



CENTRE D'ETUDES ET DE CONTROLE DES  
ANALYSES EN INDUSTRIE LAITIERE

janvier 1994

B  
O  
N  
N  
E

LA LETTRE  
DE  
CECALAIT

N° 9

1994

CECALAIT INRA SRTAL BP 89 39801 Poligny TEL : 84.73.63.20 / 84.73.63.19 TELECOPIE : 84.37.37.81  
MINICOM : 36 12, nom CECALAIT, n° d'appel 84.73.63.20

Rédaction achevée le 26 Janvier 1994

Equipe rédactionnelle :

O. LERAY, V. GOBY; D. LEFIER, P. RINGLE, A. BAPTISTE

A  
N  
N  
E  
E

SOMMAIRE

Paramètres influençant la répétabilité du dosage enzymatique du lactose dans le lait

p 2-3

Validations AFNOR : test T 101 de détection d'antibiotiques

Normes, projets de normes et règlements parus récemment

Rendez-vous

# PARAMETRES INFLUENCANT LA REPETABILITE DU DOSAGE ENZYMATIQUE DU LACTOSE DU LAIT

Il y a bientôt deux ans, nous avons consacré un article de La Lettre de CECALAIT aux problèmes de précision rencontrés dans la méthode de dosage du lactose du lait par voie enzymatique. (cf Lettre de CECALAIT n° 2). Nous avons alors évoqué une étude en cours à la station INRA de Poligny et promis de vous tenir au courant.

Cette étude, consacrée aux paramètres influençant la répétabilité du dosage du lactose du lait par voie enzymatique est terminée maintenant. Voici, brièvement, la synthèse des principaux résultats obtenus !

## Les points clés à étudier : conditions de défécation, conditions d'agitation et maîtrise des quantités mises en oeuvre.

Parmi les facteurs susceptibles d'avoir une influence sur le dosage enzymatique du lactose, ce sont les 5 paramètres paraissant les plus importants qui ont été étudiés, à savoir :

- \* la quantité de lait mise en oeuvre pour la défécation, qui agit directement sur la quantité de lactose présente dans la cuve du spectrophotomètre;

- \* le mode de défécation, en utilisant les protocoles expérimentaux préconisés par :

- l'AFNOR (V 04-213, 1971), mais adapté à 1 ml de lait au lieu des 20 ml prévus dans la norme;

- la FIL (79B:1991), modifié pour être applicable au lait frais;

- BOEHRINGER MANNHEIM, avec les kits de dosage commercialisés par cette société;

- \* la conservation des défécations;

- \* la pesée des volumes délivrés dans la cuve du spectrophotomètre;

- \* le mode d'agitation de la cuve; c'est à dire, avec ou sans parafilm.

L'ensemble de l'étude a été mené avec un lait à teneur "normale" (autour de 45 g/l) en lactose et avec deux laits enrichis.

Pour tous les essais, on a suivi le protocole de défécation selon l'AFNOR, sauf pour l'étude du deuxième point (mode de défécation). Le dosage enzymatique proprement dit, a été réalisé selon les instructions fournies par Boehringer Mannheim avec ses kits (il correspond à ce qui est décrit comme "dosage enzymatique par la voie galactose", dans la norme FIL 79B:1991).

## 1) EFFET DE LA QUANTITE DE LAIT MISE EN OEUVRE

Les essais de défécation ont été menés, respectivement, avec 1 g (1), 1,8 g (2) et 2 g (3) de lait pour 100 ml de volume réactionnel total.

Les résultats montrent que plus la quantité de lait mise en oeuvre pour la défécation est importante, plus la concentration en lactose est élevée. Son accroissement total - entre (1) et (3) - avoisine 1 g, avec le lait "normal" et 0,7 g avec le lait enrichi. La variabilité des résultats s'améliore en diminuant parallèlement à l'augmentation de la concentration ; l'écart-type passe ainsi de 0,87 dans le cas (1) à 0,06 dans le cas (3) avec le lait "normal"

Il faut cependant prendre garde à rester dans les limites de concentration recommandées dans les normes (100 µg dans la cuve du spectrophotomètre).

## 2) EFFET DU MODE DE DEFECATION

Le tableau ci-dessous compare les trois méthodes de défécation étudiées ici.

Facteurs \ Défécation	AFNOR	FIL	Boehringer
Quantité de lait mise en jeu	(2 ml ds 200 ml) => 1 ml ds 100 ml	(1 g ds 100 ml) => 1 ml ds 100 ml	(2 g ds 100 ml) => 2 ml ds 100 ml
Réactifs pour 100 ml	Fe(CN) <sub>6</sub> K <sub>4</sub> (2 ml) => 0.1 ml  Zn(CH <sub>3</sub> COO) <sub>2</sub> (2 ml) => 0.1 ml	Fe(CN) <sub>6</sub> K <sub>4</sub> 5 ml  ZnSO <sub>4</sub> 5 ml	CCl <sub>3</sub> COOH 1 ml  NaOH 3 ml
eau permutée	Quantité suffisante pour 100 ml FILTRER (1 ou 2 fois selon le cas)		
Concentration des réactifs	Fe(CN) <sub>6</sub> K <sub>4</sub> 0.175 mol.l <sup>-1</sup> => 1.75.10 <sup>-3</sup> mol	Fe(CN) <sub>6</sub> K <sub>4</sub> 0.042 mol.l <sup>-1</sup> => 21.10 <sup>-3</sup> mol	CCl <sub>3</sub> COOH 3 mol.l <sup>-1</sup> => 0.003 mol
=> quantité réagissante	Zn(CH <sub>3</sub> COO) <sub>2</sub> 1.37 mol.l <sup>-1</sup> => 13.7.10 <sup>-3</sup> mol	ZnSO <sub>4</sub> 0.25 mol.l <sup>-1</sup> => 125.10 <sup>-3</sup> mol	NaOH 0.1 mol.l <sup>-1</sup> => 0.003 mol
Type de défécation	action de métaux lourds	action de métaux lourds	Acidification
Temps de manipulation	45 min à 1h	1h	30 min
Temps de filtrage	moyen	moyen	long
Turbidité	limpide	limpide	trouble
Quantité de lait en jeu	+	+	++
coût	Sensiblement le même.		

Les résultats obtenus montrent des différences significatives entre les trois méthodes.

Les concentrations de lactose décroissent de la méthode BOEHRINGER à la méthode AFNOR, puis à la méthode FIL ;

avec, à titre d'exemple, pour un lait "normal", des teneurs mesurées, respectivement de 45,09 g/kg ; 44,63 g/kg et 44,37 g/kg.

Les méthodes FIL et AFNOR diffèrent peu en valeur moyenne (écart relatif de 0,58 pour un lait normal), mais la méthode BOEHRINGER conduit à des valeurs plus élevées (écarts de

1,02 par rapport à la méthode AFNOR et 1,6 par rapport à la méthode FIL, toujours pour un lait "normal").

En revanche, les trois méthodes sont sensiblement sujettes à la même variabilité.

Rien ne semble donc avantager une méthode par rapport à une autre. Le choix de l'une d'entre elles obéira essentiellement à des considérations pratiques : réactifs disponibles, habitudes du laboratoire....Mais il faudra toujours utiliser la même pour rester le plus homogène possible dans les manipulations et dans les résultats.

Il reste que la désignation de la méthode censée donner la valeur vraie devient délicate et requiert des études complémentaires (comparaison entre méthodes cuprométriques et enzymatiques ... etc).

### **3) EFFET DE LA CONSERVATION DES DEFECATIONS**

Les défécations des laits "normal" et enrichi ont été conservées à 4°C, et soumises au même dosage à un mois d'intervalle. Les écarts obtenus sont faibles. On peut considérer que la conservation des défécations n'altère pas le résultat des dosages.

### **4) EFFET DE LA PESEE DES VOLUMES MIS EN OEUVRE**

Il s'agit de maîtriser les quantités mises en oeuvre pendant le dosage ; et donc de tenir compte dans la formule de calcul finale de la masse de la prise d'essai et des réactifs présents dans la cuve et non plus de leur volume.

Les teneurs en lactose obtenues en prenant en compte les masses des volumes délivrés dans la cuve (méthode dite pondérale) sont plus faibles qu'en ne tenant compte que des seuls volumes (méthode dite volumétrique). On a ainsi 41,32 g/kg; dans le premier cas et 41,5 g/kg dans le deuxième cas pour un lait "normal". Cependant les écarts-types restent approximativement les mêmes : 0,43 pour le lait normal dans les deux cas; 0,3 par la méthode pondérale contre 0,4 par la méthode volumétrique pour le lait enrichi.

D'un point de vue pratique, la méthode volumétrique est incontestablement plus rapide, mais l'utilisation de pipettes à piston est une importante source d'erreur car les volumes délivrés sont peu répétables : l'étude montre des écarts de volume de l'ordre de 10 à 15 µl pour un volume théorique de 2900 µl. L'étalonnage préalable des pipettes à piston est donc indispensable.

Cet étalonnage devient inutile dans le cas de la méthode pondérale, puisque toutes les cuves sont pesées. Cette méthode est cependant longue et lourde à mettre en oeuvre. De plus, lorsqu'il y a dosage d'une série de 10 ou 20 échantillons, la perte de temps occasionnée par la pesée des cuves conduit à l'évaporation d'une partie de la solution qu'elles contiennent (surtout pour des dosages effectués l'été). C'est ainsi qu'une

prise d'essai de 0,1 g ne pèsera plus que 0,0988 g au bout du temps passé à peser 20 prises d'essai, soit une augmentation de concentration de 1,2 %. Au total l'écart de poids dû ici à l'évaporation est du même ordre que l'écart de volume lié à l'imprécision des pipettes dans la méthode volumétrique

Il semble donc souhaitable d'utiliser cette dernière méthode pour les dosages de routine et de réserver la méthode pondérale, pour les analyses de référence, en limitant le nombre d'échantillons à doser à 5 au maximum.

### **5) INFLUENCE DU TYPE D'AGITATION**

Les différents composants du mélange réactionnel peuvent être agités soit par retournement de la cuve (avec un morceau de Parafilm sur la cuve), soit par un mouvement pendulaire en prenant soin d'éviter tout débordement (en l'absence de Parafilm sur la cuve).

Une première comparaison entre ces deux modes d'agitation a été faite après l'ajout de deux réactifs seulement (prise d'essai et enzyme). Elle montre un écart de 0,15 g/kg pour un lait "normal", la valeur la plus importante ayant toujours été obtenue en présence de Parafilm, malgré la perte inévitable d'un peu de mélange réactionnel sur le Parafilm (cette perte existe même lorsqu'on prend la précaution de récupérer un maximum du mélange par frottement du Parafilm sur le rebord de la cuve). Il est probable que cette perte de volume est compensée par l'augmentation de la concentration de la prise d'essai par évaporation, pendant le temps nécessaire à la manipulation avec Parafilm (6 fois plus long que sans Parafilm). Au total, à ce stade de la réaction, le mode d'agitation n'a pas d'effet significatif sur la variation des résultats.

La même comparaison entre modes d'agitation a été effectuée ensuite en présence de tous les réactifs (cuve pleine). Dans ce cas, on obtient toujours un taux de lactose plus élevé en agitant sans Parafilm, mais avec un écart-type plus important. On a ainsi, pour un lait de teneur "normale" en lactose : une moyenne de 44,91 g/kg après agitation sans Parafilm contre 43,97 g/kg avec Parafilm et respectivement des écarts-types de 0,64 contre 0,47.

La contribution de ce facteur "mode d'agitation de la cuve" à la variabilité des résultats diminue cependant au fur et à mesure que la concentration du lait en lactose augmente.

Comme dans le point précédent, il semble souhaitable de réserver le mode d'agitation avec Parafilm, très consommateur de temps, aux analyses de référence, sur un faible nombre d'échantillons. Pour les analyses de routine, le mode d'agitation sans Parafilm semble préférable.

### **CONCLUSION**

Le point clé pour améliorer la répétabilité du dosage enzymatique du lactose est incontestablement d'augmenter la quantité de lait mise en oeuvre lors de la défécation : 2 ml (ou 1,8 ml pour les laits enrichis) sont préférables à 1 ml.

La pesée des volumes délivrés n'est à conseiller que pour des analyses de référence. Il en est de même pour l'homogénéisation du mélange réactionnel par retournement de la cuve (agitation avec Parafilm).

Quant à la méthode de défécation utilisée, elle n'intervient pas sur la répétabilité du dosage (à condition toutefois d'utiliser la même méthode), le problème de la "valeur vraie" de lactose obtenue à partir d'une défécation de lait reste cependant en suspens!

### **La répétabilité est, dans tous les cas, bien meilleure que dans la norme !**

Il reste que sur l'ensemble des laits testés tout au long de cette étude, l'écart-type relatif de répétabilité est inférieur à 1% !

Rappelons que la norme FIL 79B:1991 fixe :

- \* dans sa version française, une valeur de répétabilité de

7% (pour le dosage enzymatique par la voie galactose),

- \* dans sa version anglaise, des valeurs de répétabilité de 3% (dans le cas de dosages effectués sur du lait sec ou des mélanges secs pour crèmes glacées) ou de 7% (dans le cas des fromages fondus).

Les deux versions de la norme devraient normalement être identiques ; il y a donc probablement une erreur de texte ; toutefois la version anglaise étant la plus récente (décembre 1991, par rapport à juin 1991 pour la version française), c'est elle qui fait foi.

L'amélioration de la répétabilité de ce dosage est donc loin d'être un objectif irréaliste !

source : GOBY, Valérie. *Dosage enzymatique de la teneur en lactose du lait : étude des paramètres influençant la répétabilité.* Poligny : INRA-SRTAL, 1992, 59 p. Rapport de Stage.

## **VALIDATION AFNOR**

### **Test T 101 de détection d'antibiotiques**

Au mois de Septembre 1993, l'AFNOR a validé une nouvelle méthode rapide d'analyse microbiologique. Il s'agit du test de détection d'antibiotiques T101 de VALIO Ltd (Finlande), distribué par SANOFI BIO INDUSTRIES. La validation concerne toutes les présentations du test, à savoir des flacons ou des plaques à 16 ou 96 puits ou cupules.

Ce test est applicable au lait cru et donne un résultat en 5 heures environ, (plus une journée, s'il faut une confirmation en cas de résultats douteux), sous réserve que le lait soit de composition normale. Il ne doit donc s'agir ni de lait de mammité, ni de lait lipolysé.

#### **PRINCIPE**

Le test se présente sous forme de poudre contenant un indicateur coloré et une souche de *Streptococcus thermophilus* sensible aux antibiotiques. Cette souche, croissant sur l'échantillon de lait cru à tester, l'acidifie en provoquant un changement de couleur de l'indicateur coloré. Ce changement de couleur n'a pas lieu si la croissance bactérienne se trouve perturbée par la présence d'antibiotiques ou de sulfamides dans le lait.

Le résultat est apprécié à l'aide d'un nuancier, allant du gris bleu (résultat positif) au vert pâle (résultat négatif). Les résultats douteux (couleur oscillant entre le gris et le vert) doivent être confirmés par la méthode de référence. (méthode officielle - acidification et confirmation -, publiée au JO du 6/10/1983)

#### **CE QUI FAIT LA RAPIDITE DE LA METHODE !**

La méthode de référence et cette méthode rapide reposent sur le même principe. La différence de rapidité se joue à deux niveaux :

- \* au moment de la préparation et de la mise en route de la culture. Le test T101 évite la préparation des milieux de culture et de la souche (16 à 18 heures). La durée d'incubation de la culture est plus courte avec la méthode de référence (2h 30 contre 4h 30) mais cela ne suffit pas à compenser ce temps préalable de mise en oeuvre.

- \* au moment d'une éventuelle confirmation des résultats. Dans tous les cas la confirmation se fait en utilisant une technique de diffusion sur boîte de Petri (cf méthode officielle du 6/10/1983). Mais cette éventualité est plus rare dans le cas du test T 101, où seule la confirmation des résultats douteux est obligatoire. En effet, dans la méthode de référence, il faut confirmer les résultats positifs et les résultats douteux, par ailleurs plus fréquents.

#### **CARACTERISTIQUES ANALYTIQUES**

##### **SENSIBILITE**

Les essais ont porté d'une part sur 245 échantillons de 8 antibiotiques ou sulfamides différents, testés à différentes concentrations, avec 5 répétitions par essai; d'autre part sur 51 échantillons de 10 autres antibiotiques, testés une seule fois à différentes concentrations.

Il en ressort que le test T101 en flacons est plus sensible ou équivalent à la méthode de référence pour tous les antibiotiques

testés, sauf pour l'ampicilline (seuil de détection de 0,02 µg/ml contre 0,01 µg/ml).

La sensibilité du test T101 en plaques est légèrement moins bonne que celle du test en flacons. Elle reste cependant supérieure ou équivalente à celle de la méthode de référence pour tous les antibiotiques testés, sauf l'ampicilline, la néomycine, la sulfadiazine et la sulfadiméthoxine.

Du fait de cette meilleure sensibilité, l'utilisateur de la méthode rapide éliminera plus de produits (résultats positifs) que par la méthode de référence.

#### JUSTESSE

Le tableau ci-dessous compare les performances du test T 101 et de la méthode de référence.

	TEST T101 - FLACONS			TEST T101 - CUPULES		
	ARTIFICIELS 5 REP	1 REP	NATURELS 1 REP	ARTIFICIELS 5 REP	1 REP	NATURELS 1 REP
FAUX POSITIFS	52	9	0	37	4	2
FAUX NEGATIFS	5	0	3	5	3	3
CONCORDANTS	187	42	161	203	44	159
NOMBRE TOTAL DE RESULTATS	245	51	164	245	51	164

En contamination artificielle, les faux positifs sont en nombre important, toujours à cause de la sensibilité accrue de la méthode rapide. Globalement, la concordance avec la méthode de référence est bonne.

#### FIDELITE

##### \* répétabilité

Les résultats proviennent de tests sur 49 concentrations

différentes de 8 antibiotiques différents (5 répétitions par concentration), avec prise en compte des résultats douteux. La répétabilité s'exprime par la somme de tous les résultats identiques pour 5 répétitions d'une concentration d'antibiotique donnée, divisée par le nombre total de résultats (245).

On a :

% de résultats répétables :	
T101 Flacons :	97,5%
T101 cupules :	98,3%
Référence :	100%

##### \* reproductibilité

Elle a été déterminée par 12 laboratoires participants sur des échantillons de lait cru contaminés artificiellement par 7 antibiotiques différents à trois niveaux de concentration chacun. Elle s'exprime par la somme des résultats identiques en majorité pour chaque échantillon, divisée par le nombre de résultats par échantillon (24) :

par exemple, pour les 7 antibiotiques testés à forte concentration, on trouve respectivement 22, 24, 21, 24, 24, 22 et 22 résultats positifs sur 24; la formule de calcul est alors  $(22 + 24 + 21 + 24 + 24 + 22 + 22) / 24 \times 7$ .

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau ci-dessous.

Niveau antibiotique	T 101 en flacons	T 101 en cupules
Elevé	94,6%	92,9%
Moyen	73,6%	66,7%
Faible	70,2%	80,4%
Témoin négatif	100%	96%
Tous niveaux	80,5%	80,7%

La reproductibilité est meilleure pour les concentrations élevées d'antibiotiques.

source : attestation de validation de l'AFNOR SBI - 08/1 - 09/93

## NORMES, PROJETS DE NORMES ET REGLEMENTS PARUS RECEMMENT

### NORMES

Liste des normes ou projets de normes AFNOR reçus entre Octobre 1993 et Janvier 1994

MICROBIOLOGIE : V 08-013 décembre 1993 Directives générales concernant les méthodes de recherche des *Salmonella*

### MICROBIOLOGIE ALIMENTAIRE

V 08-053 décembre 1993 Dénombrement des *Escherichia coli* β-glucuronidase positive par comptage des colonies à 44°C.

V 08-054 octobre 1993 Dénombrement des *Enterobacteriaceae* par comptage des colonies

PRODUITS ALIMENTAIRES EN CONSERVE : V 08-406 décembre 1993 Détermination du pH

## Projet de norme

MICROBIOLOGIE : **Projet V 08-027 (NF ISO 10273)** Directives générales pour la recherche des *Yersinia enterocolitica* présumées pathogènes

## REGLEMENTATION

### FRANCE

**Arrêté du 23/3/1993 (JO France du 27/03 /1993)** : relatif au traitement par rayonnements ionisants des camemberts fabriqué à partir de lait cru

**Arrêté du 23/3/1993 (JO France du 01/04/1993)** : modifiant l'arrêté du 21/12/1979 relatif aux critères microbiologiques auxquels doivent satisfaire certaines denrées animales ou d'origine animale.

Cet arrêté inclut les camemberts évoqués ci-dessus dans le champ des denrées couvertes par le texte de 1979. Il reprend les critères microbiologiques fixés par la réglementation européenne (directive 92/46 du 16/06/1992), pour les germes pathogènes et témoins de défaut d'hygiène dans les fromages destinés au traitement ionisant. Mais, en outre, il redéfinit ces mêmes critères, après le traitement ionisant des fromages ; ils deviennent dès lors beaucoup plus sévères.

**Avis relatif à la production de lait traité thermiquement en vue de leur mise sur le marché communautaire (JO France du 10/06 /1993)** : liste des établissements produisant ces laits, titulaires de la marque de salubrité, prévue par l'arrêté du 12/03/1993 (cf Lettre de CECALAIT n° 8)

### CEE

\* **Règlement CEE n° 895/93 du 16/04/1993 de la Commission modifiant les annexes I, II et III du règlement 2377/90 (JOCE L93 du 17/04/1993). Etablissement d'une procédure communautaire pour la fixation des limites maximales de résidus de médicaments vétérinaires dans les aliments d'origine animale**

Comme pour la modification précédente (signalée dans La Lettre de CECALAIT n° 8) , il s'agit ici d'établir effectivement ou de compléter :

- > soit la "liste des substances pharmacologiquement actives pour lesquelles des limites maximales provisoires ont été fixées" en annexe I.
- > soit la "liste des substances non soumises à une LMR en annexe II. Une rubrique concernant le peroxyde d'hydrogène et le soufre y été insérée.
- > soit la "liste des substances pharmacologiquement actives utilisées dans les médicaments vétérinaires pour lesquelles des limites maximales provisoires ont été fixées" en annexe III. Des rubriques concernant le thiamphénicol ainsi que des benzimidazoles et pro-benzimidazoles se

rajoutent aux substances définies dans la précédente modification du règlement.

La plupart des LMR fixées ici concernent des denrées cibles autres que le lait... Seul l'oxibendazole (annexe III) a également une LMR fixée pour le lait.

\* **Décision CEE n° 93/256 du 14/04/1993 de la Commission arrêtant les méthodes à utiliser pour la recherche de résidus de substances à effet hormonal et de substances à effet thyrostatique (JOCE L118 du 14/05/1993)**

Cette décision fixe les procédés d'analyse de routine agréés pour la recherche de ces résidus et les critères analytiques généraux, ou spécifiques d'une méthode donnée, qui leur sont applicables. Les méthodes qui peuvent être utilisées sont : les immunoessais, la chromatographie en couche mince, liquide ou en phase gazeuse, la spectrométrie de masse, la spectrométrie. D'autres méthodes ne sont pas exclues pour peu qu'elles répondent aux critères définis dans ce texte.

\* **Décision CEE n° 93/257 du 15/04/1993 de la Commission arrêtant les méthodes de référence et la liste des laboratoires nationaux de référence pour la recherche de résidus (JOCE L118 du 14/05/1993)**

Cette décision reprend la liste de méthodes énoncée ci-dessus (règlement n° 93/256) et les applique à la confirmation de la présence de tout type de résidu (médicaments, pesticides, hormones...), autre que les métaux lourds et l'arsenic (méthodes décrites par ailleurs). Elle fixe également la liste des laboratoires de référence chargés dans les Etats membres d'effectuer les analyses de référence et précise s'ils sont habilités à le faire pour tous les groupes de résidus ou pour certains groupes seulement.

En France, il s'agit des laboratoires suivants:

- > Laboratoire des dosages hormonaux à l'Ecole Nationale Vétérinaire à Nantes
- > Laboratoire Central d'Hygiène Alimentaire (LCHA) à Paris
- > Laboratoire des Médicaments Vétérinaires (LMV) à Fougères

Pour nos adhérents à l'étranger, précisons qu'en :

- > Belgique, il s'agit de l'Institut d'Hygiène et d'Epidémiologie de Bruxelles
- > Danemark, il s'agit des laboratoires suivants :
  - > Veterinaerdirektoratets Laboratorium Odinsvej à Ringsted
  - > Levnedsmiddelstyrelsens Centrallaboratorium à Søborg
- > Espagne, il s'agit des laboratoires suivants :
  - > Centro Nacional de Alimentacion à Majadahonda (Madrid)
  - > Laboratorio de Sanidad y Produccion Animal à Santa Fe (Granada)

- Laboratorio de Sanidad y Produccion Animal à Algete (Madrid)
- Laboratorio Arbitral del Ministerio de Agricultura, Pesca y Alimentacion à Madrid
- Irlande, il s'agit des laboratoires suivants :
  - Central Meat Control Laboratory à Abbotstown
  - State Laboratory à Abbotstown

Les denrées animales concernées sont entre autres le lait et les produits laitiers. Les teneurs maximales indiquées correspondent généralement aux valeurs reportées dans le Codex Alimentarius (édition 1989), mais sont plus faibles pour certains pesticides. Dans certains cas, la valeur indiquée correspond au seuil de détection du produit, en l'absence de données suffisantes sur sa toxicité et sa persistance. Ces données doivent être produits dans un délai de 4 ans, d'où la fixation de nouvelles valeurs maximales au plus tard en Janvier 1998.

\* Directive CEE n° 93/57 du 29/06/1993 du Conseil modifiant les annexes des directives 86/362/CEE et 86/363/CEE concernant la fixation de teneurs maximales pour les résidus de pesticides sur et dans les céréales et les denrées alimentaires d'origine animale (JOCE L211 du 23/08/1993)

\* Règlement CEE n° 2539/93 du 15/09/1993 de la Commission modifiant le règlement 3942/92 établissant une méthode de référence pour la détermination du sitostérol et du stigmastérol dans le butteroil (JOCE L233 du 16/09/1993)

Il s'agit d'une modification mineure dans la rédaction du règlement 3942/92.

## RENDEZ-VOUS

### 7-11 MARS 1994 : SEMAINE MICROBIOLOGIQUE FIL-ISO-AOAC A BRUXELLES (BELGIQUE)

#### Programme

- \* statistiques sur les données analytiques
- \* contaminants non pathogènes déterminés par les techniques classiques
- \* pathogènes Gram positifs
- \* pathogènes Gram négatifs
- \* bactéries lactiques et levains
- \* spores dans le lait cru
- \* désinfection

### 14-18 MARS 1994 : SEMAINE ANALYTIQUE FIL-ISO-AOAC A WAGENIGEN (PAYS-BAS)

Nous disposons maintenant du programme détaillé.

#### Programme

- \* Section "composés organiques majeurs" :
  - matière grasse,
  - protéines
  - indices chimiques de la maturation dans le fromage
  - Infra-rouge et autres méthodes indirectes automatisées
- \* Section "composés inorganiques" :
  - eau,
  - minéraux et autres composés,

- métaux lourds et autres éléments.

\* Section "additifs organiques et contaminants" :

- additifs alimentaires et vitamines
- contaminants organiques
- antibiotiques
- facteurs affectant le rendement du fromage

\* Section "autres composés organiques" :

- enzymes en fabrication de fromage,
- utilisation de préparations enzymatiques en fabrication de fromage,
- détermination du lactose, du lactulose et des lactates
- enzymes natives du lait.

\* Section "caractérisation et propriétés physiques" :

- caractérisation distinctive du lait et des produits laitiers, en fonction du traitement thermique
- propriétés physiques des produits laitiers en poudre
- tests rhéologiques pour les fromages
- propriétés fonctionnelles des produits à base de protéines laitières.
- recommandations spécifiques de certains produits pour le respect de l'hygiène dans la fabrication et codes de bonne pratique.

\* Section "assurance qualité, statistiques et échantillonnage" :

- statistiques sur les données analytiques
- assurance qualité et études collaboratives
- échantillonnage

**22-24 JUIN 1994 : SEMINAIRE FIL SUR LA DEFINITION ET LA  
STANDARDISATION DES PROTEINES LAITIERES A  
AARHUS (DANEMARK)**

**Programme**

- \* Définition des protéines laitières :
  - Définition actuelle : état de l'art
  - Implications d'un changement de définition pour l'élevage, le paiement du lait, l'analyse du lait, l'industrie, la réglementation, l'étiquetage, la concurrence avec d'autres sources protéiques...
  
- \* Standardisation des protéines :
  - Technologie de la standardisation
  - Effet sur les propriétés des produits laitiers
  - aspects normatifs
  - valeur nutritionnelle et attitude des consommateurs
  - aspects économiques

Contacts et renseignements auprès de la FIL.

**FIL**

41, Square Vergote  
B 1040 BRUXELLES  
BELGIQUE

TEL : +32.2.733.98.88 ou +32.2.733.16.90

FAX : +32.2.733.04.13