



PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES COMITÉ DU CODEX SUR LES MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE

Quarante et unième session

En ligne

17-21 et 25 mai 2021

CONFIRMATION DES DISPOSITIONS RELATIVES AUX MÉTHODES D'ANALYSE ET PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE FIGURANT DANS LES NORMES CODEX

1. Le présent document décrit les méthodes d'analyse (Annexes I, II, III, IV et V) proposées par les Comités suivants:

- Comité FAO/OMS de coordination pour l'Afrique (méthodes d'analyse pour les dispositions dans le projet de norme pour la viande séchée) (adopté par la Commission du Codex Alimentarius, à sa quarante-troisième session, à l'étape 5)
- Comité FAO/OMS de coordination pour l'Amérique du Nord et le Pacifique Sud-Ouest (méthodes d'analyse pour les dispositions dans le projet de norme régionale pour le jus de noni fermenté et la norme régionale pour les produits du kava à usage de boisson lorsqu'ils sont mélangés à de l'eau) (adoptés par la Commission, à l'étape 5 et à l'étape 5/8, respectivement)
- Comité FAO/OMS de coordination pour le Proche-Orient (méthodes d'analyse pour les dispositions dans le projet de norme régionale pour le zaatar) (adopté par la Commission, à sa quarante-troisième session, à l'étape 5)
- Comité du Codex sur la nutrition et les aliments diététiques ou de régime (méthodes d'analyse pour les dispositions dans la *Norme pour les préparations destinées aux nourrissons et les préparations données à des fins médicales spéciales aux nourrissons* (CXS 72-1981))
- Comité du Codex sur les fruits et légumes traités (CCPFV) (méthodes d'analyse et plans d'échantillonnage dans la Norme pour la pâte de soja fermentée au piment fort (Gochujang), la Norme pour la sauce au piment («sauce chili») («piments forts»), la révision de la *Norme pour le chutney de mangue* (CXS 160-1987), la Norme générale pour les fruits séchés, et la Norme générale pour les mélanges de fruits en conserve) (adoptées par la Commission, à sa quarante-troisième session, à l'étape 5/8)

COMITÉ FAO/OMS DE COORDINATION POUR L'AFRIQUE (vingt-troisième session du CCAFRICA)¹

Méthodes d'analyse pour les dispositions dans le projet de norme pour la viande séchée

2. Le Comité **est invité à confirmer** les méthodes d'analyse présentes dans l'Annexe I.

COMITÉ FAO/OMS DE COORDINATION POUR L'AMÉRIQUE DU NORD ET LE PACIFIQUE SUD-OUEST (quinzième session du CCNASWP)²

Méthodes d'analyse pour les dispositions dans le projet de norme régionale pour le jus de noni fermenté et la norme régionale pour les produits du kava à usage de boisson lorsqu'ils sont mélangés à de l'eau

3. Le Comité **est invité à confirmer** les méthodes d'analyse présentes dans l'Annexe II.

COMITÉ FAO/OMS DE COORDINATION POUR LE PROCHE-ORIENT (dixième session du CCNE)³

Méthodes d'analyse pour les dispositions dans le projet de norme régionale pour le zaatar

¹ REP20/AFRICA, par. 102 ii) et Annexe V

² REP20/NASWP, par. 83 ii), 96 iii) et Annexes II, III

³ REP20/NE, par. 87 ii) et Annexe IV

4. Le Comité **est invité à confirmer** les méthodes d'analyse présentes dans l'Annexe III.

COMITÉ DU CODEX SUR LA NUTRITION ET LES ALIMENTS DIÉTÉTIQUES OU DE RÉGIME (quarante et unième session du CCNFSU)⁴

Méthodes d'analyse pour les dispositions de la Norme pour les préparations destinées aux nourrissons et les préparations données à des fins médicales spéciales aux nourrissons (CXS 72-1981)

5. Le Comité est convenu de soumettre les méthodes pour la thiamine, la riboflavine, la niacine, la vitamine B6, la choline, la carnitine, le bêta-carotène, le lycopène, les fructanes et la biotine au Comité du Codex pour les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (CCMAS) pour examen, confirmation et incorporation dans les *Méthodes d'analyse et d'échantillonnage recommandées* (CXS 234-1999) ; et de demander au CCMAS de saisir à nouveau les méthodes existantes de Type II existantes pour les éléments nutritifs susmentionnés comme méthode de Type III dans la norme CXS 234-1999 ; et d'informer le CCMAS qu'il peut inclure la méthode AOAC 2011.14 / ISO 15151 | IDF 229 pour le calcium, le cuivre, le fer, le magnésium, le manganèse, le phosphore, le potassium, le sodium et le zinc comme méthode de Type III dans la norme CXS 234-1999.

6. Le Comité **est invité à confirmer** les méthodes d'analyse et d'examiner la saisie consécutive des méthodes existantes dans l'Annexe IV.

COMITÉ DU CODEX SUR LES FRUITS ET LÉGUMES TRAITÉS (vingt-neuvième session du CCPFV)⁵

7. Le Comité **est invité à confirmer ou confirmer l'approbation** des méthodes d'analyse et plans d'échantillonnage pour les dispositions de la Norme pour la pâte de soja fermentée au piment fort (Gochujang), la Norme pour la sauce au piment («sauce chili») («piments forts»), la Norme pour le chutney de mangue (CXS 160-1987), la Norme générale pour les fruits séchés, et la Norme générale pour les mélanges de fruits en conserve, tel qu'indiqué dans l'annexe V.

⁴ REP20/NFSU, par. 197

⁵ REP20/PFV par. 14, 16, 18, 22, 27 et Annexe II, III, IV, V et VI

ANNEXE I

COMITÉ FAO/OMS DE COORDINATION POUR L'AFRIQUE (vingt-troisième session du CCAFRICA)***Méthodes d'analyse pour les dispositions dans le projet de norme pour la viande séchée***

Méthode	Disposition	Principe	Type
AOAC 988.05	Détermination de la teneur en humidité	Gravimétrie	I
ISO 1443 (AOAC 960.39)	Détermination des matières grasses brutes	Gravimétrie	I
AOAC 928.08	Détermination des protéines brutes	Kjeldhal	II
ISO 937	Détermination des protéines brutes	Titrimétrie	II
ISO 1841-1 et ISO 1841-2	Détermination de la teneur en sel de qualité alimentaire	Potentiométrique/ Méthode Volhard	II
AOAC 940.26	Détermination de la teneur en cendres	Gravimétrie	I
ISO 18787	Détermination de l'activité de l'eau	Potentiométrique	II

ANNEXE II

COMITÉ FAO/OMS DE COORDINATION POUR L'AMÉRIQUE DU NORD ET LE PACIFIQUE SUD-OUEST (quinzième session du CCNASWP)***Méthodes d'analyse pour les dispositions dans le projet de norme régionale pour le jus de noni fermenté***

Disposition	Méthode	Principe	Type	Notes
Valeur Brix	AOAC 983.17	Réfractométrie	I	Adoptée pour les jus et nectars de fruit
Indice de pH	NMKL 179	Potentiométrie	II	Adoptée pour les jus et nectars de fruit
Éthanol	IFUMA 52	Dosage enzymatique	II	Adoptée pour les jus et nectars de fruit
Identification de la scopolétine	Annexe A*	Chromatographie sur couche mince	IV	
Identification de l'acide déacétylaspérulosidique	Annexe B*	Chromatographie sur couche mince	IV	

* Conformément aux critères généraux pour les essais en laboratoire définis par la norme ISO/IEC 17025:2017

IDENTIFICATION DE LA SCOPOLÉTINE

1. PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

- 1.1 Écraser le fruit du noni. Réaliser une extraction sur deux grammes de fruit écrasé en le mélangeant deux fois avec 125 millilitres de méthanol. Concentrer l'extrait méthanolique par évaporation sous vide. Dissoudre à nouveau l'extrait dans une petite quantité de méthanol, par exemple 10 millilitres.
- 1.2 Filtrer le jus de noni sur une membrane filtrante de 0,45 µm puis purifier par extraction en phase solide au moyen de cartouches Waters OASISS® ou de cartouches d'extraction en phase solide similaires. [Les cartouches d'extraction en phase solide sont d'abord équilibrées avec de l'eau, puis du méthanol. Les échantillons sont ensuite chargés sur la cartouche et lavés avec du méthanol à 5 pour cent, puis du méthanol à 100 pour cent. L'éluat méthanolique est conservé pour l'analyse par CCM.]
- 1.3 Réaliser une extraction sur un gramme de poudre de fruit du noni avec 5 millilitres de méthanol. Filtrer l'extrait méthanolique puis évaporer le solvant sous vide à 50 °C jusqu'à obtenir un extrait sec. Dissoudre l'extrait sec dans un millilitre de méthanol.

2. PRÉPARATION DU TÉMOIN

- 2.1 Préparer une solution témoin par dissolution d'1 mg de scopolétine dans 1 millilitre de méthanol.
- 2.2 Il est aussi possible de préparer ce témoin à partir de matériel végétal de référence certifié de *Morinda citrifolia* en suivant la même méthode que pour les échantillons à analyser. Le matériel végétal de référence certifié de *Morinda citrifolia* devrait provenir de la même partie de la plante que les échantillons à analyser.

3. IDENTIFICATION

3.1 CHROMATOGRAPHIE SUR COUCHE MINCE

Déposer 5 microlitres de chacune des solutions (échantillon et témoin) sur une plaque de chromatographie sur couche mince (CCM) en gel de silice [60 F254] préalablement séchée dans une étuve à 110 °C pendant 15 minutes. [Éluer la plaque avec une phase mobile dichlorométhane:méthanol (19:1, v/v).] Révéler les vives colorations bleues fluorescentes sur la plaque éluee au moyen d'une lampe à UV (365 nm). Identifier la scopolétine en comparant les taches des échantillons aux valeurs R_f et aux couleurs des taches obtenues avec le témoin.

RÉFÉRENCES

1. Deng S., West B. J., Jensen J. A Quantitative Comparison of Phytochemical Components in Global Noni Fruits and Their Commercial Products. *Food Chemistry* 2010, 122 (1): 267-270.
2. Potterat O., *et al.* Identification of TLC markers and quantification by HPLC-MS of various constituents in noni fruit powder and commercial noni-derived products. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 2007, 55(18):7489-7494.
3. Basar S., Westendorf J. Identification of (2E, 4Z, 7Z)-Decatrienoic Acid in Noni Fruit and Its Use in Quality Screening of Commercial Noni Products. *Food Analytical Methods* 2011, 4(1):57-65. DOI: 10.1007/s12161-010-9125-9.
4. Chan-Blanco Y., *et al.* The ripening and aging of noni fruits (*Morinda citrifolia* L.): microbiological flora and antioxidant compounds. *Journal of the Science of Food and Agriculture* 2007, 87:1710-1716.
5. West B. J., Deng S. Thin layer chromatography methods for rapid identity testing of *Morinda citrifolia* L. (noni) fruit and leaf. *Advance Journal of Food Science and Technology* 2010, 2(5):298-302.

IDENTIFICATION DE L'ACIDE DÉACÉTYLASPÉRULOSIDIQUE

1. PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

- 1.1 Écraser le fruit du noni. Réaliser une extraction sur deux grammes de fruit écrasé en le mélangeant deux fois avec 125 millilitres de méthanol. Concentrer l'extrait méthanolique par évaporation sous vide. Dissoudre à nouveau l'extrait dans une petite quantité de méthanol, par exemple 10 millilitres.
- 1.2 Filtrer le jus de noni sur une membrane filtrante de 0,45 µm puis purifier par extraction en phase solide au moyen de cartouches Waters OASISS® ou de cartouches d'extraction en phase solide similaires. [Les cartouches d'extraction en phase solide sont d'abord équilibrées avec de l'eau, puis du méthanol. Les échantillons sont ensuite chargés sur la cartouche et lavés avec du méthanol à 5 pour cent, puis du méthanol à 100 pour cent. L'éluat méthanolique est conservé pour l'analyse par CCM.]
- 1.3 Réaliser une extraction sur un gramme de poudre de fruit du noni avec 5 millilitres de méthanol. Filtrer l'extrait méthanolique puis évaporer le solvant sous vide à 50 °C jusqu'à obtenir un extrait sec. Dissoudre l'extrait sec dans un millilitre de méthanol.

2. PRÉPARATION DU TÉMOIN

- 2.1 Préparer une solution témoin par dissolution d'1 mg d'acide déacétylaspérulosidique dans 1 millilitre de méthanol.
- 2.2 Il est aussi possible de préparer ce témoin à partir de matériel végétal de référence certifié de *Morinda citrifolia* en suivant la même méthode que pour les échantillons à analyser. Le matériel végétal de référence certifié de *Morinda citrifolia* devrait provenir de la même partie de la plante que les échantillons à analyser.

3. IDENTIFICATION

3.1 CHROMATOGRAPHIE SUR COUCHE MINCE

Déposer 5 microlitres de chacune des solutions (échantillon et témoin) sur une plaque de chromatographie sur couche mince (CCM) en gel de silice [60 F254] préalablement séchée dans une étuve à 110 °C pendant 15 minutes. [Éluer la plaque avec une phase mobile dichlorométhane:méthanol:eau (13:6:1, v/v).] Pulvériser une solution d'éthanol contenant 2 pour cent d'anisaldéhyde et 10 pour cent d'acide sulfurique sur la plaque éluée, puis chauffer dans une étuve à 110 °C pendant 1 minute pour révéler la coloration bleue. Identifier l'acide déacétylaspérulosidique en comparant les taches des échantillons aux valeurs R_f et aux couleurs des taches obtenues avec le témoin.

RÉFÉRENCES

1. Potterat O., *et al.* Identification of TLC markers and quantification by HPLC-MS of various constituents in noni fruit powder and commercial noni-derived products. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 2007, 55(18):7489-7494.
2. Deng S., *et al.* Determination and comparative analysis of major iridoids in different parts and cultivation sources of *Morinda citrifolia*. *Phytochemical Analysis* 2011, 22(1):26-30.
3. West B. J., Deng S. Thin layer chromatography methods for rapid identity testing of *Morinda citrifolia* L. (noni) fruit and leaf. *Advance Journal of Food Science and Technology* 2010, 2(5):298-302.

Méthodes d'analyse pour les dispositions dans la norme régionale pour les produits du kava à usage de boisson lorsqu'ils sont mélangés à de l'eau

Disposition	Méthode	Principe	Type
Variétés nobles du kava	<p>Lebot V., Legendre L. (2016). Comparison of kava (<i>Piper methysticum</i> Forst.) varieties by UV absorbance of acetonic extracts and high-performance thin-layer chromatography. <i>Journal of Food Composition and Analysis</i> 48:25-33. http://dx.doi.org/10.1016/j.jfca.2016.01.009</p> <p>et</p> <p>Lebot V., Michalet S., Legendre L. (2019). Kavalactones and flavokavins profiles contribute to quality assessment of kava (<i>Piper methysticum</i> G.Forst.), the traditional beverage of the Pacific. <i>Beverages</i> 2019, 5, 34; https://doi.org/10.3390/beverages5020034</p>	<p>Chromatographie sur couche mince à haute résolution et/ou absorbance UV d'extraits dans l'acétone, mesurée à 440 nm (inférieure ou égale à 0,9)</p>	IV
Humidité	The Fiji Kava Standard 2017 . Section 8.1	Gravimétrie	I
[Flavokavines	<p>Lebot V., Legendre L. (2016). Comparison of kava (<i>Piper methysticum</i> Forst.) varieties by UV absorbance of acetonic extracts and high-performance thin-layer chromatography. <i>Journal of Food Composition and Analysis</i> 48:25-33. http://dx.doi.org/10.1016/j.jfca.2016.01.009</p> <p>et</p> <p>Lebot V., Michalet S., Legendre L. (2019). Kavalactones and flavokavins profiles contribute to quality assessment of kava (<i>Piper methysticum</i> G.Forst.), the traditional beverage of the Pacific. <i>Beverages</i> 2019, 5, 34; https://doi.org/10.3390/beverages5020034</p>	<p>Chromatographie sur couche mince à haute résolution et/ou absorbance UV d'extraits dans l'acétone, mesurée à 440 nm (inférieure ou égale à 0,9)</p>	IV

ANNEXE III

COMITÉ FAO/OMS DE COORDINATION POUR LE PROCHE-ORIENT (dixième session du CCNE)

Méthodes d'analyse pour les dispositions dans le projet de norme régionale pour le zaatar

Disposition	Méthode	Principe	Type*
Chlorure de sodium	AOAC 960.29	Titrimétrie (Mohr: dosage du chlorure, sous la forme de chlorure de sodium)	
Humidité	AOAC 925.10	Gravimétrie, séchage à 130 °C	
Cendres insolubles dans l'acide	AOAC 941.12	Gravimétrie, incinération à 550 °C (pour le résidu incinéré insoluble dans l'acide chlorhydrique)	
Matières étrangères endogènes	ISO 927	Examen visuel puis volumétrie	I
Matières étrangères exogènes	ISO 927	Examen visuel puis volumétrie	I
Insectes/déjections/fragments d'insectes	Méthode de l'AOAC adaptée à certaines épices, chapitre 16, sous-chapitre 14 NIMP 8 - Détermination de la situation d'un organisme nuisible dans une zone	Examen visuel	IV
Dommages causés par des moisissures	Method V-8 - Spices, Condiments, Flavors and Crude Drugs (Macroanalytical Procedure Manual, USFDA, Technical Bulletin Number 5) (Méthode établie par l'administration des États-Unis chargée des produits alimentaires et pharmaceutiques)	Examen visuel (produit entier)	IV
Déjections de mammifères	Macroanalytical Procedure Manual, USFDA, Technical Bulletin Number 5, V.39 B (Méthode établie par l'administration des États-Unis chargée des produits alimentaires et pharmaceutiques) (produit entier)	Examen visuel	IV
Autres déjections	AOAC 993.27 (produit broyé)	Méthode de détection enzymatique	IV

ANNEXE IV

COMITÉ SUR LA NUTRITION ET LES ALIMENTS DIÉTÉTIQUES OU DE RÉGIME (quarante et unième session du CCNFSU)

Méthodes d'analyse pour les préparations destinées aux nourrissons

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type proposé
Préparations destinées aux nourrissons	Thiamine	AOAC 2015.14 / ISO DIS 21470	Digestion enzymatique et Chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse	II
		EN 14122	Chromatographie liquide à haute performance avec dérivation pré- ou post-colonne et conversion en thiochrome	II III
		AOAC 986.27	Fluorimétrie	III
	Riboflavine	AOAC 2015.14 / ISO DIS 21470	Digestion enzymatique et Chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse	II
		EN 14152	CLHP	II III
		AOAC 985.31	Fluorimétrie	III
	Niacine	AOAC 2015.14 / ISO DIS 21470	Digestion enzymatique et Chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse	II
		EN 15652	CLHP	II III
		AOAC 985.34	Essai microbiologique et turbidimétrie	III
	Vitamine B ₆	AOAC 2015.14 / ISO DIS 21470	Digestion enzymatique et Chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse	II
		AOAC 2004.07 / EN 14164	CLHP	II III
		AOAC 985.32	Essai microbiologique	III
		EN 14166	Essai microbiologique	III
	Choline	AOAC 2015.10 / ISO DIS 21468	Chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse	II
		AOAC 999.14	Méthode enzymatique et colorimétrique avec une applicabilité limitée en raison de la concentration en choline et en ascorbate	II III
	Carnitine	AOAC 2015.10 / ISO DIS 21468	Chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse	II
Fructanes	AOAC 2016.14 / ISO DIS 22579 IDF 241	Digestion enzymatique et Chromatographie à haute performance par échange d'anions couplée à la détection par ampérométrie pulsée	II	

	Bêta carotène	AOAC 2016.13 / ISO DIS 23443	UHPLC	II
	Lycopène	AOAC 2016.13 / ISO DIS 23443	UHPLC	II
	Biotine	AOAC 2016.02 / ISO 23305	CLHP-UV	II
		EN 15607	CLHP-fluorescence	III

ANNEXE V

COMITÉ SUR LES FRUITS ET LÉGUMES TRAITÉS (vingt-neuvième session du CCPFV)**Méthodes d'analyse pour les dispositions de la Norme pour la pâte de soja fermentée au piment fort (Gochujang)**

Note: La Norme régionale pour la pâte de soja fermentée au piment fort (Gochujang) (CXS 294R-2009) a été convertie en norme mondiale.

Par conséquent, la Norme régionale pour la pâte de soja fermentée au piment fort (Gochujang) (CXS 294R-2009) a été révoquée.

Les dispositions relatives aux méthodes d'analyse dans la Norme régionale pour la pâte de soja fermentée au piment fort (Gochujang) ont été préalablement confirmées et sont incluses dans la norme CXS 234.

Disposition	Méthode	Principe	Type
Capsicine	AOAC 995.03	HPLC	II
Capsicine	Telle que décrite dans la norme (Annexe I)	Chromatographie gazeuse	IV
Protéine brute	AOAC 984.13 (facteur de conversion de l'azote: 6,25)	Kjeldahl	I
Teneur en eau	AOAC 934.01 (≤ 70°C, ≤ 50 mm Hg))	Gravimétrie	I

Plan d'échantillonnage
PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE 1
 (Niveau de contrôle I, NQA = 6.5)

POIDS NET INFÉRIEUR OU ÉGAL À 1 KG (2,2 LB)		
Importance du lot (N)	Effectif de l'échantillon (n)	Critère d'acceptation (c)
4 800 ou moins	6	1
4 801 - 24 000	13	2
24 001 - 48 000	21	3
48 001 - 84 000	29	4
84 001 - 144 000	38	5
144 001 - 240 000	48	6
Plus de 240 000	60	7
POIDS NET SUPÉRIEUR À 1 KG (2,2 LB), MAIS NE DÉPASSANT PAS 4,5 KG (10 LB)		
Importance du lot (N)	Effectif de l'échantillon (n)	Critère d'acceptation (c)
2 400 ou moins	6	1
2 401 - 15 000	13	2
15 001 - 24 000	21	3
24 001 - 42 000	29	4
42 001 - 72 000	38	5
72 001 - 120 000	48	6
Plus de 120 000	60	7
POIDS NET SUPÉRIEUR À 4,5 KG (10 LB)		
Importance du lot (N)	Effectif de l'échantillon (n)	Critère d'acceptation (c)
600 ou moins	6	1
601 - 2 000	13	2
2 001 - 7 200	21	3
7 201 - 15 000	29	4
15 001 - 24 000	38	5
24 001 - 42 000	48	6
Plus de 42 000	60	7

PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE 2

(Niveau de contrôle II, NQA = 6,5)

POIDS NET INFÉRIEUR OU ÉGAL À 1 KG (2,2 LB)		
Importance du lot (N)	Effectif de l'échantillon (n)	Critère d'acceptation (c)
4 800 ou moins	13	2
4 801 - 24 000	21	3
24 001 - 48 000	29	4
48 001 - 84 000	38	5
84 001 - 144 000	48	6
144 001 - 240 000	60	7
Plus de 240 000	72	8
POIDS NET SUPÉRIEUR À 1 KG (2,2 LB), MAIS NE DÉPASSANT PAS 4,5 KG (10 LB)		
Importance du lot (N)	Effectif de l'échantillon (n)	Critère d'acceptation (c)
2 400 ou moins	13	2
2 401 - 15 000	21	3
15 001 - 24 000	29	4
24 001 - 42 000	38	5
42 001 - 72 000	48	6
72 001 - 120 000	60	7
Plus de 120 000	72	8
POIDS NET SUPÉRIEUR À 4,5 KG (10 LB)		
Importance du lot (N)	Effectif de l'échantillon (n)	Critère d'acceptation (c)
600 ou moins	13	2
601 - 2 000	21	3
2 001 - 7 200	29	4
7 201 - 15 000	38	5
15 001 - 24 000	48	6
24 001 - 42 000	60	7
Plus de 42 000	72	8

Appendice A

Détermination de Capsicine dans la pâte de soja fermentée au piment fort (Gochujang) à l'aide d'une détection par chromatographie gazeuse (CG)**1. CHAMP D'APPLICATION**

Ce procédé est adapté à la détermination de Capsicine dans la pâte de soja fermentée au piment fort (Gochujang) à l'aide d'une détection par chromatographie gazeuse. Le procédé utilise le squalène comme étalon interne. La concentration de capsicine est exprimée en µg/mL.

2. PRINCIPE

Pour extraire la capsicine, le mélange est mixé jusqu'à obtention d'une consistance homogène. La capsicine dans la pâte de soja fermentée au piment fort (Gochujang) est extraite avec du méthanol à 100 %, puis par séparation au méthanol – hexane afin d'éliminer les substances interférentes hydrophiles et hydrophobes par une ampoule à décanter. La capsicine dans la couche de méthanol est extraite avec du dichlorométhane (DCM) et la solution saturée de NaCl est concentrée par un évaporateur rotatif. Une partie de l'extrait d'échantillon concentré est ensuite prélevée et totalement dissoute avec du DCM contenant du squalène comme étalon interne pour l'analyse à l'aide d'une détection par chromatographie gazeuse.

3. RÉACTIFS ET MATÉRIEL

Pendant l'analyse, sauf indication contraire, il convient d'utiliser uniquement un réactif de qualité analytique reconnue et de l'eau de classe 3 au minimum, répondant à la définition de la norme ISO 3696.

3.1 Réactifs

3.1.1 Capsicine (99 + %, C₁₈H₂₇NO₃, Fw 305.42, CAS 404-86-4)

3.1.2 Squalène (CAS 111-02-4)

3.1.3 Hexane

3.1.4 Méthanol

3.1.5 Méthanol + Eau (80 + 20, v/v)

3.1.6 Dichlorométhane

3.1.7 Chlorure de sodium

3.1.8 Sulfate de sodium

3.2 Préparation de la solution type**3.2.1 Solution de base de capsicine (A)**

Peser approximativement 100 mg de capsicine, compléter jusqu'à un volume de 100 mL dans un flacon jaugé avec du DCM pour obtenir une solution (A) d'environ 1 000 µg/mL.

3.2.2 Solution de travail de capsicine (B)

Préparer 100 mL de solution intermédiaire B par dilution de 10 mL de solution A (3.2.1) avec 100 mL de DCM jusqu'à obtenir exactement 100 µg/mL de DCM.

3.2.3 Solution de travail de squalène comme étalon interne (C)

Peser approximativement 100 mg de squalène, compléter jusqu'à un volume de 250 mL dans un flacon jaugé avec du DCM pour obtenir une solution (C) d'environ 400 µg/mL dans le DCM.

3.3 Étalonnage des solutions de capsicine

Répartir des volumes de la solution à 100 µg/mL (B, 3.2.2) dans un ballon à fond plat de 50 mL, séché, puis ajouter 2 mL de solution de travail comme étalon interne (C, 3.2.3) pour obtenir de la capsicine à 10,0, 50,0, 100,0, 300,0, 500,0 µg/mL.

4. APPAREIL

4.1 Chromatographe à gaz avec détecteur à ionisation de flamme (FID). Les conditions suivantes ont été reconnues appropriées :

4.1.1 Température de l'injecteur / du détecteur : 320 °C / 350 °C

4.1.2 Programme de température du four : 220 °C pendant 1 minute, augmenter de 5 °C/min jusqu'à

250 °C, maintenir pendant 13 minutes puis augmenter à 280 °C en maintenant 5 minutes pour chaque intervalle de 20 °C/min. Gaz vecteur hélium à 1,5 mL/minute

- 4.1.3 Effectuer une injection fractionnée de 1,0 µL avec un rapport de fractionnement de 1:5
- 4.2 Colonne de CG, 30 m x 0,32 µm, 0,25 µm d'épaisseur de film, HP-1 ou équivalent
- 4.3 Balance analytique, permettant de mesurer à la quatrième décimale
- 4.4 Agitateur, pouvant atteindre 2 000 tr/min
- 4.5 Centrifugeuse, pouvant atteindre 3 500 tr/min
- 4.6 Papier filtre (Whatman n° 2 ou équivalent)

5. ÉCHANTILLONS DE LABORATOIRE

Dès réception, les échantillons sont numérotés de manière unique. L'échantillon de pâte de soja fermentée au piment fort (Gochujang) est stocké à une température inférieure à 4 °C. Tous les autres échantillons sont stockés à température ambiante dans un récipient hermétique avant l'analyse.

6. PROCÉDURE

6.1 Échantillon de laboratoire

Les échantillons doivent être hachés ou râpés pour obtenir un mélange homogène. Tous les échantillons doivent être stockés dans le récipient hermétique et à température ambiante avant analyse. Tous les échantillons doivent être soigneusement mélangés jusqu'à obtention d'un mélange homogène avant l'analyse.

6.2 Échantillon de test

- 6.2.1 Mélanger soigneusement l'échantillon. Peser à 0,01 g près une portion de 10 g de pâte de soja fermentée au piment fort (Gochujang) dans un flacon à centrifuger de 250 mL.
- 6.2.2 Ajouter 50 mL de méthanol et agiter pendant 2 heures, pour extraire la capsaïcine.
- 6.2.3 Filtrer l'extrait avec le papier filtre Whatman n° 2 dans un ballon à fond plat de 250 mL (Ext-A).
- 6.2.4 Ajouter 30 mL de méthanol en plus au résidu et agiter pendant 1 heure, pour extraire la capsaïcine (Ext-B).
- 6.2.5 Répéter les étapes 6.2.3 à 6.2.4 (Ext-C).
- 6.2.6 Combiner les solutions Ext-A, Ext-B et Ext-C dans un ballon à fond plat de 250 mL, en les concentrant jusqu'à environ 5 mL.
- 6.2.7 Dissoudre le concentré avec 20 mL de méthanol à 80 % et 20 mL d'hexane.
- 6.2.8 Transférer la solution dans une ampoule à décanter de 250 mL.
- 6.2.9 Agiter et séparer en deux couches, la couche de méthanol (couche-M1, supérieure) et la couche d'hexane (couche-H1, inférieure).
- 6.2.10 Réserver la couche-H1 dans un flacon de 100 mL et transférer la couche-M1 (6.2.9) dans une ampoule à décanter et ajouter 20 mL d'hexane supplémentaires.
- 6.2.11 Répéter les étapes 6.2.9 à 6.2.10 (couche-M2 et couche-H2).
- 6.2.12 Répéter les étapes 6.2.9 à 6.2.10 (couche-M3 et couche-H3).
- 6.2.13 Combiner la couche-H1, la couche-H2 et la couche-H3 (couche-HC) dans l'ampoule à décanter de 250 mL, en ajoutant 20 mL de méthanol à 80 %, en agitant et en séparant en deux couches, la couche de méthanol (couche inférieure-M'1) et la couche d'hexane (couche supérieure-H'1).
- 6.2.14 Réserver la couche-M'1 dans le nouveau ballon à fond plat de 250 mL.
- 6.2.15 Ajouter 20 mL de méthanol à 80 % dans l'ampoule à décanter contenant la couche-HC, en agitant et en séparant en deux couches (couche-M'2 et couche-H'2).
- 6.2.16 Combiner toutes les couches-M dans la nouvelle ampoule à décanter (250 mL), en ajoutant 20 mL de solution saturée de NaCl et 20 mL de DCM.
- 6.2.17 Agiter et séparer en deux couches (couche-D1 et couche-WM1) dans l'ampoule à décanter de 250 mL.
- 6.2.18 Transférer la couche-D1 dans le nouveau ballon à fond plat de 250 mL.

- 6.2.19 Ajouter 20 mL de DCM supplémentaires dans l'ampoule à décanter (6.2.16), en agitant et en séparant en deux couches (couche-D2 et couche-WM1).
- 6.2.20 Répéter l'étape 6.2.16 (couche-D3 et couche-WM1).
- 6.2.21 Combiner la couche-D1, la couche-D2 et la couche-D3 dans le ballon à fond plat de 250 mL, en les concentrant (C-D).
- 6.2.22 Transférer le concentré (C-D, 6.2.21) dans un ballon à fond plat de 100 mL, en le dissolvant totalement avec du DCM.
- 6.2.23 Monter environ 3 g de sulfate de sodium sur le papier filtre et déshydrater C-D en le passant dans le sulfate de sodium.
- 6.2.24 Collecter la couche C-D déshydratée dans un ballon à fond plat de 50 mL et la concentrer jusqu'à siccité par l'évaporateur rotatif.
- 6.2.25 Dissoudre le concentré avec 2 mL de DCM contenant du squalène comme solution étalon interne (C, 3.2.3)
- 6.2.26 Analyser la solution d'échantillon par CG.

7. CALCUL - PROCÉDÉ DE NORME INTERNE

- 7.1 Mesurer la zone des pics de capsaïcine et de squalène.
- 7.2 Calculer le rapport des zones de pic de capsaïcine et de squalène.
- 7.3 Tracer un graphique d'étalonnage pour les étalons en représentant le rapport de zone au poids en microgrammes de capsaïcine dans la fiole.
- 7.4 Calculer la pente de la ligne d'étalonnage.
- 7.5 Diviser le rapport de zone de pic des inconnues par la valeur de la pente pour obtenir le poids de capsaïcine par fiole pour les échantillons inconnus.

8. PRÉSENTATION FINALE DES RÉSULTATS

Les résultats sont exprimés en µg/mL et cités à 2 chiffres significatifs.

BIBLIOGRAPHIE

1. W. Hawer et J. Ha *et al.* Effective separation and quantitative analysis of major heat principles in red pepper by capillary GC, Food Chemistry, 49, pp. 99-103, 1994.
2. J. Jung et S. Kang : A new method for analysis of capsaicinoids content in microcapsule, Korean J. Food Sci. Technol., Vol. 32, No. 1, pp. 42-49, 2000.
3. C.A. Reilly et al. : Quantitative analysis of capsaicinoids in fresh peppers, oleoresin capsicum and pepper spray products, J. of Forensic Science, Vol. 43, No. 3, pp. 502-509, 2001.
4. Ha et al. : Gas Chromatography Analysis of Capsaicin in Gochujang, Journal of AOAC International Vol. 91. No. 2, 2008.

Tableau 1 Résumé du test de répétabilité pour l'essai d'échantillons appropriés ($\mu\text{g/mL}$)

Test n°	<i>Gochujang - K</i>
1	64,7
2	69,0
3	70,6
4	71,8
5	70,5
Moyenne	69,3
RSD, %	3,99

Tableau 2 Résumé du test de récupération pour l'essai d'échantillons appropriés (%)

Test n°	<i>Gochujang - K</i>
1	80,47
2	77,29
3	87,97
4	91,00
5	95,18
Moyenne	86,38
RSD, %	8,56

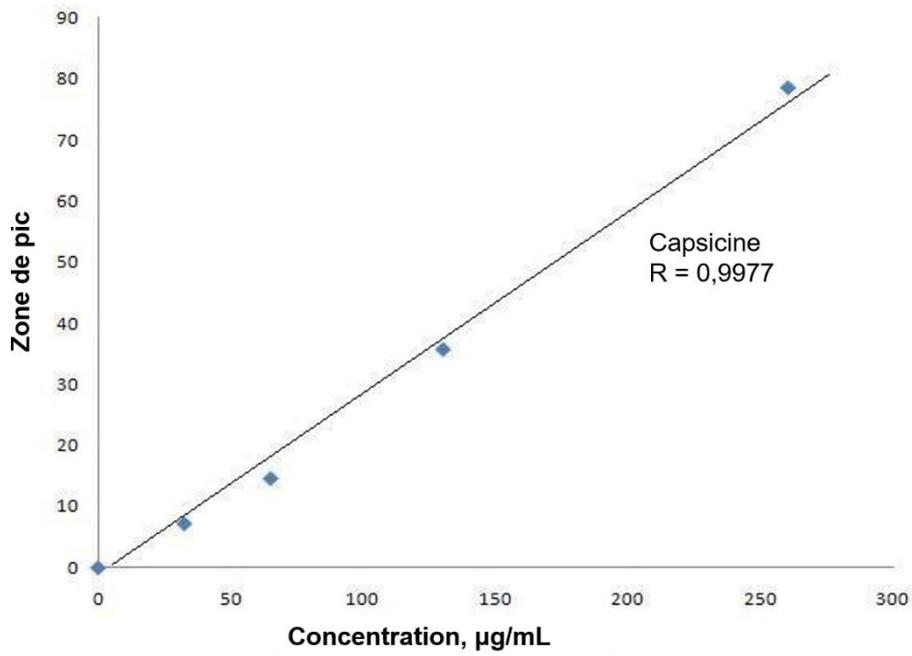


Figure 1 Courbe d'étalonnage de la capsicine par la méthode de CG.

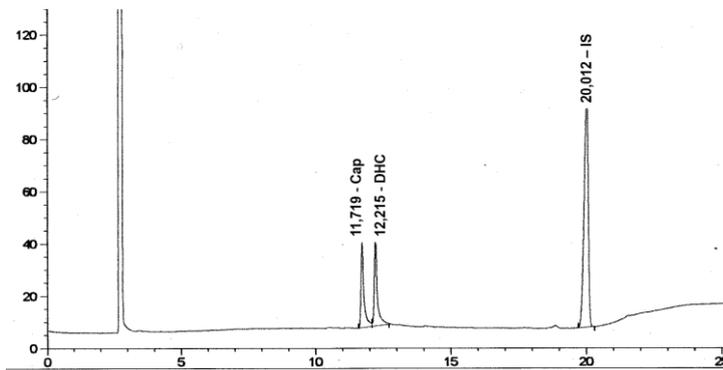


Figure 2. Chromatogramme par CG des étalons de capsicine

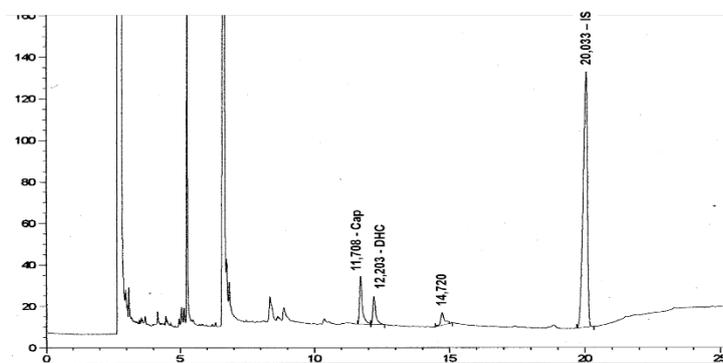


Figure 3. Chromatogramme par CG de capsicine dans la pâte de soja fermentée au piment fort (Gochujang)

**Méthodes d'analyse pour les dispositions de la Norme pour la sauce au piment («sauce chili»)
(«piments forts»)**

Note : la Norme régionale pour la sauce au piment («sauce chili») («piments forts») (CXS 306R-2011) a été convertie en norme mondiale. Par conséquent, la Norme régionale a été révoquée. La norme CXS-234 contient déjà les méthodes préalablement confirmées pour le pH et le remplissage des récipients. Le plan d'échantillonnage ci-dessous est le même que celui qui figure dans la norme CXS 306R.

Le niveau de contrôle approprié est sélectionné comme suit :

Niveau de contrôle I – Échantillonnage normal

Niveau de contrôle II – Conflits (effectif de l'échantillon pour fin d'arbitrage dans le cadre du Codex), mise en application ou nécessité d'une meilleure estimation du lot

PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE 1

(Niveau de contrôle I, NQA = 6,5)

POIDS NET ÉGAL OU INFÉRIEUR À 1 KG (2,2 LB)		
Importance du lot (N)	Effectif de l'échantillon (n)	Critère d'acceptation (c)
4 800 ou moins	6	1
4 801 – 24 000	13	2
24 001 – 48 000	21	3
48 001 – 84 000	29	4
84 001 – 144 000	38	5
144 001 – 240 000	48	6
Plus de 240 000	60	7
POIDS NET SUPÉRIEUR À 1 KG (2,2 LB), MAIS NE DÉPASSANT PAS 4,5 KG (10 LB)		
Importance du lot (N)	Effectif de l'échantillon (n)	Critère d'acceptation (c)
2 400 ou moins	6	1
2 401 – 15 000	13	2
15 001 – 24 000	21	3
24 001 – 42 000	29	4
42 001 – 72 000	38	5
72 001 – 120 000	48	6
Plus de 120 000	60	7
POIDS NET SUPÉRIEUR À 4,5 KG (10 LB)		
Importance du lot (N)	Effectif de l'échantillon (n)	Critère d'acceptation (c)

600 ou moins	6	1
601 – 2 000	13	2
2 001 – 7 200	21	3
7 201 – 15 000	29	4
15 001 – 24 000	38	5
24 001 – 42 000	48	6
Plus de 42 000	60	7

PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE 2
(Niveau de contrôle II, NQA = 6,5)

POIDS NET ÉGAL OU INFÉRIEUR À 1 KG (2,2 LB)		
Importance du lot (N)	Effectif de l'échantillon (n)	Critère d'acceptation (c)
4 800 ou moins	13	2
4 801 – 24 000	21	3
24 001 – 48 000	29	4
48 001 – 84 000	38	5
84 001 – 144 000	48	6
144 001 – 240 000	60	7
Plus de 240 000	72	8
POIDS NET SUPÉRIEUR À 1 KG (2,2 LB), MAIS NE DÉPASSANT PAS 4,5 KG (10 LB)		
Importance du lot (N)	Effectif de l'échantillon (n)	Critère d'acceptation (c)
2 400 ou moins	13	2
2 401 – 15 000	21	3
15 001 – 24 000	29	4
24 001 – 42 000	38	5
42 001 – 72 000	48	6
72 001 – 120 000	60	7
Plus de 120 000	72	8

Importance du lot (N)	POIDS NET SUPÉRIEUR À 4,5 KG (10 LB)	
	Effectif de l'échantillon (n)	Critère d'acceptation (c)
600 ou moins	13	2
601 – 2 000	21	3
2 001 – 7 200	29	4
7 201 – 15 000	38	5
15 001 – 24 000	48	6
24 001 – 42 000	60	7
Plus de 42 000	72	8

Méthodes d'analyse pour les dispositions de la Norme pour le chutney de mangue (CXS 160-1987)

PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE 1 (Niveau de contrôle I, NQA = 6,5)

POIDS NET ÉGAL OU INFÉRIEUR À 1 KG (2,2 LB)		
Importance du lot (N)	Effectif de l'échantillon (n)	Critère d'acceptation (c)
4 800 ou moins	6	1
4 801 – 24 000	13	2
24 001 - 48 000	21	3
48 001 - 84 000	29	4
84 001 – 144 000	38	5
144 001 - 240 000	48	6
Plus de 240 000	60	7
POIDS NET SUPÉRIEUR À 1 KG (2,2 LB) MAIS NE DÉPASSANT PAS 4,5 KG (10 LB)		
Importance du lot (N)	Effectif de l'échantillon (n)	Critère d'acceptation (c)
2 400 ou moins	6	1
2 401 – 15 000	13	2
15 001 - 24 000	21	3
24 001 - 42 000	29	4
42 001 - 72 000	38	5
72 001 – 120 000	48	6
Plus de 120 000	60	7
POIDS NET SUPÉRIEUR À 4,5 KG (10 LB)		
Importance du lot (N)	Effectif de l'échantillon (n)	Critère d'acceptation (c)
600 ou moins	6	1
601 – 2 000	13	2
2 001 - 7 200	21	3
7 201 – 15 000	29	4
15 001 - 24 000	38	5
24 001 - 42 000	48	6
Plus de 42 000	60	7

PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE 2 (Niveau de contrôle II, NQA = 6,5)

POIDS NET ÉGAL OU INFÉRIEUR À 1 KG (2,2 LB)				
Importance du Lot (N)			Effectif de l'échantillon (n)	Critère d'acceptation (c)
4 800 ou moins			13	2
4 801 – 24 000			21	3
24 001	- 48 000		29	4
48 001	- 84 000		38	5
84 001 – 144 000			48	6
144 001	-240 000		60	7
Plus de 240 000			72	8
POIDS NET SUPÉRIEUR À 1 KG (2,2 LB) MAIS ME DÉPASSANT PAS 4,5 KG (10 LB)				
Importance du Lot (N)			Effectif de l'échantillon (n)	Critère d'acceptation (c)
2 400 ou moins			13	2
2 401 – 15 000			21	3
15 001	- 24 000		29	4
24 001	- 42 000		38	5
42 001	- 72 000		48	6
72 001 – 120 000			60	7
Plus de 120 000			72	8
POIDS NET SUPÉRIEUR À 4,5 KG (10 LB)				
Importance du Lot (N)			Effectif de l'échantillon (n)	Critère d'acceptation (c)
600 ou moins			13	2
601 – 2 000			21	3
2 001	- 7 200		29	4
7 201 – 15 000			38	5
15 001	- 24 000		48	6
24 001	- 42 000		60	7
Plus de 42 000			72	8

Méthodes d'analyse pour les dispositions de la Norme générale pour les fruits séchés

Note

Cette norme générale s'applique aux fruits séchés en général, tel que défini dans la section 2 de cette norme et fournit également des dispositions spécifiques pour les produits couverts dans les annexes (A: abricots secs, B: Dattes, C: Raisins secs, D: Longanes séchés, E: kakis séchés)

Par conséquent, les Normes pour les abricots secs (CXS 130-1981), les dattes (CXS 143-1985), et les raisins secs (CXS 67-1981) ont été révoquées.

Actuellement la norme CXS 234 contient une méthode pour la teneur en eau AOAC 934.06 pour les abricots secs, les dattes et la méthode pour la teneur en eau en vigueur pour les raisins secs est AOAC 972.20.

Méthodes d'analyse

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
Fruits séchés	Identification des défauts	Telle que décrite dans la norme	Contrôle visuel	I
Fruits séchés	Teneur en eau	AOAC 934.06	Gravimétrie (étuve à vide)	I

Plans d'échantillonnage

Le niveau de contrôle approprié est sélectionné comme suit :

Niveau de contrôle I – Échantillonnage normal

Niveau de contrôle II – Arbitrages (taille de l'échantillon pour fin d'arbitrage dans le cadre du Codex), mise en application ou nécessité d'une meilleure estimation du lot

PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE 1 (Niveau de contrôle I, NQA = 6,5)

POIDS NET ÉGAL OU INFÉRIEUR À 1 KG (2,2 LB)		
Importance du lot (N)	Effectif de l'échantillon (n)	Critère d'acceptation (c)
4 800 ou moins	6	1
4 801 – 24 000	13	2
24 001 – 48 000	21	3
48 001 – 84 000	29	4
84 001 – 144 000	38	5
144 001 – 240 000	48	6
Plus de 240 000	60	7
POIDS NET SUPÉRIEUR À 1 KG (2,2 LB), MAIS NE DÉPASSANT PAS 4,5 KG (10 LB)		
Importance du lot (N)	Effectif de l'échantillon (n)	Critère d'acceptation (c)
2 400 ou moins	6	1
2 401 – 15 000	13	2
15 001 – 24 000	21	3
24 001 – 42 000	29	4
42 001 – 72 000	38	5
72 001 – 120 000	48	6
Plus de 120 000	60	7
POIDS NET SUPÉRIEUR À 4,5 KG (10 LB)		
Importance du lot (N)	Effectif de l'échantillon (n)	Critère d'acceptation (c)
600 ou moins	6	1
601 – 2 000	13	2
2 001 – 7 200	21	3
7 201 – 15 000	29	4
15 001 – 24 000	38	5
24 001 – 42 000	48	6
Plus de 42 000	60	7

PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE 2 (Niveau de contrôle II, NQA = 6,5)

POIDS NET ÉGAL OU INFÉRIEUR À 1 KG (2,2 LB)		
Importance du lot (N)	Effectif de l'échantillon (n)	Critère d'acceptation (c)
4 800 ou moins	13	2
4 801 – 24 000	21	3
24 001 – 48 000	29	4
48 001 – 84 000	38	5
84 001 – 144 000	48	6
144 001 – 240 000	60	7
Plus de 240 000	72	8
POIDS NET SUPÉRIEUR À 1 KG (2,2 LB), MAIS NE DÉPASSANT PAS 4,5 KG (10 LB)		
2 400 ou moins	13	2
2 401 – 15 000	21	3
15 001 – 24 000	29	4
24 001 – 42 000	38	5
42 001 – 72 000	48	6
72 001 – 120 000	60	7
Plus de 120 000	72	8
POIDS NET SUPÉRIEUR À 4,5 KG (10 LB)		
600 ou moins	13	2
601 – 2 000	21	3
2 001 – 7 200	29	4
7 201 – 15 000	38	5
15 001 – 24 000	48	6
24 001 – 42 000	60	7
Plus de 42 000	72	8

Méthodes d'analyse pour les dispositions de la Norme générale pour les mélanges de fruits en conserve

Note : cette norme générale s'applique aux mélanges de fruits en conserve en général, comme défini dans la section 2 de cette norme et fournit également des dispositions spécifiques pour les produits couverts dans les annexes (A: cocktail de fruits en conserve, B: macédoine de fruits tropicaux en conserve). Par conséquent, les *Normes pour le cocktail de fruits en conserve* (CXS 78-1981) et *pour la macédoine de fruits tropicaux en conserve* (CXS 99-1981) ont été révoquées.

Plans d'échantillonnage

Le niveau de contrôle approprié est sélectionné comme suit :

Niveau de contrôle I - Échantillonnage normal

Niveau de contrôle II - Conflits, (taille de l'échantillon pour fin d'arbitrage dans le cadre du Codex), mise en application ou nécessité d'une meilleure estimation du lot.

PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE 1 (Niveau de contrôle I, NQA = 6,5)

POIDS NET ÉGAL OU INFÉRIEUR À 1 KG (2,2 LB)		
Importance du lot (N)	Effectif de l'échantillon (n)	Critère d'acceptation (c)
4 800 ou moins	6	1
4 801 – 24 000	13	2
24 001 – 48 000	21	3
48 001 – 84 000	29	4
84 001 – 144 000	38	5
144 001 – 240 000	48	6
Plus de 240 000	60	7
POIDS NET SUPÉRIEUR À 1 KG (2,2 LB), MAIS NE DÉPASSANT PAS 4,5 KG (10 LB)		
Importance du lot (N)	Effectif de l'échantillon (n)	Critère d'acceptation (c)
2 400 ou moins	6	1
2 401 – 15 000	13	2
15 001 – 24 000	21	3
24 001 – 42 000	29	4
42 001 – 72 000	38	5
72 001 – 120 000	48	6
Plus de 120 000	60	7
POIDS NET SUPÉRIEUR À 4,5 KG (10 LB)		
Importance du lot (N)	Effectif de l'échantillon (n)	Critère d'acceptation (c)
600 ou moins	6	1
601 – 2 000	13	2
2 001 – 7 200	21	3
7 201 – 15 000	29	4
15 001 – 24 000	38	5
24 001 – 42 000	48	6
Plus de 42 000	60	7

PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE 2 (Niveau de contrôle II, NQA = 6,5)

POIDS NET ÉGAL OU INFÉRIEUR À 1 KG (2,2 LB)		
Importance du lot (N)	Effectif de l'échantillon (n)	Critère d'acceptation (c)
4 800 ou moins	13	2
4 801 – 24 000	21	3
24 001 – 48 000	29	4
48 001 – 84 000	38	5
84 001 – 144 000	48	6
144 001 – 240 000	60	7
Plus de 240 000	72	8
POIDS NET SUPÉRIEUR À 1 KG (2,2 LB), MAIS NE DÉPASSANT PAS 4,5 KG (10 LB)		
2 400 ou moins	13	2
2 401 – 15 000	21	3
15 001 – 24 000	29	4
24 001 – 42 000	38	5
42 001 – 72 000	48	6
72 001 – 120 000	60	7
Plus de 120 000	72	8
POIDS NET SUPÉRIEUR À 4,5 KG (10 LB)		
600 ou moins	13	2
601 – 2 000	21	3
2 001 – 7 200	29	4
7 201 – 15 000	38	5
15 001 – 24 000	48	6
24 001 – 42 000	60	7
Plus de 42 000	72	8