

commission du codex alimentarius

ORGANISATION DES NATIONS UNIES
POUR L'ALIMENTATION
ET L'AGRICULTURE

ORGANISATION MONDIALE
DE LA SANTÉ

BUREAU CONJOINT: Viale delle Terme di Caracalla 00100 ROME Tél.: +39 06 57051 Téléc: 625825-625853 FAO I Email: codex@fao.org Facsimile: +39 06 5705.4593

Point n° 6 à l'ordre du jour

CX/MMP 00/16
Janvier 2000

PROGRAMME CONJOINT FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES
COMITE DU CODEX SUR LE LAIT ET LES PRODUITS LAITIERS
Quatrième Session
Wellington, Nouvelle-Zélande, 28 février – 3 mars 2000

METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE POUR LES PRODUITS LAITIERS¹

RAPPORT DU GROUPE DE TRAVAIL FIL/ISO/AOAC SUR LES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE

INTRODUCTION

Ce document contient des références pour les méthodes d'analyse et d'échantillonnage nécessaires dans le cadre des normes du Codex et des avant-projets et projets de normes pour les produits laitiers.

Les listes des méthodes sont fournies au Comité pour examen dans l'Appendice I. Cette liste contient : des méthodes recommandés par le Groupe de travail tripartite pour les projets et avant-projets de normes en cours d'élaboration, ainsi que ceux pour les normes déjà adoptées mais pour lesquelles des questions ont été soulevées par les Comités du Codex sur le lait et les produits laitiers et sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (CCMAS). Suite à l'avis favorable du Comité, ces méthodes seront transmises au CCMAS pour adoption. Les listes figurent dans le format du Volume 13 du *Codex Alimentarius* auquel ces entrées seront finalement ajoutées. Les méthodes applicables à pratiquement tous les produits laitiers figurent au début de la liste.

Les données de précision pour les méthodes sont en cours de révision à la FIL, l'ISO et l'AOAC International. Ces détails seront communiqués au Secrétariat du Codex avant transmission au CCMAS.

Les méthodes (normes internationales) d'analyse et d'échantillonnage déjà publiées ou revues il y a plus de cinq ans subissent une révision systématique chaque année par les organes membres de la FIL, ISO (ISO/TC 34/SC 5) et AOAC International. Après révision, les méthodes normalisées sont confirmées ou révisées.

METHODES D'ANALYSE POUR LES ADDITIFS ALIMENTAIRES ET LES CONTAMINANTS

ADDITIFS

La FIL, l'ISO et l'AOAC International ont pris bonne note des décisions du CCFAC concernant les méthodes d'analyse des additifs (ALINORM 97/12, Appendice IV) ainsi que des critères de priorité et de sélection des méthodes (ALINORM 97/12, par. 28) comme suit :

- « - la DJA maximum établie par le JECFA ;
- les dispositions pour les additifs et les contaminants établies par le Codex ;
- les propositions de méthodes doivent être validées ;

¹ Dans l'Appendice II, ce document comprend des sujets abordés lors de la 22^{ème} Session du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage qui pourraient avoir des implications sur le travail de ce Comité.

- l'utilisation de l'additif provoque ou pourrait provoquer des problèmes à l'échelon du commerce international et ;
- l'additif est utilisé dans un aliment majeur ou un ingrédient alimentaire majeur. »

Etant donné que pratiquement tous les additifs énumérés dans les normes ne sont pas utilisés exclusivement dans les produits laitiers, la FIL, l'ISO et l'AOAC International ne se sont préoccupés que des exigences pour la pimaricine (natamycine).

CONTAMINANTS

Les méthodes d'analyse utilisées sont celles appliquées à tous les produits laitiers. Elles sont énumérées au début du tableau annexé (sauf pour le plomb). Le CCMAS a recommandé que les Comités sur les produits sélectionnent des méthodes dans les méthodes générales du Codex existantes autant que possible.

AUTRES DISPOSITIONS POUR LESQUELLES LES METHODES SONT ABSENTES

On a demandé à des experts d'identifier les méthodes applicables à la détermination des quantités spécifiées dans toutes ces dispositions. Ces méthodes seront soumises dès qu'elles sont disponibles sous la forme qui rencontre les exigences du CCMAS.

QUESTIONS SOULEVEES LORS DE LA 3EME SESSION DU CCMMP ET LA 22EME SESSION DU CCMAS

La FIL, l'ISO et l'AOAC International ont consacré une attention toute particulière aux questions soulevées relatives aux méthodes d'analyse et d'échantillonnage du lait et des produits laitiers lors de la 3^{ème} Session du CCMMP (Montevideo, mai 1998) et le la 22^{ème} Session du CCMAS (Budapest, novembre 1998) et rapportent ce qui suit. Certains de ces commentaires sont pertinents pour les méthodes soumises lors de la 4^{ème} Session du CCMMP (Wellington, février-mars 2000).

PARTIE 1 DISPOSITIONS SUR LES METHODES D'ANALYSE DANS LES NORMES DU CODEX POUR LES PRODUITS LAITIERS

Beurre – Plomb

La teneur maximale est fixée à 0,05 mg/kg.

La méthode 972.25 de l'AOAC est particulièrement appropriée pour les produits contenant une haute teneur en calcium ; ce pourrait ne pas être le cas pour le beurre. L'AOAC 994.02 et son équivalent UICPA pourraient s'avérer plus adaptés. La méthode AOAC 972.25 a été adoptée par le CCMAS pour le beurre, les produits à base de caséine comestible et le lactosérum en poudre. La méthode peut être retirée (pour le beurre seulement) si le Comité est d'accord.

Beurre – Teneur en matière grasse laitière, extraits secs dégraissés du lait

Le CCMAS a approuvé la norme FIL 80:1997/ISO 3727:1977/AOAC 938.06 et 920.116 (méthode gravimétrique). Cependant, la méthode a essuyé quelques critiques pour manque de fiabilité. Cette méthode est en cours de révision et sera finalisée au plus tard début 2001.

Les méthodes approuvées sont conservées actuellement en attendant l'achèvement de la révision.

Fromage – Teneur en humidité

Le CCMAS n'a adopté ni la norme FIL 4A:1982/ISO 5534:1985 (méthode gravimétrique, séchage à 102°C) ni l'AOAC 926.08 (étuve sous vide) parce que seule la méthode de type I peut être adaptée pour une combinaison analyte/produit. Il a chargé le CCMMP de ne recommander qu'une seule de ces deux méthodes de type I.

La question d'ordre général de la détermination de l'humidité et de la matière sèche dans le fromage consiste à choisir le principe de la méthode. L'étuve à vide est utilisée en Amérique du Nord. Partout ailleurs, le séchage à 102°C semble plus courant. Il se peut que ce soit une question d'équivalence.

La tripartite FIL/ISO/AOAC International n'a pas été capable d'établir si une validation croisée ou des tests de comparaison ont été effectués. Bien qu'il soit nécessaire de sélectionner une seule méthode de type I pour la détermination de l'humidité dans le fromage, la sélection ne peut actuellement être qu'arbitraire.

Fromage – Teneur en matières solides

A l'instar de la teneur en humidité du fromage, le CCMAS n'a adopté ni la norme FIL 4A:1982/ISO 5534:1985 (méthode gravimétrique, séchage à 102°C) ni l'AOAC 926.08 (étuve sous vide) parce que **seule la méthode de type I** peut être adaptée pour une combinaison analyte/produit. Il a chargé le CCMMP de ne recommander qu'une seule de ces deux méthodes de type I.

La même méthode concerne la teneur en humidité du fromage et la teneur en matière sèche des fromages en saumure. Il semble qu'aucune validation croisée ou tests de comparaison n'aient été effectués. Bien qu'il soit nécessaire de sélectionner une seule méthode de type I pour la détermination des matières solides dans le fromage, pour le moment, la sélection ne peut être qu'arbitraire.

Fromages en saumure – Teneur en matière sèche

Les teneurs en matière sèche minimales sont : pour le fromage à pâte molle 40% ; pour le fromage à pâte semi-dure 52%.

Le CCMAS n'a adopté ni la norme FIL 4A:1982/ISO 5534:1985 (méthode gravimétrique, séchage à 102°C) ni l'AOAC 926.08 (étuve sous vide) parce que **seule la méthode de type I** peut être adaptée pour une combinaison analyte/produit. Il a chargé le CCMMP de ne recommander qu'une seule de ces deux méthodes de type I.

La tripartite FIL/ISO/AOAC International n'a pas été capable d'établir si une validation croisée ou des tests de comparaison ont été effectués. Bien qu'il soit nécessaire de sélectionner une seule méthode de type I pour la détermination de la matière sèche dans les fromages en saumure, actuellement la sélection ne peut être qu'arbitraire.

Laits évaporés – Teneur en protéine

La limite pour tous les types de laits évaporés est de minimum 34% de protéine laitière dans l'extrait sec dégraissé du lait (p/v).

Le CCMAS a adopté la méthode AOAC 945.48H mais pas la norme FIL 20B:1993/AOAC 991.21-23 car il ne peut y avoir qu'une seule méthode de type I. De plus, le CCMAS avait reçu l'information selon laquelle cette dernière méthode ne s'est pas révélée applicable aux produits en question. En outre, le texte ISO/DIS 8968 a été retiré à cause de son statut de projet.

L'AOAC 945.48H fait référence à l'AOAC 991.20 pour la détermination par la méthode Kjeldahl, identifiée par la norme FIL 20B:1993 . Les méthodes FIL 20B:1993 / AOAC 991.20-23 sont identiques et de type I.

Produits à base de matière grasse laitière – Antioxydants

La question de savoir si l'on utilise ou non des antioxydants affectera la dénomination des produits couverts par les normes. Les taux maximums d'antioxydants sont les suivants :

310	Propyl gallate	100 mg/kg
321	Hydroxytoluène butylé (BHT)	75 mg/kg
320	Hydroxyanisole butylé (BHA)	175 mg/kg

Toute combinaison de propyl gallate, BHA et BHT pour autant que les limites ci-dessus ne soient pas dépassées. 200 mg/kg

306	Concentré de mélange de tocophérols	500 mg/kg seul ou en combinaison
307	α -Tocophérol	
304	Ascorbyl palmitate	
305	Ascorbyl stéarate	

Synergistes antioxydants

330	Acide citrique	Limité par les BPF
331	Citrate de sodium	Limité par les BPF

La norme FIL 165:1993, adoptée par le CCMAS, fournit des méthodes pour le propyl gallate, BHT, BHA. Les autres antioxydants ne sont pas couverts par les méthodes actuellement.

Produits à base de matière grasse laitière – Teneur en cuivre

Le taux minimum est de 0,05 mg/kg dans les produits à base de matière grasse laitière et le beurre.

Le CCMAS a adopté les normes AOAC 985.35 et FIL 76A:1980/ISO 5738:1980/AOAC 960.40 (méthode photométrique, au diéthylthiocarbamate) pour la détermination du cuivre à des taux de 5 mg/kg ou supérieurs dans les produits laitiers. Cependant, le CCMAS n'a pas adopté la norme FIL 76A:1980/ISO 5738:1980/AOAC 960.40 pour la détermination du cuivre à des taux de 0,05 mg/kg ou supérieurs (dans le beurre et la matière grasse laitière) car il n'était pas convaincu de l'applicabilité de la méthode aux produits à haute teneur en matière grasse. Le CCMMP a été invité à revoir la méthode dans ce sens et d'examiner l'applicabilité de la méthode AOAC 990.05, de la méthode UICPA (Pure & Appl. Chem. 60 (6))(spectrophotométrie d'absorption atomique, étuve au graphite).

La répétabilité de la méthode, norme FIL 76A /ISO 5738 pour le beurre et la matière grasse laitière, $r = 0,004$ mg/kg. Une telle valeur de r doit rendre possible la détermination à 0,05 mg/kg ou même inférieure.

Produits à base de matière grasse laitière – Fer

Le taux maximum de fer dans les produits à base de matière grasse laitière est de 0,2 mg/kg.

Norme FIL 130A:1986 / ISO 6732. La répétabilité pour la matière grasse de lait, le beurre et la matière grasse de beurre $r = 0,02$ et $0,005$ respectivement. Ces valeurs devraient permettre de déterminer des teneurs de r égales à 0,2 mg/kg ou même inférieures.

Produits à base de matière grasse laitière - Plomb

Voir beurre – plomb ci-dessus.

Produits à base de matière grasse laitière – Valeur de peroxyde

Le CCMAS a adopté le texte AOAC 965.33 pour la détermination de la valeur de peroxyde de la matière grasse laitière anhydre. Cependant, il n'a pas adopté la norme FIL 74A:1991/ISO 3976:1977 (photométrique, méthode $FeCl_3/NH_4CNS$) recommandée pour tous les produits à base de matière grasse laitière. Le CCMMP est invité par le CCMAS à étudier si l'AOAC 965.33 est applicable à la détermination des valeurs de peroxyde des autres produits à base de matière grasse laitière (matière grasse laitière, huile de beurre, ghee, huile de beurre anhydre).

Laits en poudre et crème en poudre, acidité titrable

Puisque le CCMAS a adopté la norme FIL 86:1981, il ne semble pas nécessaire de réétudier la question.

Lait condensé sucré – Teneur en protéine

La limite pour tous les types de laits condensés sucrés est d'au moins 34% (p/v) de protéine laitière dans les solides non gras du lait.

Le CCMAS a adopté l'AOAC 920.115G mais pas la norme FIL 20B:1993/AOAC 991.21-23 car il ne peut exister qu'une seule méthode de type I. De plus, le CCMAS a été informé que cette dernière méthode ne s'est pas révélée applicable aux produits en question. En outre, le document ISO/DIS 8968 a été retiré à cause de son statut de projet.

L'AOAC 920.115G fait référence à l'AOAC 991.20 pour la détermination par Kjeldahl, identifiée par la norme FIL 20B:1993. Les méthodes de la norme FIL 20 B:1993/ AOAC 991.20-23 sont des méthodes de type I identiques.

Lait condensé sucré – teneur en matières solides

Le CCMAS n'a adopté ni la norme FIL 15B:1991 / ISO 6734 (méthode gravimétrique, séchage à 102°C) ou AOAC 920.115D (étuve sous vide) parce que seule la méthode de type I peut être adaptée pour une combinaison analyte/produit. Il a chargé le CCMMP de ne recommander qu'une seule de ces deux méthodes de type I.

La question générale de la détermination de la matière sèche dans le lait condensé sucré consiste à choisir une méthode. En Amérique du Nord, on utilise l'étuve sous vide. Partout ailleurs, le séchage à 102°C semble plus courant. Il se peut que ce soit une question d'équivalence.

Il est à noter que pour les matières solides dans le lait évaporé, le CCMAS a adopté la méthode de séchage à 98-100°C (norme FIL 21B / ISO 6731 / AOAC 925.23 A) plutôt que l'étuve sous vide (AOAC 920.107) qui ne donne pas de chiffres de précision pour le lait évaporé.

Lactosérum en poudre – Lactose (exprimé sous forme de lactose anhydre)

La limite est d'au moins 61%.

Comme la norme FIL 79B:1991 / ISO/DIS 5765 fournit « deux méthodes » (enzymatique sur la fraction de glucose (méthode A) et sur la fraction de galactose (méthode B)), le CCMAS n'a pas adopté la méthode et a demandé au CCMMP d'indiquer la méthode qu'il préfère.

Les méthodes A et B sont complémentaires. Il n'a été fait aucune mention de la fourniture de résultats équivalents dans l'étude en collaboration mentionnée dans le Bulletin de la Fédération Internationale de Laiterie n° 285/1993. Comme tels, les résultats mentionnés pourraient être utilisés pour une comparaison.

Toute tentative d'utiliser l'une de ces deux méthodes est arbitraire.

Lactosérum en poudre – Protéine

La méthode reprise dans la norme FIL 92 :1979 / ISO 5549 (titrimétrie, Kjeldahl) a été approuvée par le CCMAS comme une méthode de type IV (sans données de précision).

Comme la norme concerne la caséine et les caséinates, il peut s'avérer nécessaire d'établir son applicabilité au lactosérum en poudre et fournir des données de précision. Un travail est actuellement en cours spécifiquement sur la méthode Dumas.

PARTIE 2 DISPOSITIONS SUR LES METHODES D'ECHANTILLONNAGE DANS LES NORMES DU CODEX POUR LES PRODUITS LAITIERS

Fromages en saumure

En adoptant cette méthode, le CCMAS demande la clarification du texte de la section sur la méthode d'échantillonnage de la norme pour les fromages en saumure (mentionnée ci-dessous) pour en éliminer les éventuelles contradictions :

« Un morceau représentatif de fromage est placé sur un morceau de textile ou sur une feuille de papier non absorbant* pendant 5 à 10 minutes. Une tranche de 2-3 cm est coupée et envoyée au laboratoire dans une boîte isolée et scellée pour analyse. »

*) Ce texte a été mis en italique par le Secrétariat du Codex pour en demander la clarification.

La tripartite FIL/ISO/AOAC International a proposé d'amender la première phrase comme suit : « Un morceau représentatif de fromage est placé dans un textile ou sur une feuille de papier absorbant pendant 5 à 10 minutes. »

Le CCMMP est invité à accepter l'amendement proposé.

Echantillonnage par attributs

Le CCMAS suggère de réviser les normes concernant l'échantillonnage statistique du lait et des produits laitiers. Un travail de révision a commencé pour la norme FIL 113 mais n'est pas encore terminé.

Echantillonnage par variables

La révision de la norme FIL 136A a commencé mais n'est pas encore terminée.

APPENDICE I: METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE DES PRODUITS LAITIERS

1. Méthodes pour les exigences/spécifications dans les projets et les avant-projets en cours d'élaboration (à l'exception des additifs alimentaires)

PRODUIT	DISPOSITION	METHODE ²	PRINCIPE	NOTE ³
Produits laitiers	Cuivre <= 5 mg/kg (poudres de lactosérum, produits à base de caséine comestible)	AOAC 985.35	Spectrophotométrie d'absorption atomique	E/II
Produits laitiers	Cuivre <= 5 mg/kg (poudres de lactosérum, produits à base de caséine comestible)	Norme FIL 76A:1980 ISO 5738:1980 AOAC 960.40 (Méthode générale Codex)	Photométrie, diéthylthiocarbamate	E/III
Produits laitiers	Fer <= 20 mg/kg (poudre de lactosérum séchée par pulvérisation, produits à base de caséinate comestible, à l'exception des caséinates séchées en cylindre), <= 50 mg/kg (poudre de lactosérum et caséinates séchées en cylindre) <= 2,0 mg/kg (beurre) <= 0,2 mg/kg (produits à base de matière grasse laitière)	NMKL 139.1991 (Méthode générale Codex)		E/II

² Les méthodes FIL/ISO sont révisées systématiquement cinq ans après leur publication ou après leur dernière révision. Après révision, les méthodes normalisées peuvent être confirmées ou révisées.

³ L'état de l'adoption (E = adopté par le CCMAS; NE = non adopté ; néant = pas encore examiné par le CCMAS) et, si la méthode est adoptée, son type.

PRODUIT	DISPOSITION	METHODE ²	PRINCIPE	NOTE ³
Produits laitiers	Fer <= 20 mg/kg (poudre de lactosérum séchée par pulvérisation, produits à base de caséinate comestible, à l'exception des caséinates séchées en cylindre), <= 50 mg/kg (poudre de lactosérum et caséinates séchées en cylindre) <= 2,0 mg/kg (beurre) <= 0,2 mg/kg (produits à base de matière grasse laitière)	Norme FIL 103A:1986 ISO 6732:1985	Photométrie, bathophénanthroline	E/IV
Produits laitiers	Echantillonnage	Norme FIL 50C:1995 ISO 707:1997 AOAC 968.12	Directives générales	E/-
Produits laitiers	Echantillonnage	Norme FIL 113A:1990 ISO 5538:1987	Inspection par attributs	E/-
Produits laitiers	Echantillonnage	Norme FIL 136A:1992 ISO 8197:1988	Directives générales	E/-
Fromage (A-6, C)	Matière grasse (spécifiée dans les normes individuelles)	Norme FIL 5B:1986 ISO 1735:1987 AOAC 933.05	Gravimétrie (Schmid-Bonzynski-Ratzlaff)	E/I
Fromage (A-6, C)	Humidité (spécifiée dans les normes individuelles)	Norme FIL 4A:1982 ISO 5534:1985	Gravimétrie, dessiccation à 102 °C	NE
Fromage (A-6, C)	Humidité (spécifiée dans les normes individuelles)	AOAC 926.08	Four à vide	NE
Fromage (A-6, C)	Echantillonnage	Norme FIL 50C:1995 ISO 707:1997 AOAC 968.12	Directives générales	E/-
Fromage (A-6, C)	Solides (spécifiés dans les normes individuelles)	Norme FIL 4A:1982 ISO 5534:1985	Gravimétrie, dessiccation à 102 °C	NE
Fromage (A-6, C)	Solides (spécifiés dans les normes individuelles)	AOAC 926.08	Four à vide	NE
Fromages, individuels (C)	Matières sèches (spécifiées dans les normes individuelles)	Norme FIL 4A:1982 ISO 5534:1985	Gravimétrie, dessiccation à 102 °C	

PRODUIT	DISPOSITION	METHODE ²	PRINCIPE	NOTE ³
Fromages, individuels (C)	Matière grasse sur extrait sec >=48 % (48-55) %	Norme FIL 5B:1986 ISO 1735:1987 AOAC 933.05	Gravimétrie (Schmid-Bonzynski-Ratzlaff)	
Crèmes, crèmes fouettées et crèmes fermentées (A-9)	Extrait sec dégraissé du lait <= 20 g/kg	Norme FIL 80:1977 ISO 3727:1977 AOAC 920.116	Gravimétrie	
Crèmes, crèmes fouettées et crèmes fermentées (A-9)	Extrait sec dégraissé du lait <= 20 g/kg	Norme FIL 11A:1986	Gravimétrie	
Crèmes, crèmes fouettées et crèmes fermentées (A-9)	Caséinates <= 6 g/kg	-		
Crèmes, crèmes fouettées et crèmes fermentées (A-9)	Gélatine et amidon <= 6 g/kg, seul, etc.	-		
Crème (A-9)	Matière grasse laitière >= xx % p/v	Norme FIL 16C:1987 ISO 2450:1999 AOAC 995.19	Gravimétrie	
Crèmes à teneur en matière grasse réduite en matière grasse réduite	Matière grasse laitière >= 10 %	Norme FIL 16C:1987 ISO 2450:1999 AOAC 995.19	Gravimétrie	
Crèmes, crèmes fouettées et crèmes fermentées (A-9)	Echantillonnage	Norme FIL 50C:1995 ISO 707:1997 AOAC 968.12	Directives générales	
Produits laitiers à tartiner	Matière grasse (59-61) %	Norme FIL 80:1977 ISO 3727:1977 AOAC 938.06	Gravimétrie	
Produits à base de caséine comestible (A-18)	Cendres (y compris P ₂ O ₅) >= 7,5 % (caséine de présure), <= 2,5 % (caséine acide)	Norme FIL 90:1979 ISO 5545:1978	Four à 825 °C	E/IV
Produits à base de caséine comestible (A-18)	Caséine dans les protéines >= 95 %	Norme FIL 29:1964	Titrimétrie, Kjeldahl	

PRODUIT	DISPOSITION	METHODE ²	PRINCIPE	NOTE ³
Produits à base de caséine comestible (A-18)	Acide libre ≤ 0,27 ml 0,1 N NaOH/g	Norme FIL 91:1979 ISO 5547:1978	Titrimétrie, extrait aqueux	E/IV
Produits à base de caséine comestible (A-18)	Lactose ≤ 1,0 %	Norme FIL 106:1982 ISO 5548:1980	Photométrie, phénol et H ₂ SO ₄	E/IV
Produits à base de caséine comestible (A-18)	Plomb ≤ 1 mg/kg	AOAC 972.25 (Méthode générale Codex)	Spectrophotométrie d'absorption atomique	E/II
Produits à base de caséine comestible (A-18)	Plomb ≤ 1 mg/kg	Norme FIL 133A:1992	Spectrométrie, 1,5-diphénylthiocarbazone	E/III
Produits à base de caséine comestible (A-18)	Plomb ≤ 1 mg/kg	AOAC 982.23 (Méthode générale Codex)	Voltamétrie par épuisement anodique	E/III
Produits à base de caséine comestible (A-18)	Plomb ≤ 1 mg/kg	NMKL 139.1991 (Méthode générale Codex)	Spectrophotométrie d'absorption atomique	E/III
Produits à base de caséine comestible (A-18)	Matière grasse laitière ≤ 2,0 %	Norme FIL 127A:1988 ISO 5543:1986	Gravimétrie (Schmidt-Bondzynski-Ratslaff)	E/I
Produits à base de caséine comestible (A-18)	Humidité ≤ 12 % (caséine de présure & caséine acide), ≤ 8 % (caséinates)	Norme FIL 78C:1991 ISO 5550:1978	Gravimétrie, dessiccation à 102 °C	E/I
Produits à base de caséine comestible (A-18)	PH ≤ 7,5 (caséinates)	Norme FIL 115A:1989 ISO 5546:1979	Electrométrie	E/IV
Produits à base de caséine comestible (A-18)	Protéine (N total x 6,38 sur matières sèches) ≥ 84 % (caséine de présure), ≥ 90 % (caséine acide), ≥ 88 % (caséinates)	Norme FIL 92:1979 ISO 5549:1978	Titrimétrie, Kjeldahl	E/IV
Produits à base de caséine comestible (A-18)	Echantillonnage	Norme FIL 50C:1995 ISO 707:1997 AOAC 968.12	Directives générales	E/-

PRODUIT	DISPOSITION	METHODE ²	PRINCIPE	NOTE ³
Produits à base de caséine comestible (A-18)	Sédiment (particules brûlées) (dans 25 g) <= 15 mg (caséine de présure), <= 22,5 mg (caséine acide, caséinates séchés par vaporisation), <= 81,5 mg (caséinates séchés en cylindre)	Norme FIL 107A:1995 ISO 5739:1983	Comparaison visuelle avec disques standards après filtration	E/IV
Laits fermentés (A-11)	Extrait sec dégraissé du lait (teneur non spécifiée)	-		
Laits fermentés (A-11)	Protéines dans l'extrait sec dégraissé du lait >= 34 % (à l'exception des kumys)	-		
Laits fermentés (A-11)	Acide lactique >= 0,6 % (p/v) (yaourt, lait acidifié à l'acidophilus, lait acidifié au levain, babeurre acidifié, lait fermenté contenant des bifidobactéries, kefir), >= 0,7 % (p/v) (kumys)	Norme FIL 150:1991 ISO 11869:1997	Potentiométrie	
Laits fermentés (A-11)	Acide lactique >= 0,6 % (p/v) (yaourt, lait acidifié à l'acidophilus, lait acidifié au levain, babeurre acidifié, lait fermenté contenant des bifidobactéries, kefir), >= 0,7 % (p/v) (kumys)	AOAC 937.05	Spectrophotométrie (pour l'acide lactique dans le lait & les produits laitiers)	
Laits fermentés (A-11)	Protéines >= 2,8 % (p/v) (à l'exception des kumys)	Norme FIL 20B:1993 ISO DIS 8968 AOAC 991.20-23	Titrimétrie (Kjeldahl)	
Laits fermentés (A-11)	Echantillonnage	Norme FIL 50C:1995 ISO 707:1997 AOAC 968.12	Directives générales	
Laits fermentés (lait acidifié à l'acidophilus) (A-11)	<i>Lactobacillus acidophilus</i> >= 10 ⁷ ufc/g	-		
Laits fermentés (lait acidifié au levain, babeurre acidifié) (A-11)	Bactéries produisant de l'acide lactique mésophile, ferment unique ou ferments mélangés >= 10 ⁷ ufc/g ou, dans le cas des bifidobactéries,	-		

PRODUIT	DISPOSITION	METHODE ²	PRINCIPE	NOTE ³
Laits fermentés (lait fermenté contenant des bifidobactéries) (A-11)	Bifidobactéries $\geq 10^6$ ufc/g	-		
Laits fermentés (Kefir) (A-11)	<i>Kluyveromyces marxianus</i> , <i>Saccharomyces omnisporus</i> , <i>S. cerevisiae</i> & <i>S. exiguus</i> $\geq 10^4$ ufc/g	-		
Laits fermentés (Kefir) (A-11)	<i>Lactobacillus kefir</i> et <i>Leuconostoc</i> , <i>Lactococcus</i> & <i>Acetobacter</i> $\geq 10^7$ ufc/g	-		
Laits fermentés (Kumys) (A-11)	<i>Kluyveromyces marxianus</i> $\geq 10^4$ ufc/g	-		
Laits fermentés (Kumys) (A-11)	<i>Lactobacillus delbrueckii</i> subsp. <i>Bulgaricus</i> $\geq 10^7$ ufc/g	-		
Laits fermentés (A-11)	Ferments de bactéries d'acide lactique (LAB)	Norme FIL 149A:1997 (Annexe A)	Dénombrement des colonies à 25 °C, 30 °C, 37 °C & 45 °C en fonction du ferment en question	
Laits fermentés (Yaourt) (A-11)	<i>Streptococcus thermophilus</i> & <i>Lactobacillus delbrueckii</i> subsp. <i>Bulgaricus</i> $\geq 10^7$ ufc/g	Norme FIL 117B:1997 ISO DIS 7889	Dénombrement des colonies à 37°C	
Laits fermentés (Yaourt) (A-11)	<i>Streptococcus thermophilus</i> & <i>Lactobacillus delbrueckii</i> subsp. <i>bulgaricus</i> $\geq 10^7$ ufc/g	Norme FIL 146:1991 ISO CD 9232	Test d'identification	
Produits laitiers obtenus à partir de laits fermentés soumis à un traitement thermique après fermentation (A-11)	Extrait sec dégraissé du lait (pas de concentration spécifique)	-		

PRODUIT	DISPOSITION	METHODE ²	PRINCIPE	NOTE ³
Produits laitiers obtenus à partir de laits fermentés soumis à un traitement thermique après fermentation (A-11)	Protéine dans l'extrait sec dégraissé du lait ≥ 34 %	-		
Produits laitiers obtenus à partir de laits fermentés soumis à un traitement thermique après fermentation (A-11)	Extrait sec dégraissé du lait (pas de concentration spécifique)	-		
Produits laitiers obtenus à partir de laits fermentés soumis à un traitement thermique après fermentation (A-11)	Protéine ≥ 2,8 % (p/v)	Norme FIL 20B:1993 ISO DIS 8968 AOAC 991.20-23	Titrimétrie (Kjeldahl)	
Produits laitiers obtenus à partir de laits fermentés soumis à un traitement thermique après fermentation (A-11)	Echantillonnage	Norme FIL 50C:1995 ISO 707:1997 AOAC 968.12	Directives générales	E/-
Produits à base de fromage fondu (A-8)	Extrait sec ≥ 20 %	Norme FIL 4A:1982 ISO 5534:1985	Gravimétrie, dessiccation à 102 °C	
Produits à base de fromage fondu (A-8)	Extrait sec ≥ 20 %	AOAC 926.08	Gravimétrie, four à vide	
Produits à base de fromage fondu (A-8)	Gélatine et amidon ≤ 10 g/kg seul(e) ou ensemble et/ou en association avec des agents stabilisants/épaississants (préparations à base de fromage fondu)	AOAC 940.24 (cottage cheese)		

PRODUIT	DISPOSITION	METHODE ²	PRINCIPE	NOTE ³
Produits à base de fromage fondu (A-8)	Matière grasse laitière (sur extrait sec) (pas de concentration spécifique)	Norme FIL 5B:1986 ISO 1735:1987 AOAC 933.05	Gravimétrie (Schmid-Bonzynski-Ratzlaff)	
Yaourt sucré (A-11)	Ethanol >= 0,5 % (v/w) (kumys)	-		
Fromages non affinés, y compris le fromage frais	Gélatine et amidon <= 5 g/kg	-		
Fromages non affinés, y compris le fromage frais	Extrait sec [non décidé (fromage non affiné/fromage frais)] >= 3,5 % (fromage à tartiner)	Norme FIL 4A:1982 ISO 5534:1985	Gravimétrie, dessiccation à 102 °C	
Fromages non affinés, y compris le fromage frais	Humidité non grasse > 67 % (p/v)	-		
Fromages non affinés, y compris le fromage frais	Extrait sec [non décidé (fromage non affiné/fromage frais)] >= 35 % (p/v), < limité par la HPD	Norme FIL 4A:1982 ISO 5534:1985	Gravimétrie, dessiccation à 102 °C	
Fromages non affinés, y compris le fromage frais	Extrait sec [non décidé (fromage non affiné/fromage frais)] >= 3,5 % (fromage à la crème)	AOAC 926.08	Gravimétrie, four à vide	
Fromages non affinés, y compris le fromage frais	Matière grasse sur extrait sec >= 60 % (fromage à la crème)	-		
Fromages non affinés, y compris le fromage frais	Protéine >= 60 % (dans extrait sec exempt de matière grasse laitière sans addition de denrées alimentaires et de substances aromatisantes)	Norme FIL 20B:1993 ISO DIS 8968 AOAC 991.20/920.123	Titrimétrie, Kjeldahl	
Lactosérum en poudre (A-15)	Cendre <= 9,5 % (lactosérum en poudre), <= 15,0 % (lactosérum acide en poudre)	Norme FIL 90:1979 ISO 5545:1978	Four à 825 °C	E/IV
Lactosérum en poudre (A-15)	Lactose (exprimé en lactose anhydre) >= 61,0 %	Norme FIL 79B:1991 ISO CD 5765	Méthode enzymatique, moitié glucose (méthode A), moitié galactose (méthode B)	NE
Lactosérum en poudre (A-15)	Plomb <= 1 mg/kg	AOAC 972.25 (Méthode générale Codex)	Spectrophotométrie d'absorption atomique	E/II

PRODUIT	DISPOSITION	METHODE ²	PRINCIPE	NOTE ³
Lactosérum en poudre (A-15)	Matière grasse ≤ 2 %	Norme FIL 9C:1987 ISO 1736:1985 AOAC 932.06	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	E/I
Lactosérum en poudre (A-15)	Humidité "libre" ≤ 5,0 % (lactosérum en poudre), ≤ 4,5 % (lactosérum acide en poudre)	Norme FIL 58:1970 ISO 2920:1974	Gravimétrie, dessiccation à 88 °C	E/IV
Lactosérum en poudre (A-15)	pH (dans une solution à 10 %) > 5,1 (lactosérum en poudre), ≤ 5,1 (lactosérum acide en poudre)	-		
Lactosérum en poudre (A-15)	Protéine (total N x 6.38) ≥ 11 % (lactosérum en poudre), ≥ 10 % (lactosérum acide en poudre)	Norme FIL 92:1979 ISO 5549:1978	Titrimétrie, Kjeldahl	E/IV
Lactosérum en poudre (A-15)	Echantillonnage	Norme FIL 113A:1990 ISO 5538:1987	Inspection par attributs	E/-
Lactosérum en poudre (A-15)	Echantillonnage	Norme FIL 50C:1995 ISO 707:1997 AOAC 968.12	Directives générales	E/-

2. Méthodes pour les normes Codex au sujet desquelles le CCMMP ou le CCMAS a soulevé des questions (à l'exception des additifs alimentaires)⁴

PRODUIT	DISPOSITION	METHODE ⁵	PRINCIPE	NOTE ⁶
Produits laitiers	Cuivre ≤ 0,05 mg/kg (beurre, produits à base de matière grasse laitière)	AOAC 985.35	Spectrophotométrie d'absorption atomique	⁷

⁴ Voir également Partie 1 dans le corps du texte.

⁵ Les méthodes FIL/ISO sont révisées systématiquement cinq ans après leur publication ou après leur dernière révision. Après révision, les méthodes normalisées peuvent être confirmées ou révisées.

⁶ L'état de l'adoption (E = adopté par le CCMAS; NE = non adopté ; néant = pas encore examiné par le CCMAS) et, si la méthode est adoptée, son type.

⁷ Adopté pour une teneur ≤ 5 mg/kg.

PRODUIT	DISPOSITION	METHODE ⁵	PRINCIPE	NOTE ⁶
Produits laitiers	Cuivre <= 0,05 mg/kg (lactosérum en poudre, produits à base de caséine comestible)	Norme FIL 76A:1980 ISO 5738:1980 AOAC 960.40 (Méthode générale Codex)	Photométrie, diéthylthiocarbamate	NE
Fromages en saumure (208)	Extrait sec >= 40 % (à pâte molle), >= 52 % (à pâte demi-dure)	Norme FIL 4A:1982 ISO 5534:1985	Gravimétrie, dessiccation à 102 °C	NE
Fromages en saumure (208)	Extrait sec >= 40 % (à pâte molle), >= 52 % (à pâte demi-dure)	AOAC 926.08	Gravimétrie, four à vide	NE
Produits à base de matière grasse laitière (A-2)	Propyl gallate, BHT, BHA (utilisation ou pas d'utilisation)	Norme FIL 165:1993	Chromatographie en phase inverse	E/II
Produits à base de matière grasse laitière (A-2)	Valeur peroxyde (exprimée sous forme de milli-équivalents d'oxygène par kg de graisse) <= 0,3 (matière grasse laitière anhydre, huile de beurre anhydre), <= 0,6 (matière grasse laitière, huile de beurre et ghee)	Norme FIL 74A:1991 ISO 3976:1977	Photométrie, FeCl ₃ /NH ₄ CNS	NE
Laits condensés sucrés (A-4)	Solides >= 28 % (lait condensé sucré), >= 24 % (lait écrémé condensé sucré, lait condensé sucré partiellement écrémé)	Norme FIL 15B:1991 ISO 6734:1989	Gravimétrie, dessiccation à 102 °C	NE
Laits condensés sucrés (A-4)	Solides >= 28 % (lait condensé sucré), >= 24 % (lait écrémé condensé sucré, lait condensé sucré partiellement écrémé)	AOAC 920.115D	Gravimétrie, four à vide	NE

3. Méthodes établies pour les additifs alimentaires

PRODUIT	DISPOSITION	METHODE	PRINCIPE	NOTE ⁸
Fromages et préparations à base de fromage fondu	Acide citrique	Norme FIL 34C:1992	Méthode enzymatique	E/II

⁸ L'état de l'adoption (E = adopté par le CCMAS; NE = non adopté ; néant = pas encore examiné par le CCMAS) et, si la méthode est adoptée, son type.

PRODUIT	DISPOSITION	METHODE	PRINCIPE	NOTE ⁸
Fromages et préparations à base de fromage fondu	Acide citrique	ISO 2963:1997 AOAC 976.15	Photométrie	E/II
Fromage et croûte de fromage	Pimaricine (Natamycine) 2 mg/dm ² de surface. Absent à 5 mm de profondeur	Norme FIL 140A:1992 ISO 9233:1991	Spectrométrie d'absorption moléculaire & CLHP (extraction)	E/II
Préparations à base de fromage fondu	Phosphate ajouté (exprimé en phosphore)	Norme FIL 51B:1991	Calcul	
Préparations à base de fromage fondu	Agents émulsifiants au citrate	Norme FIL 52A:1992 ISO 12082:1997	Calcul à partir des teneurs en acide citrique & en lactose	
Préparations à base de fromage fondu	Phosphore	Norme FIL 33C:1987 ISO 2962:1984 AOAC 990.24	Spectrophotométrie, molybdate-acide ascorbique	

**APPENDICE II: QUESTIONS POSEES PAR LA 22EME SESSION DU COMITE DU CODEX
SUR LES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE, SUSCEPTIBLES
D'EXERCER UN EFFET SUR LES TRAVAUX DU COMITE**
(préparé par le Secrétariat du Codex)

1. ADOPTION DE METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE DANS LES PROJETS DE NORMES POUR LES PRODUITS LAITIERS⁹ (ALINORM 99/23, APPENDICE III)

Le Comité sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage envisage l'adoption de méthodes d'analyse figurant dans les projets de normes pour le beurre, les produits à base de matière grasse laitière, les laits évaporés, les laits condensés sucrés, les laits en poudre et la crème en poudre, le fromage, le fromage de lactosérum et les fromages en saumure, ainsi que celles s'appliquant à tous les produits laitiers ou à la plupart d'entre eux, soumis par ce Comité. Il a adopté la plupart de ces textes à l'exception d'une série de méthodes de type I dans le cas où plus d'une méthode de type I ont été soumises et où il était difficile d'identifier la plus appropriée.

Le Comité a adopté toutes les méthodes d'échantillonnage soumises mais il a demandé une clarification sur la formulation relative à l'échantillonnage des fromages en saumure.

2. QUESTIONS D'ORDRE GENERAL RELATIVES A LA SELECTION DES METHODES D'ANALYSE ET LEUR SOUMISSION POUR APPROBATION

- i. Le Comité a recommandé que les comités sur les produits sélectionnent une méthode parmi les méthodes générales existantes au Codex autant que possible et utilisent le système d'unité SI dans les spécifications des normes Codex (ALINORM 99/23, par. 61-62)
- ii. Le Comité a chargé les comités sur les produits de donner les informations demandées par les listes de contrôle figurant au Volume 13 du *Codex Alimentarius* et dans le *Manuel de procédure de la Commission du Codex Alimentarius*, lorsqu'ils envoient des méthodes d'analyse et d'échantillonnage au Comité (ALINORM 99/23, par. 60)
- iii. Le Comité convient qu'il n'y a pas d'objection à utiliser des méthodes protégées par des droits de propriété pour autant qu'elles donnent des résultats similaires à ceux des autres méthodes (ALINORM 99/23, par. 8)

3. DEMANDE D'INFORMATION (ALINORM 99/23, PAR. 9-13)

Au cours du processus d'élaboration des Directives générales sur l'échantillonnage, le Comité a discuté de l'utilisation de l'approche « statistique » par opposition à l'approche « pratique ». Le Comité convient qu'il y a lieu de demander des informations aux comités sur les produits sur l'acceptation de l'approche statistique de l'échantillonnage lorsque l'on définit la conformité avec les spécifications dans les normes Codex.

⁹ Voir corps de ce document