucre interverti avant inversion du pourcentage du sucre interverti après inversion. En multipliant par 0,95 le pourcentage de saccharose en sucre interverti, on obtient la teneur réelle en saccharose. Lorsque la teneur apparente en saccharose est supérieure à 5 pour cent, la teneur réelle devrait être évaluée quantitativement de préférence selon des techniques chromatographiques. Au cas où une telle méthode serait mise au point, il est recommandé au Comité de coordination pour l'Europe d'envisager de modifier le titre de la rubrique pertinente dans la norme pour le miel qui, de "teneur apparente en saccharose" deviendrait "teneur en saccharose".

c) Teneur en eau

Echantillonnage

L'échantillon doit être préparé comme indiqué dans la section a) et utilisé non dilué.

Mode opératoire

L'indice de réfraction est déterminé à 20°C à l'aide d'un réfractomètre et les résultats obtenus sont convertis en pourcentage d'eau conformément aux indications du tableau de Wedmore (1955) qui est reproduit à l'Annexe A.

d) Teneur en matières insolubles dans l'eau

Echantillonnage

L'échantillon doit être préparé comme indiqué dans la section a) et utilisé non dilué.

Mode opératoire

Peser une quantité appropriée de miel au centigramme près, soit 20 g. Dissoudre le miel dans de l'eau distillée à 80°C, bien mélanger et filtrer dans un creuset en verre fritté précédemment séché et pesé (le degré de finesse des pores du creuset sera indiqué ultérieurement). Laver soigneusement avec de l'eau chaude (80°C) jusqu'à élimination des sucres (test de Mohr). Sécher le creuset pendant une heure à 135°C, laisser refroidir et peser à 0,1 mg près. Les résultats obtenus sont exprimés en grammes de matières solides pour 100 g de miel.

e) Teneur en cendres

Echantillonnage

L'échantillon doit être préparé comme indiqué dans la section a) et utilisé non dilué.

Mode opératoire

Peser de 5 à 10 g de miel dans une capsule de platine ou de silice calcinée et tarée. Placer le tout dans un moufle et chauffer doucement jusqu'à ce que l'échantillon devienne noir et sec et qu'il n'y ait plus de risque de perte par production de mousse. Chauffer dans le moufle à 600°C jusqu'à poids constant. Laisser refroidir et peser. Exprimer les résultats en pourcentage.

f) Acidité

Echantillonnage (méthode AOAC)

L'échantillon doit être préparé comme indiqué dans la section a), 10 g étant prélevés et dissous dans 75 ml d'eau distillée exempte de CO₂.

Mode opératoire

Titre l'échantillon avec une solution 0,1 N d'hydroxyde de sodium exempte de carbonates, avec 4 ou 5 gouttes de phénolphaléine neutralisée comme indicateur. Le virage final de la coloration doit persister pendant 10 secondes. Dans le cas des échantillons foncés, il convient de prélever un échantillon plus petit. On peut également recourir à un pH-mètre et titrer l'échantillon à pH 8,3.

Les résultats sont exprimés en milliéquivalents d'hydroxyde de sodium normal pour 100 g de miel.

g) Indice diastasique

Utiliser la méthode de Schade et ses collaborateurs (1958) modifiée par White et ses collaborateurs (1959) et Hadorn (1961).

Echantillonnage

L'échantillon ne doit absolument pas être chauffé; il faut cependant le mélanger soigneusement jusqu'à ce qu'il devienne homogène; procéder ensuite à la prise d'essai.

Réactifs

1. Solution-mère d'iode: Dissoudre 8,8 g d'iode p.p.a. dans 30 à 40 ml d'eau contenant 22 g d'iodure de potassium p.p.a., et porter à 1 litre avec de l'eau.
2. Solution d'iode 0,0007 N : Dissoudre 20 g d'iodure de potassium p.p.a. dans 30 à 40 ml d'eau dans un ballon jaugé de 500 ml. Ajouter 5,0 ml de la solution-mère d'iode et porter jusqu'au trait de jauge. Préparer une solution fraîche tous les deux jours.
3. Tampon à l'acétate - pH 5,3 (1,59M) : dissoudre 87 g d'acétate de sodium - $3H_2O$ dans 400 ml d'eau, ajouter environ 10,5 ml d'acide acétique glacial dans un peu d'eau et porter le volume à 500 ml. Ajuster le pH à 5,3 avec de l'acétate de sodium ou de l'acide acétique selon le cas, et utiliser un pH-mètre.
4. Chlorure de sodium 0,5 M : dissoudre 14,5 g de chlorure de sodium p.p.a. dans de l'eau distillée (extraction par ébullition) et compléter le volume à 500 ml. La durée de conservation est limitée par l'apparition de moisissures.
5. Empois d'amidon : utiliser une solution étalon (d'une qualité équivalente à celle de l'amidon Lintner préparé par les laboratoires Pfanstiehl, Washington, Illinois). Si l'on ne peut disposer d'un amidon comparable, il convient d'appliquer la méthode suivante pour déterminer l'indice de bleuissement (blue value) de l'amidon.

Peser une quantité d'amidon équivalant à 2,0 g d'amidon anhydre. Mélanger avec 90 ml d'eau dans un flacon conique de 250 ml. Amener rapidement à ébullition, en brassant le plus possible la solution, le flacon étant posé sur une toile métallique épaisse ayant de préférence un centre en amiante. Laisser bouillir doucement pendant 3 minutes, couvrir et faire refroidir à la température ambiante. Verser le contenu dans un ballon jaugé de 100 ml, placer sur un bain-marie à 40°C jusqu'à ce que la solution atteigne cette température et compléter jusqu'au trait de jauge à 40°C.

Méthode pour déterminer l'indice de bleuissement (blue value) de l'amidon

La quantité d'amidon équivalant à 1 g d'amidon anhydre est dissoute comme indiqué ci-dessus, refroidie et additionnée de 2,5 ml de tampon à l'acétate avant de compléter le volume à 100 ml dans un ballon jaugé.

Dans un ballon jaugé de 100 ml, ajouter 75 ml d'eau, 1 ml d'acide chlorhydrique normal et 1,5 ml de solution d'iode 0,02 N. Ajouter ensuite 0,5 ml de l'empois d'amidon et porter au trait de jauge en ajoutant de l'eau. Laisser reposer pendant 1 heure à l'obscurité et lire les résultats sur un spectrophotomètre à 575 millimicrons et comparer avec une solution-temoin de composition identique mais sans amidon et utiliser des petites cuves de 2 cm.

Lecture sur l'échelle de la densité optique = indice de bleuissement (blue value).

Appareillage

1. Bain-marie - à 40°C \pm 0,2°C.
2. Spectrophotomètre - lecture à 660 millimicrons.

Mode opératoire

1. Solution de miel - peser un échantillon de 10,0 g dans un becher de 50 ml et ajouter 5,0 ml de la solution tampon à l'acétate et 20 ml d'eau pour dissoudre l'échantillon. Dissoudre entièrement l'échantillon en agitant la solution froide.

Ajouter 3,0 ml de chlorure de sodium dans un ballon jaugé de 50 ml et transférer dans ce dernier l'échantillon de miel dissous. Porter le volume à 50 ml.

N.B. Il est indispensable que le miel soit tamponné avant d'être mis en contact avec le chlorure de sodium.

2. Titration de l'empois d'amidon : chauffer l'empois d'amidon à 40°C et introduire au moyen d'une pipette 5 ml de cette solution dans 10 ml d'eau à 40°C et bien mélanger. Introduire au moyen d'une pipette 1 ml de la solution obtenue dans 10 ml d'une solution d'iode diluée avec 35 ml d'eau. Bien mélanger et lire la couleur à 660 millimicrons par comparaison avec une solution étalon d'eau.

La densité optique devrait être de $0,760 \pm 0,020$.

Si besoin est, ajuster le volume de l'eau ajoutée pour obtenir la densité optique correcte.

3. Introduire au moyen d'une pipette 10 ml de la solution de miel dans un flacon conique de 50 ml. Placer ce flacon et le ballon qui contient l'empois d'amidon sur un bain-marie à 40°C. Au bout de 15 minutes au moins, pipetter 5 ml de l'empois d'amidon dans la solution de miel, secouer vigoureusement et déclencher en même temps un chronomètre. Prélever des portions de 1 ml toutes les 5 minutes et ajouter 10 ml de solution d'iode diluée avec le volume habituel d'eau. Déterminer immédiatement la densité optique et poursuivre le prélèvement des portions jusqu'à ce que la densité optique devienne inférieure à 0,235.

4. Calcul : sur un papier millimétrique, porter la densité optique en rapport avec le temps. Tracer une ligne droite passant par les trois derniers points au moins du graphique et déterminer le moment où le mélange réactionnel atteint une densité optique de 0,235.

Diviser par 300 le temps exprimé en minutes pour obtenir l'indice diastasique. Cet indice exprime l'activité diastasique en millilitres d'amidon à 1 pour cent hydrolysé par l'enzyme dans 1 g de miel en 1 heure à 40°C.

Recommandation : introduire la méthode de détermination de l'invertase et utiliser le rapport diastase/invertase pour évaluer l'état du miel (voir Kiermier, F. et Köberlein, W. (1954) : Z. Unters. Lebensmitt. 98, 329).

Observations sur la méthode de détermination des diastases, voir Annexe B

h) Teneur en hydroxyméthylfurfuraldéhyde :

Utiliser la méthode de O. Winkler (1955).

Echantillonnage

Utiliser la méthode décrite précédemment dans la section g).

Réactifs

1. Solution d'acide barbiturique : déshydrater de l'acide barbiturique à 105°C et prélever une portion de 500 mg. Introduire cette quantité dans un ballon jaugé de 100 ml et ajouter 70 ml d'eau. Placer le ballon sur un bain-marie chaud jusqu'à dissolution, laisser refroidir et compléter au trait de jauge.

2. Solution de p-toluidine : dissoudre 10,0 g de p-toluidine p.p.a. dans environ 50 ml d'isopropanol en chauffant légèrement sur un bain-marie. Introduire la toluidine et l'isopropanol dans un ballon jaugé de 100 ml et ajouter 10 ml d'acide acétique glacial. Laisser refroidir et compléter au trait de jauge avec de l'isopropanol. Conserver la solution à l'obscurité. La solution fonce graduellement et il faut la renouveler de temps à autre.

Appareillage

1. Spectrophotomètre pour lecture à 550 millimicrons.
2. Eprouvettes.

Mode opératoire

Prélever un échantillon de miel de 10 g et le dissoudre dans 20 ml d'eau distillée sans chauffer. Verser le tout dans un ballon jaugé de 50 ml et compléter au trait de jauge.

Prendre deux éprouvettes et introduire dans chacune d'elles au moyen d'une pipette 2,0 ml de la solution de miel, puis y ajouter 5,0 ml de solution de p-toluidine. Dans l'une des éprouvettes, ajouter avec une pipette 1 ml d'eau et, dans l'autre, 1 ml de solution d'acide barbiturique. Bien secouer les deux éprouvettes; celle qui contient de l'eau constitue l'éprouvette-temoin. L'adjonction des réactifs doit se faire immédiatement, l'opération devant être terminée en l'espace de 1 à 2 minutes.

Attendre 3 minutes après l'adjonction d'acide barbiturique et lire l'extinction de l'échantillon par rapport à l'éprouvette-temoin à 550 millimicrons en utilisant une petite cuve de 1 cm.

Calcul

Pour le titrage, on peut utiliser une solution-étalon d'hydroxyméthylfurfuraldéhyde (HMF) que l'on titre en dissolvant de l'HMF commerciale ou préparée en laboratoire et en faisant une détermination spectrophotométrique où $\xi = 16\ 830$ (J. H. Turner 1954) à 284 millimicrons, en utilisant des étalons de 0 à 300 microgrammes.

La formule suivante permet d'obtenir des résultats approchés :

$$\text{mg/100 g HMF} = \frac{\text{Extinction}}{\text{épaisseur de la couche}} \times 19,2$$

- i) Test de fermentation (à mettre au point).
- j) Miel souillé : méthode No 36068 de l'AOAC (10ème édition) (une tolérance est nécessaire).
- k) Identification du pollen : méthode nécessaire pour déterminer l'origine du miel (à mettre au point).

Annexe A

Indice de réfraction (20°C)	Teneur en eau (%)	Indice de réfraction (20°C)	Teneur en eau (%)	Indice de réfraction (20°C)	Teneur en eau (%)
1,5044	13,0	1,4961	16,2	1,4880	19,4
1,5038	13,2	1,4956	16,4	1,4875	19,6
1,5033	13,4	1,4951	16,6	1,4870	19,8
1,5028	13,6	1,4946	16,8	1,4865	20,0
1,5023	13,8	1,4940	17,0	1,4860	20,2
1,5018	14,0	1,4935	17,2	1,4855	20,4
1,5012	14,2	1,4930	17,4	1,4850	20,6
1,5007	14,4	1,4925	17,6	1,4845	20,8
1,5002	14,6	1,4920	17,8	1,4840	21,0
1,4997	14,8	1,4915	18,0	1,4835	21,2
1,4992	15,0	1,4910	18,2	1,4830	21,4
1,4987	15,2	1,4905	18,4	1,4825	21,6
1,4982	15,4	1,4900	18,6	1,4820	21,8
1,4976	15,6	1,4895	18,8	1,4815	22,0
1,4971	15,8	1,4890	19,0		
1,4966	16,0	1,4885	19,2		

Wedmore E.B. Bee World 36.197 1955Corrections de température

Indice de réfraction :

Températures supérieures à 20°C - ajouter 0,00023 par °C

Températures inférieures à 20°C - soustraire 0,00023 par °C.

Annexe B (ne fait pas partie de la norme)Observations sur la méthode de détermination des diastases

Par diastase, on entend l'alpha-amylase. Toutes les méthodes élaborées pour la détermination de l'alpha-amylase relèvent du même principe. Du miel est mis à réagir dans certaines conditions expérimentales avec une quantité donnée d'empois d'amidon. La dégradation de l'amidon est suivie par la décroissance graduelle de la coloration bleue de la réaction amidon-iode.

La première méthode quantitative pour la détermination des diastases est celle de Gothe (1914). Il s'agit d'une méthode visuelle qui a depuis été améliorée par Kiermier et Köberlein (1954).

Les auteurs de toutes les méthodes colorimétriques ultérieurement mises au point ont essayé de comparer les résultats ainsi obtenus avec ceux de la méthode de Gothe. Schade, Marsh et Eckert (1958) ont ainsi été amenés à modifier la méthode colorimétrique de Schwimmer.

Lorsque White et Pairent (1959) ont essayé la méthode de Schade, ils ont constaté qu'elle était en mauvais accord avec la méthode de Gothe, tout en convenant, à leur avis, pour les examens de routine. White a modifié la méthode de manière que ses résultats soient comparables avec ceux des méthodes plus anciennes et il a également perfectionné la méthode d'obtention graphique des résultats, la rendant universellement applicable pour tous les types de spectrophotomètres.

Selon Hadorn (1961), la modification de White est inutile et le désaccord entre les résultats serait attribuable au type d'amidon utilisé. Il a modifié la longueur d'onde à laquelle les lectures sont faites, attendant une heure avant de lire les valeurs de l'absorption. En outre, il a repris la méthode de Schade pour déterminer les résultats.

Nos propres essais ont confirmé l'hypothèse de Hadorn au sujet de l'effet des différents types d'amidon sur les résultats et nous avons décidé d'adopter la valeur qu'il propose pour l'indice de bleuissement (blue value). D'autre part, nous doutons du bien-fondé de ses autres suggestions, en particulier de la nécessité d'attendre une heure avant de procéder aux lectures, ce qui complique considérablement les choses lorsque l'on doit examiner plusieurs miels à indice diastatique inconnu. La méthode de White présente l'avantage de permettre la notation des résultats au fur et à mesure que la réaction se déroule.

White (1964) a essayé la méthode de Hadorn et a constaté qu'elle donnait des résultats peu satisfaisants.

A notre avis, la méthode proposée ne donnera probablement pas des résultats en accord complet avec ceux de la méthode de Gothe. En revanche, nous estimons, et nous pouvons le prouver, qu'elle permet à des techniciens différents d'obtenir des résultats identiques avec un même miel.

Références bibliographiques

- Lane, J.H., Eynon L. (1923) : J. Soc. Chem. Ind. 42. 32T, 143T, 463T
Walker, H.S. (1917) : J. Ind. Eng. Chem. 9. 490
Schade, J.E., Marsh, G.L., Eckert J.E. (1958) : Food Research 23. 446
White, J.W., Pairent, F.W. (1959) : J.A.O.A.C. 42. 344
Hadorn, H. (1961) : Mitt. Gebiete Lebensm. u. Hyg. 52. 67
Winkler, O. (1955) : Z. Lebensm. Untersuch. u. Forsch. 102. 161
Turner, J.H. Rebers, P.A., Barrick P.L., Cotton, R.H. (1954) : Anal. Chem. 26. 898
Gothe, F. (1914) : Z. Unters. Lebensmitt. 28. 286
Kiermier, F., Köberlein, W. (1954) : Z. Unters. Lebensmitt. 98. 329
White, J.W., Kushnir, I., Subers, M.H. (1964) : Food Technol. 18. 558