



CENTRE D'EXPERTISE ET DE CONTROLE  
DES ANALYSES LAITIÈRES

**2006**  
1<sup>er</sup> trimestre  
**N°56**

# LA LETTRE DE CECALAIT

|   |   |        |
|---|---|--------|
| <b>Vie de CECALAIT –</b>  | Le site internet de CECALAIT évolue           | 1      |
|   | CECALAIT poursuit sa démarche d'accréditation | 1      |
| <b>La résonance magnétique nucléaire – Une réponse possible à des problématiques analytiques actuelles et futures</b> |   | 1-5    |
| <b>Validations AFNOR</b>  |   | 6      |
| <b>Les nouveaux critères microbiologiques</b>   |   | 7-13   |
| <b>Normes, projets de normes</b>  |   | 14-15  |
| <b>Congrès, salons, colloques</b>   |   | 15     |
| <b>Revue de presse – Revue du net</b>   |   | 16     |
| <b>Réglementation : France, Union européenne</b>  |   | 16-18  |
| <b>Références bibliographiques avec table des matières, mots clés</b>   |   | annexe |

## VIE DE CECALAIT

### ➤ LE SITE INTERNET DE CECALAIT EVOLUE :

En 2006, des aménagements du site (<http://www.cecalait.fr>) vont être mis en place pour en favoriser l'efficacité et améliorer le service rendu aux laboratoires :

- **Consultation des résultats des essais d'aptitude en ligne** : A compter des essais d'aptitude du mois de mars, les laboratoires vont pouvoir accéder directement à leurs résultats en consultant le site Internet de CECALAIT. Chaque laboratoire se verra attribuer par courrier un mot de passe et un login qui lui permettront de prendre connaissance de ses résultats individuels sans attendre de recevoir le rapport sur support papier. CECALAIT continuera néanmoins d'adresser comme il le fait actuellement un rapport d'essai sur support papier. Dès que les résultats seront disponibles sur le site, une information s'affichera sur le menu déroulant de la page d'accueil.
- **Internationalisation du site** : en 2006, nous allons développer l'implantation du site sur les moteurs de recherche anglophones grâce à l'acquisition du nom de domaine « *Cecalait.com* » et la définition de mots clé anglais les plus appropriés. Le positionnement du site à l'étranger sera également renforcé par l'acquisition du nom de domaine « *Cecalait.eu* ». Ces actions ont bien entendu pour objectif de faire mieux connaître CECALAIT hors de nos frontières et de développer ainsi notre activité à l'export.

### ➤ CECALAIT POURSUIT SA DEMARCHE D'ACCREDITATION :

Afin de mieux répondre aux attentes des laboratoires, CECALAIT a fait en 2005 une demande d'accréditation auprès du COFRAC pour son activité d'organisateur d'essais d'aptitude selon le référentiel LAB-CIL Ref 02 et pour une extension de son accréditation selon la norme NF EN ISO/CEI 17025. Le COFRAC a donc récemment réalisé deux audits au sein de CECALAIT :

- un audit initial pour l'organisation des essais d'aptitude au mois de décembre 2005,
- un audit de surveillance pour le programme n° 61 « physico-chimie sur le lait et les produits laitiers » et un audit d'extension pour le programme n°59 « microbiologie alimentaire » au mois de février 2006.

Nous attendons maintenant de connaître les décisions du COFRAC dans le courant du premier semestre 2006.

---

## LA RESONANCE MAGNETIQUE NUCLEAIRE

### Une réponse possible à des problématiques analytiques actuelles et futures

**Résumé :** Le développement en matière de méthodes d'analyse doit répondre aux besoins de plus en plus nombreux de recourir à des techniques spécifiques et précises capables de satisfaire aux exigences d'un contexte de production et de commercialisation internationalisé. Les méthodes spectroscopiques, rapides, propres, non destructives et permettant des déterminations multiples simultanément, constituent des outils privilégiés en réponse à ces besoins. En particulier, la méthode RMN haute résolution, encore peu répandue dans les laboratoires de contrôle, présente des caractéristiques et un potentiel de développement susceptible de répondre aux besoins de l'industrie laitière. Des résultats obtenus à ce jour apparaissent prometteurs.

#### De nouveaux objectifs analytiques :

Les besoins en méthodes d'analyse pour doser les composants du lait et des produits laitiers d'intérêt économique sont maintenant couverts tant sur le plan des méthodes de référence que pour les méthodes rapides de routine.

Toutefois, la recherche et développement en matière de méthode d'analyse doit maintenant faire face aux nouveaux besoins liés à la demande sociétale et notamment relative à la qualité des produits. Le secteur laitier ne peut échapper à cette tendance.

En effet, le souci de protection des consommateurs et de loyauté des échanges, dans un contexte croissant d'internationalisation des échanges, conduit à la mise en place d'une réglementation internationale de plus en plus complexe (CE, Codex) :

Ainsi preuves doivent ou devront à terme être faites

- des allégations nutritionnelles et santé,
- de l'absence de contaminations chimiques, biochimiques et microbiologiques,
- de la conformité des produits (falsification, adultération),
- de l'authenticité des produits AOP.

Par ailleurs, les besoins de contrôle s'ils portent principalement sur les produits mis à la consommation, peuvent également concerner la matière première, à l'exemple du lait dont la qualité est vérifiée régulièrement par l'interprofession laitière à travers son réseau de laboratoires de paiement du lait. Ainsi, à titre d'exemple, l'amélioration croissante des connaissances sur la matière grasse et son rôle sur le métabolisme pourrait conduire à une réflexion sur un classement différentiel des laits sur un critère de qualité nutritionnelle ou santé, moyennant de pouvoir en mesurer efficacement les traceurs ou molécules caractéristiques.

Compte tenu de la diversité et de la fréquence des contrôles imposés par l'accroissement des échanges commerciaux, un contrôle régulier de la qualité et de la conformité des produits est difficilement réalisable avec des méthodes de référence, souvent longues, coûteuses, et pouvant demander une haute technicité. Pour être précises, l'identification et la quantification de molécules particulières dans un mélange complexe (matrice alimentaire) requièrent jusqu'à aujourd'hui une séparation préalable des analytes avant dosage, ces deux étapes étant spécifiques du type de composé à doser. C'est sur ce principe que sont établies les méthodes de référence. Un contrôle exhaustif d'un produit pour en établir ou vérifier la composition par rapport à un cahier des charges multiplie les analyses par autant de catégories d'analytes concernés, générant de fait un coût très important de l'information collectée.

Le développement de méthodes d'analyse rapides s'avère donc indispensable.

### **Les méthodes spectroscopiques**

Les méthodes de spectroscopie sont devenues les outils privilégiés pour analyser la composition des produits laitiers en raison de leur rapidité, de leur caractère non destructif et non polluant et de leur aptitude à doser simultanément plusieurs analytes ou composants de la matrice.

A ce jour, dans le domaine laitier, les méthodes d'analyse rapides utilisées restent basées en majorité sur la spectrométrie d'absorption en moyen et proche infra-rouge. Elles sont encore peu spécifiques, se limitant à un nombre restreint de composants ou familles de composants (matière grasse, protéines, sucres, par exemple), donc peu adaptées à l'analyse fine de composition. La spectroscopie de résonance magnétique nucléaire basse résolution y est également utilisée mais y tient une place plus réduite en raison d'un nombre limité d'applications (eau et matière grasse).

Le besoin existe donc d'identifier de nouvelles méthodes d'analyse dotées des mêmes avantages (rapidité, propreté, non destructif) mais pouvant s'adresser à un plus grand nombre de molécules, de manière plus spécifique, dans les produits alimentaires, notamment laitiers, et d'en développer des applications.

### **La spectroscopie par Résonance Magnétique Nucléaire Haute Résolution (RMN HR)**

#### **Une méthode rapide avec du potentiel**

En raison de son principe, la résonance magnétique nucléaire, plus particulièrement la résonance magnétique nucléaire haute résolution (RMN HR) apparaît comme une méthode susceptible de pouvoir relever le défi posé. En effet, dans son principe, la RMN s'adresse aux noyaux atomiques dont elle permet d'obtenir une signature spectrale caractéristique de l'environnement atomique et électronique de chaque atome de l'élément considéré.

Principe: Certain noyau atomique, par exemple l'atome d'hydrogène ou le carbone 13, soumis à un champ magnétique ont la capacité d'entrer en résonance sous l'excitation d'une onde électromagnétique à une fréquence spécifique liée à l'intensité du champ magnétique. La fréquence de résonance dépend de l'environnement électronique et atomique du noyau lequel modifie localement le champ magnétique et, en conséquence, la fréquence théorique d'un même noyau considéré isolément. La méthode RMN consiste à mesurer la différence relative de fréquence par rapport à la fréquence théorique, appelé déplacement chimique. Chaque molécule peut donc être caractérisée en théorie par l'ensemble des déplacements chimiques du type de noyau considéré, constituant ainsi le spectre caractéristique de la molécule. Dans un mélange de molécules, le spectre obtenu reflète la somme des spectres individuels.

Né aux USA en 1945, le principe de la RMN a valu le Prix Nobel de Physique en 1952 à ses deux principaux inventeurs, Edward M. Purcell et Félix Bloch. Elle a depuis été déclinée à plusieurs niveaux en fonction des différentes applications recherchées,

conduisant à distinguer principalement deux types de RMN, la RMN basse résolution de la RMN haute résolution.

Si tous les éléments ne se prêtent pas nécessairement à l'analyse RMN, les principaux éléments constitutifs de la matière vivante (C, H, O, N, P) le peuvent, soit directement, soit à travers l'un de ses isotopes, ce qui, dans le cas des matrices alimentaires, confère potentiellement un avantage particulier à la méthode.

**la RMN basse résolution :** utilise des champs de faible intensité et utilise la résonance du noyau d'hydrogène pour lequel le maximum d'intensité de signal est obtenu. D'un coût relativement peu élevé et d'une instrumentation encore peu encombrante, elle est appliquée à l'analyse quantitative directe de certains éléments (eau et matière grasse) et est utilisée en analyse de routine pour le contrôle des produits. Elle permet notamment d'en distinguer efficacement les différentes formes d'eau, liées ou libres sans séchage ou étuvage préalable. Elle est également utilisée pour l'étude de la répartition de l'eau dans des matrices organiques par imagerie nucléaire.

**la RMN haute résolution :** utilise des champs d'intensité élevée et a été longtemps réservée aux laboratoires de recherche, notamment dans le cadre de l'étude structurale et dynamique des composés organiques et des mécanismes réactionnels. Elle est potentiellement applicable à tous les noyaux « sensibles », c'est à dire de moments magnétiques non nuls. Outre un matériel coûteux, elle a longtemps requis une grande technicité face aux techniques variées d'exploitation de l'information.

L'influence sur les mesures de l'état de mobilité des éléments dans les matrices a conduit à distinguer la RMN des solides avec lesquels une haute résolution est moins aisée qu'avec les liquides et pour lesquels ont dû être développées des techniques particulières. C'est notamment au niveau des modalités de présentations de l'échantillon qu'a été accompli un gain de résolution très significatif, avec l'introduction de la rotation d'angle magique (MAS). Une rotation de l'échantillon selon un angle particulier de  $54^{\circ}44''$  permet en effet d'annuler plusieurs effets, notamment d'interactions entre noyaux (effets de couplage direct) et d'hétérogénéité de l'échantillon. Dans le cas favorable de produits avec une mobilité moléculaire partielle (semi-solides), il est alors possible d'atteindre une résolution proche de celle obtenue avec les liquides, la technique prenant le nom de RMN haute résolution à rotation d'angle magique (HR-MAS). Particulièrement efficace dans le cas de matrices hétérogènes polyphasiques (ex. pâtes et gels), cette technique a permis d'ouvrir une voie

importante pour une analyse fine des aliments et produits alimentaires.

### **Un outil régulièrement amélioré**

La RMN HR n'a vu son réel développement qu'avec le progrès de la technologie des électroaimants supraconducteurs, de l'électronique et du traitement du signal et de l'information spectrale.

Avec les développements scientifiques, techniques et technologiques de ces dix dernières années, la sensibilité et la résolution de la méthode ont connu des améliorations considérables, la rendant de plus en plus adaptée à l'analyse quantitative et qualitative directe dans les produits complexes :

- technologie des aimants améliorée (champs plus réguliers, plus puissants, protégés),
- porte échantillon de plus grandes dimensions (accroissement du signal)
- sondes basse température (meilleur rapport signal/bruit)
- sondes multiples permettant la scrutation simultanée de plusieurs noyaux (accroissement de la spécificité),
- électroniques améliorées (meilleur rapport signal/bruit),
- rapidité du traitement du signal accrue (déconvolution, Transformée de Fourier),
- traitement de l'information spectrale grâce aux progrès de l'informatique et des logiciels.

Néanmoins, la volonté des fabricants de rendre la méthode accessible à un plus grand nombre d'utilisateurs a conduit à la mise au point de systèmes automatisés conviviaux où la micro-informatique et des logiciels dédiés de traitement prennent une place déterminante (par exemple, AVANCE INCA<sup>TM</sup> et Metabolic Profiler, de Bruker ; Varian NMR System, de Varian Inc.).

Notamment, des systèmes intégrés ont été développés pour associer des séparations chromatographiques préalables aux dosages RMN, à l'exemple de la chromatographie liquide avec la LC-NMR (Spraul et al, 2005).

Avec les besoins d'extension du marché, les fabricants tendent à s'intéresser de plus en plus à des applications de terrains. Ainsi des applications dédiées aux laboratoires de routine de l'agroalimentaire commencent à se développer à travers des collaborations avec des laboratoires de recherche et développement.

Les travaux dans le domaine de l'analyse en agroalimentaire restent à ce jour encore en nombre limité et orientés vers un aspect plus qualitatif que quantitatif plus souvent associés à la caractérisation des produits. Les exemples de travaux en analyse quantitative restent encore rares à ce jour.

## **Développement en analyse quantitative spécifique :**

Un exemple d'application possible au domaine laitier est donné par les travaux de De Angelis Curtis et al (2000) qui, outre qu'ils proposent un mode de suivi de l'affinage du fromage Grana Padano, permettent d'en établir les profils en acides aminés en cours d'affinage par RMN  $^1\text{H}$  (proton) à 500MHz.

La composition en acides aminés est un élément majeur de la valeur nutritionnelle d'un aliment et, dans le cas d'aliments dédiés à des populations sensibles (aliments pour nourrissons par exemple) son contrôle est à ce jour limité par le manque de technique analytique rapide sinon économique. Ce besoin prend un caractère accru avec l'usage de lyophilisats de protéines non nécessairement d'origine laitière et de valeurs nutritionnelles différentes. La RMN pourrait donc être une option envisageable pour établir une aminogramme par scrutation directe d'un échantillon dans le cadre du contrôle des produits.

## **Développement en analyse qualitative et caractérisation :**

La méthode RMN connaît son premier succès dans le domaine agroalimentaire dans les années 80 avec la technique de mesure du rapport isotopique de l'hydrogène pour la détection de la chaptalisation en vinification (SNIF-NMR®). La méthode, depuis déclinée sur d'autres applications, est basée sur l'identification préalable d'un traceur (par exemple l'éthanol) dont on détermine l'empreinte spectrale qui est supposée varier avec le facteur à identifier (par exemple, nature et origine des sucres fermentés).

Il n'est toutefois pas acquis de pouvoir identifier des traceurs spécifiques pertinents adaptés à tous les besoins. Aussi des approches plus globale utilisant des traitements statistiques multidimensionnels (ACP, AD) pour l'exploitation des spectres RMN des produits, ont-elles vu le jour. Elles permettent d'établir des reconnaissances et classements en fonction de combinaison de zones spectrales différentes qu'il est possible de relier à différents traceurs biochimiques, qui ensemble peuvent caractériser les produits.

Ainsi la méthode RMN a pu montrer son efficacité dans la caractérisation de produits dans différents secteurs agroalimentaires. Par exemple, le secteur des jus d'orange pour lesquels l'origine, la naturalité (à partir de concentré ou non) et le traitement thermique peuvent être identifiés par RMN HR du proton à 400MHz, tout comme l'apport de jus d'autres fruits avec leurs identifications et proportions respectives (Spraul et al, 2005). Les mêmes auteurs mentionnent

avec la même technique la discrimination entre type de bière sur la base des céréales ayant servi à la préparation du malt. Le domaine des huiles est également un exemple où la méthode RMN permet de caractériser l'origine au vu de travaux réalisés sur des huiles d'olive de différents pays (Royer et al, 1997).

Dans le secteur laitier, des travaux récents conduits au sein du laboratoire TRACES des universités de Provence et Paul Cézanne de Marseille, ont montré la possibilité de caractériser les différents stades d'affinage du fromage Parmigiano Reggiano par application de la technique HR-MAS en RMN  $^1\text{H}$  à 400MHz et parallèlement d'assigner les raies spectrales aux principaux éléments marqueurs de l'affinage (Shintu et al, 2004).

Une étude ultérieure menée par la même équipe sur une population de 20 fromages d'Emmental de cinq pays européens en utilisant la même technique a permis d'établir une nette discrimination des fromages en fonction du pays d'origine et également permis de mettre en évidence les fromages issus de lait traité thermiquement (Shintu et al, 2006).

La protection des produits d'appellation d'origine contrôlée (AOC, AOP) et notamment des fromages peut donc trouver dans cette méthode une alternative à la panoplie des méthodes traditionnelles nécessaires (mais peut-être non toujours suffisantes) pour établir l'authenticité de l'origine d'un produit et de sa conformité à un cahier des charges de type AOC. Le besoin de contrôle rapide se trouve notamment accru avec le développement de la commercialisation sous forme de parts pour lesquelles toute référence à la meule ou tomme d'origine n'est plus possible pour le consommateur.

## **Les hypothèses et conjectures par rapport aux besoins émergents**

Dans la compétition pour les parts de marché, les allégations nutritionnelles et santé prennent de plus en plus d'importance et les allégations se rapportant à une composition particulière doivent pouvoir être vérifiées tant par les fabricants eux-mêmes que par les services de contrôle de la réglementation.

L'incidence de la qualité des matières grasses alimentaires sur la santé humaine s'inscrit dans cette problématique, que ce soit pour réglementer la teneur maximale en acides gras trans, que pour garantir des teneurs minimales en acides gras insaturés et poly-insaturés. A terme, les recherches permettront vraisemblablement de déterminer avec précision l'incidence bénéfique ou non de tel ou tel acide gras, ou encore des équilibres particuliers en acides gras, ce qui pourra conduire à la définition de nouveaux critères de qualité de la matière grasse.

L'analyse quantitative spécifique rapide de ces acides gras pourrait alors devenir nécessaire pour établir des profils d'acides gras caractéristiques.

A ce jour, les travaux de différents auteurs ont permis d'établir, pour nombre d'acides gras, des tableaux de déplacements chimiques pour les noyaux  $^1\text{H}$  et  $^{13}\text{C}$  en différentes positions dans les molécules, avec une prise en compte également des isoméries cis des trans, et où il est notamment possible d'apprécier les différences spectrales entre acides gras.

Sur le plan du développement de méthodes d'analyse, différents auteurs font état de l'analyse quantitative d'acides gras insaturés (AGMI, AGPI,  $\omega$ -3) dans des matrices grasses variées (telles que huiles végétales et graisses de poisson) par RMN du proton et du carbone 13 (Knothe 2005). C'est le cas, par exemple, de l'établissement de profils en C18:0, C18:1 et C18:2 dans les huiles végétales par dosage direct en RMN  $^1\text{H}$  à 400MHz (Knothe et al, 2004).

Néanmoins, les travaux publiés à ce jour ne concernent encore qu'un nombre limité d'acides gras particuliers dans des matrices relativement homogènes et simples.

La composition particulièrement variée de la matière grasse laitière (nombre, nature et proportions des acides gras) reste certainement un handicap par rapport aux huiles végétales, eu égard à la complexité des spectres RMN. Toutefois, les développements techniques réalisés dans le domaine RMN, associés aux possibles couplages avec des techniques séparatives, permettent d'attendre des possibilités accrues en terme de reconnaissance de molécules et de quantification.

Aussi, n'est-il pas exclu que la RMN puisse être porteuse également de solutions alternatives rapides applicables à la matière grasse laitière, pour suppléer au moins en partie aux méthodes longues et coûteuses actuellement requises pour l'établissement de profils d'acides gras.

## Conclusion

La méthode RMN est encore mal connue et peu implantée dans le secteur laitier, toutefois des voies d'application aux produits laitiers se dessinent à travers différentes études menées depuis l'année 2000. La méthode présente un caractère séduisant en raison de la polyvalence tant au niveau des matrices laitières analysables que des éléments dosables dans ces produits. L'approche qualitative en rapport avec la caractérisation de la qualité des produits apparaît la plus avancée, tandis que les développements en analyses quantitatives sont à évaluer en fonction des

composés à doser et des produits laitiers à l'aune des possibilités actuelles de la technique.

Des axes de développement et des priorités seront donc à définir.

Olivier LERAY

|            |  |
|------------|--|
| ACP :      | Analyse en Composantes Principales                                     |
| AD :       | Analyse Discriminante  |
| AGMI :     | Acides gras monoinsaturés  |
| AGPI :     | Acides gras polyinsaturés  |
| LC-NMR :   | Liquid Chromatography Nuclear Magnetic Resonance                       |
| RMN HR :   | Résonance Magnétique Nucléaire Haute Résolution                        |
| HR-MAS :   | High Resolution with Magic Angle Spinning                              |
| SNIF-NMR : | Site-Specific Natural Isotope Fractionation Magnetic Nuclear Resonance |

## Références bibliographiques

De Angelis Curtis S., Curini R., Delfini M., Brosio E., D'Ascenzo F., Bocca B., (2000) : Amino acid profil in the ripening of Grana Padano cheese : A NMR study. *Food Chemistry*, Vol. 71, 4, 495-502.

Knothe G., (2005) :  $^1\text{H}$  NMR Spectroscopy of Fatty Acids and their derivatives – Quantitation by  $^1\text{H}$  NMR. The Lipid Library, www.lipidlibrary.co.uk.

Knothe G., Kenar J.A., (2004) : Determination of the fatty acid profil by  $^1\text{H}$  NMR spectroscopy. *Eur. J. Lipid Sci. Technol.*, 106, 88–96 (2004).

Shintu L. , Caldarelli S., (2006) : Towards the determination of the geographical origin of Emmental cheese via High Resolution MAS NMR : A preliminary investigation. (envoyé pour publication).

Shintu L. , Caldarelli S., (2004) : High-Resolution MAS NMR and chemometrics : Characterization of the ripening of Parmigiano Reggiano cheese. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*.

Spraul M., Humpfer E., Schäfer H., (2005) : Application of hyphenated NMR to the study of food. From « Magnetic Resonance in Food Science : The Multivariate Challenge. The Royal Society of Chemistry 2005. ISBN 0-85404-648-8.

Royer A., Naulet N., Lees M., Martin G.H., (1997) : Isotopic analysis for the authentication of extra-virgin oils. Food Authenticity 4<sup>th</sup> European Symposium, La Baule, 4-6 juin.

## VALIDATIONS AFNOR

Liste des méthodes alternatives d'analyses validées transmises par AFNOR Certification.

| Intitulé                                      | Date   | N° d'attestation       | Description   |
|---|--|------------------------|---|
| <b>NOUVELLES VALIDATIONS</b>                  |  |                        |   |
| <b>LUMIPROBE 24<br/>LISTERIA</b>              | Date validation : 09.12.2005<br><b>Fin de validité : 09.12.2009</b>  | <b>EUR 15/3-12/05</b>  | <b>Détection des <i>Listeria monocytogenes</i></b><br>Produits laitiers (hors fromages de type "Cantal" et "Salers")  |
| <b>RAPID'<br/>SALMONELLA</b>                  | Date validation : 09.12.2005<br><b>Fin de validité : 09.12.2009</b>  | <b>BRD 07/11-12/05</b> | <b>Détection des salmonelles</b><br>Tous produits d'alimentation humaine et animale   |
| <b>RAPIDYME<br/>SALMONELLA</b>                | Date validation : 09.12.2005<br><b>Fin de validité : 09.12.2009</b>  | <b>ART 27/01-12/05</b> | <b>Détection des salmonelles</b><br>Tous produits d'alimentation humaine et animale   |
| <b>TEMPO TC</b>                               | Date validation : 09.12.2005<br><b>Fin de validité : 09.12.2009</b>  | <b>BIO 12/17-12/05</b> | <b>Dénombrement des coliformes totaux</b><br>Tous produits d'alimentation humaine et aliments pour animaux de compagnie (sauf lait cru, boissons et alimentation pour bétail) |
| <b>RECONDUCTION DE VALIDATION</b>             |  |                        |   |
| <b>RAPID L'MONO<br/>(dénombrement)</b>        | Date validation : 28.09.2001<br>Reconduction 08.12.2005<br><b>Fin de validité : 28.09.2009</b>   | <b>BRD 07/5-09/1</b>   | <b>Dénombrement des <i>Listeria monocytogenes</i></b><br>Produits laitiers, produits carnés, produits de la pêche   |
| <b>TEST 3M™<br/>PETRIFILM™<br/>COLIFORMES</b> | Date validation : 29.09.1989<br>Reconduction les<br>06.09.1993, 09.06.1998,<br>16.05.2002 et 08.12.2005<br><b>Fin de validité : 09.06.2010</b>                     | <b>3M 01/2-09/89B</b>  | <b>Dénombrement des coliformes totaux –<br/>Lecture des colonies gazogènes</b><br>Tous produits d'alimentation humaine sauf coquillages crus                                  |
| <b>PROLONGATIONS DE VALIDATIONS</b>           |  |                        |   |
| <b>CHROMAGAR™<br/>LISTERIA</b>                | Date validation : 13.12.2001<br><b>Fin de validité : 13.12.2005</b><br><b>Prolongation jusqu'au<br/>20.03.2006</b>   | <b>CHR 21/1-12/01</b>  | <b>Détection des <i>Listeria monocytogenes</i></b><br>Produits d'alimentation humaine et prélèvement de l'environnement   |
| <b>KIT LOCATE<br/>SALMONELLES</b>             | Date validation : 03.11.1993<br>Reconduction les<br>21.01.1998 et 29.11.2002<br><b>Fin de validité : 21.01.2006</b><br><b>Prolongation jusqu'au<br/>31.05.2006</b> | <b>RPD 09/1-11/93</b>  | <b>Détection des salmonelles</b><br>Tous produits d'alimentation humaine et animale   |
| <b>ANNULATION DE VALIDATIONS</b>              |  |                        |   |
| <b>DYNABEADS<br/>ANTI LISTERIA</b>            | Date validation : 27.09.2001<br>Fin de validité : 27.09.2005<br><b>Annulation le 31.12.2005</b>  | <b>DYN 16/3-09/01</b>  | <b>Détection des <i>Listeria spp</i></b><br>Tous produits d'alimentation humaine  |

## LES NOUVEAUX CRITERES MICROBIOLOGIQUES

Afin d'uniformiser la réglementation, d'éviter des interprétations différentes et de contribuer à la protection de la santé publique, des critères microbiologiques harmonisés ont été définis au niveau européen. En effet, depuis le 1<sup>er</sup> janvier 2006, le règlement (CE) n° 2073/2005 de la Commission du 15 novembre 2005 concernant les critères microbiologiques applicables aux denrées alimentaires est entré en vigueur. De ce fait, différents arrêtés nationaux relatifs au lait et produits laitiers, notamment l'arrêté du 21 décembre 1979 ou celui du 30 mars 1994 sont en cours d'abrogation. Des critères de sécurité des denrées alimentaires et d'hygiène des procédés de fabrication ont donc été élaborés afin de définir leur acceptabilité. Vous trouverez dans les tableaux suivants un récapitulatif des critères concernant le lait et les produits laitiers et ci-dessous une première approche des conséquences sur les méthodes d'analyse.

### Conséquences sur les méthodes d'analyse à utiliser au niveau des laboratoires français :

#### - Conséquences sur les méthodes validées AFAQ AFNOR

**Dans l'article 5 paragraphe 5 alinéa 3, le règlement prévoit la reconnaissance des méthodes alternatives :**

*"Le recours à d'autres méthodes d'analyse est autorisé lorsque les méthodes sont validées par rapport à la méthode de référence définie dans l'annexe I et, s'il s'agit de méthodes commercialisées, certifiées par une tierce partie, conformément au protocole défini dans la norme EN ISO 16140 ou à d'autres protocoles analogues reconnus au niveau international."*

La DGAL a donc précisé dans la note de service du 20/02/06 :

*"Les méthodes alternatives validées par AFAQ-AFNOR Certification sont conformes aux dispositions de l'article 5 du règlement."*

Il reste cependant à définir plus clairement quels seront "les protocoles analogues à l'ISO 16140" qui pourront être pris en compte.

#### - Conséquences sur l'utilisation des méthodes de routine :

**Les méthodes de routine, normalisées uniquement au niveau national ne peuvent plus entrer dans le cadre fixé par cette nouvelle réglementation, puisqu'elles n'ont pas été validées par rapport aux méthodes normalisées par le CEN ou l'ISO.**

Ces normes de routine seront progressivement annulées par l'AFNOR, mais il semble difficile d'imposer leur non-utilisation dès le 1<sup>er</sup> janvier 2006. Une période transitoire sera certainement proposée par la DGAL pour permettre aux laboratoires de glisser progressivement vers les méthodes de référence. Un groupe de travail de l'AFNOR travaille actuellement sur les modalités de fixation de cette période transitoire en fonction de chaque norme de routine. Un délai sera également pris en compte lors de l'accréditation des laboratoires par le COFRAC.

## CONCLUSION

Dès sa parution, ce nouveau texte a suscité beaucoup d'interrogations. Tous les secteurs concernés, pouvoirs publics, AFNOR, laboratoires, industriels, entre autres, travaillent en ce moment pour essayer de coller au plus près à ce texte. Nous avons repris ici les premières conclusions concernant l'évolution des méthodes d'analyses, mais il reste encore à apporter beaucoup de précisions.

Un autre aspect qui n'a pas été abordé est que ce règlement s'appliquant surtout aux auto-contrôles, les méthodes à utiliser dans le cas de contrôles officiels restent à définir plus clairement.

Nous essaierons de suivre au plus près les évolutions sur ce sujet, et vous tiendrons informés si nécessaire dans "La Lettre de CECALAIT".



**Critères de sécurité des denrées alimentaires**

| Catégorie de denrées alimentaires   | Micro-organismes                | Plans d'échantillonnage <sup>(1)</sup> |   | Limites <sup>(2)</sup>           |   | Méthode d'analyse de référence <sup>(3)</sup>                       | Stade d'application du critère   |
|---|---------------------------------|--|---|----------------------------------|---|---|--|
|   |                                 | n                                      | c | m                                | M |   |  |
| Denrées alimentaires prêtes à être consommées destinées aux nourrissons et denrées alimentaires prêtes à être consommées destinées à des fins médicales spéciales <sup>(4)</sup>            | <i>Listeria monocytogenes</i>   | 10                                     | 0 | Absence dans 25 g                |   | EN/ISO 11290-1  | Produits mis sur le marché pendant leur durée de conservation                                      |
| Denrées alimentaires prêtes à être consommées permettant le développement de <i>L. monocytogenes</i> , autres que celles destinées aux nourrissons ou à des fins médicales spéciales        | <i>Listeria monocytogenes</i>   | 5                                      | 0 | 100 ufc/g <sup>(5)</sup>         |   | EN/ISO 11290-2 <sup>(6)</sup>                                       | Produits mis sur le marché pendant leur durée de conservation                                      |
|   |                                 | 5                                      | 0 | Absence dans 25 g <sup>(7)</sup> |   | EN/ISO 11290-1  | Avant que la denrée alimentaire n'ait quitté le contrôle immédiat de l'opérateur qui l'a fabriquée |
| Denrées alimentaires prêtes à être consommées ne permettant pas le développement de <i>L. monocytogenes</i> , autres que celles destinées aux nourrissons ou à des fins médicales spéciales | <i>Listeria monocytogenes</i>   | 5                                      | 0 | 100 ufc/g                        |   | EN/ISO 11290-2 <sup>(6)</sup>                                       | Produits mis sur le marché pendant leur durée de conservation                                      |
| Fromages, beurre et crème fabriqués à partir de lait cru ou de lait traité à une température inférieure à celle de la pasteurisation <sup>(10)</sup>  | <i>Salmonella</i>               | 5                                      | 0 | Absence dans 25 g                |   | EN/ISO 6579   | Produits mis sur le marché pendant leur durée de conservation                                      |
| Lait en poudre et lactosérum en poudre  | <i>Salmonella</i>               | 5                                      | 0 | Absence dans 25 g                |   | EN/ISO 6579   | Produits mis sur le marché pendant leur durée de conservation                                      |
| Crèmes glacées <sup>(11)</sup> , excepté les produits dont le procédé de fabrication ou la composition permettent de supprimer le risque salmonelles  | <i>Salmonella</i>               | 5                                      | 0 | Absence dans 25 g                |   | EN/ISO 6579   | Produits mis sur le marché pendant leur durée de conservation                                      |
| Fromages, lait en poudre et lactosérum en poudre, visés dans les critères staphylocoques à coagulase positive du tableau suivant  | Entérotoxines staphylococciques | 5                                      | 0 | Pas de détection dans 25 g       |   | Méthode européenne de dépistage du LCR pour le lait <sup>(13)</sup> | Produits mis sur le marché pendant leur durée de conservation                                      |

| Catégorie de denrées alimentaires   | Micro-organismes              | Plans d'échantillonnage <sup>(1)</sup> |   | Limites <sup>(2)</sup> |   | Méthode d'analyse de référence <sup>(3)</sup> | Stade d'application du critère                                |
|---|-------------------------------|--|---|------------------------|---|---|---|
|   |                               | n                                      | c | m                      | M |   |   |
| Préparations en poudre pour nourrissons et aliments diététiques en poudre destinés à des fins médicales spéciales pour nourrissons de moins de six mois, visées dans le critère applicable aux entérobactériacés du tableau suivant | <i>Salmonella</i>             | 30                                     | 0 | Absence dans 25 g      |   | EN/ISO 6579                                   | Produits mis sur le marché pendant leur durée de conservation |
| Préparations en poudre pour nourrissons et aliments diététiques en poudre destinés à des fins médicales spéciales pour nourrissons de moins de six mois, visées par le critère applicable aux entérobactériacés du tableau suivant  | <i>Enterobacter sakazakii</i> | 30                                     | 0 | Absence dans 10 g      |   | ISO/DTS 22964                                 | Produits mis sur le marché pendant leur durée de conservation |

(1) n = nombre d'unités constituant l'échantillon ; c = nombre maximal de résultats pouvant présenter des valeurs comprises entre m et M, pour le nombre d'échantillons n réalisé

(2) m = M

(3) Il y a lieu d'utiliser l'édition la plus récente de la norme

(4) Des essais périodiques fondés sur ce critère ne sont pas utiles, en temps normal, pour les denrées alimentaires prêtes à être consommées suivantes :

- denrées alimentaires ayant fait l'objet d'un traitement thermique ou d'une autre transformation efficace pour éliminer *L. monocytogenes*, lorsque la recontamination n'est pas possible après ce traitement (par exemple les produits traités thermiquement dans leur emballage final)

(5) Ce critère est applicable lorsque le fabricant est en mesure de démontrer, à la satisfaction de l'autorité compétente, que le produit respectera la limite de 100 ufc/g pendant la durée de conservation. L'exploitant peut fixer, pendant le procédé, des valeurs intermédiaires suffisamment basses pour garantir que la limite de 100 ufc/g ne sera pas dépassée au terme de la durée de conservation.

(6) 1 ml d'inoculum est déposé sur une boîte de Petri d'un diamètre de 140 mm ou sur trois boîtes de Petri d'un diamètre de 90 mm.

(7) Ce critère est applicable aux produits avant qu'ils ne quittent le contrôle immédiat de l'exploitant du secteur alimentaire, lorsque celui-ci n'est pas en mesure de démontrer, à la satisfaction de l'autorité compétente, que le produit respectera la limite de 100 ufc/g pendant toute la durée de conservation

(8) Les produits pour lesquels  $pH \leq 4,4$  ou  $a_w \leq 0,92$ , les produits pour lesquels  $pH \leq 5,0$  et  $a_w \leq 0,94$ , les produits à durée de conservation inférieure à cinq jours appartiennent automatiquement à cette catégorie. D'autres catégories de produits peuvent aussi appartenir à cette catégorie, sous réserve d'une justification scientifique.

(10) Excepté les produits pour lesquels le fabricant peut démontrer, à la satisfaction des autorités compétentes, qu'en raison du temps d'affinage et de la valeur  $a_w$  du produit, il n'y a aucun risque de contamination par les salmonelles

(11) Uniquement les crèmes glacées contenant des ingrédients laitiers

(13) Référence : Hennekinne et al., J. AOAC Internat. Vol 86, N° 2, 2003.

## Interprétation des résultats des analyses

Les limites indiquées s'appliquent à chaque unité d'échantillon analysée.

Les résultats des analyses révèlent la qualité microbiologique du lot contrôlé <sup>(1)</sup>.

*L. monocytogenes* dans les denrées alimentaires prêtes à être consommées destinées aux nourrissons et à des fins médicales spéciales :

- qualité satisfaisante lorsque toutes les valeurs observées indiquent l'absence de la bactérie,
- qualité insatisfaisante lorsque la présence de la bactérie est détectée dans une unité de l'échantillon.

*L. monocytogenes* dans les denrées alimentaires prêtes à être consommées permettant le développement de *L. monocytogenes* avant que la denrée alimentaire n'ait quitté le contrôle immédiat de l'opérateur qui l'a fabriquée, lorsque celui-ci n'est pas en mesure de démontrer que ces produits ne dépasseront pas la valeur limite de 100 ufc/g pendant leur durée de conservation :

- qualité satisfaisante lorsque toutes les valeurs observées indiquent l'absence de la bactérie,
- qualité insatisfaisante lorsque la bactérie est détectée dans une unité de l'échantillon.

*L. monocytogenes* dans les autres denrées alimentaires prêtes à être consommées :

- qualité satisfaisante lorsque toutes les valeurs observées sont  $\leq$  à la limite,
- qualité insatisfaisante lorsque l'une des valeurs est  $>$  à la limite.

*Salmonella* dans les différentes catégories de denrées alimentaires :

- qualité satisfaisante lorsque toutes les valeurs observées indiquent l'absence de la bactérie,
- qualité insatisfaisante lorsque la présence de la bactérie est détectée dans une unité de l'échantillon.

Entérotoxines staphylococciques dans les produits laitiers :

- qualité satisfaisante lorsque ces entérotoxines ne sont pas détectées dans aucune unité de l'échantillon,
- qualité insatisfaisante lorsque ces entérotoxines sont détectées dans une unité de l'échantillon.

*Enterobacter sakazakii* dans les préparations en poudre pour nourrissons et aliments diététiques en poudre destinés à des fins médicales spéciales pour nourrissons de moins de six mois :

- qualité satisfaisante lorsque toutes les valeurs observées indiquent l'absence de la bactérie,
- qualité insatisfaisante lorsque la présence de la bactérie est détectée dans une unité de l'échantillon.

(1) Les résultats des analyses peuvent aussi être utilisés pour démontrer l'efficacité de l'application du système HACCP ou des bonnes pratiques d'hygiène dans le cadre du procédé.

**Critères d'hygiène des procédés – Lait et produits laitiers**

| Catégorie de denrées alimentaires   | Micro-organismes                    | Plans d'échantillonnage <sup>(1)</sup> |   | Limites <sup>(2)</sup> |                       | Méthode d'analyse de référence <sup>(3)</sup> | Stade d'application du critère  | Action en cas de résultats insatisfaisants   |
|---|-------------------------------------|--|---|------------------------|-----------------------|---|---|--|
|   |                                     | n                                      | c | m                      | M                     |   |   |  |
| Lait pasteurisé et autres produits laitiers liquides pasteurisés  | <i>Enterobacteriaceae</i>           | 5                                      | 2 | < 1 ufc/ml             | 5 ufc/ml              | ISO 21528-1                                   | Fin du procédé de fabrication   | Contrôle de l'efficacité du traitement thermique et prévention de la recontamination et contrôle de la qualité des matières premières  |
| Fromages à base de lait ou de lactosérum ayant subi un traitement thermique   | <i>E. coli</i> <sup>(5)</sup>       | 5                                      | 2 | 100 ufc/g              | 1000 ufc/g            | ISO 16649-1 ou 2                              | Pendant le procédé de fabrication, au moment où l'on prévoit le nombre d' <i>E. coli</i> le plus élevé <sup>(6)</sup>       | Améliorations de l'hygiène de la production et de la sélection des matières premières  |
| Fromages au lait cru  | Staphylocoques à coagulase positive | 5                                      | 2 | 10 <sup>4</sup> ufc/g  | 10 <sup>5</sup> ufc/g | EN/ISO 6888-2                                 | Pendant le procédé de fabrication, au moment où l'on prévoit le nombre de staphylocoques à coagulase positive le plus élevé | Améliorations de l'hygiène de la production et de la sélection des matières premières. Lorsque des valeurs > 10 <sup>5</sup> ufc/g sont détectées, le lot de fromages doit faire l'objet d'une recherche des entérotoxines staphylococciques |
| Fromages à base de lait ayant subi un traitement thermique moins fort que la pasteurisation <sup>(7)</sup> et fromages affinés à base de lait ou de lactosérum pasteurisés ou ayant subi un traitement thermique plus fort que la pasteurisation <sup>(7)</sup> | Staphylocoques à coagulase positive | 5                                      | 2 | 100 ufc/g              | 1000 ufc/g            | EN/ISO 6888-1 ou 2                            |   |  |
| Fromages à pâte molle non affinés (fromage frais) à base de lait ou de lactosérum pasteurisés ou ayant subi un traitement thermique plus fort que la pasteurisation <sup>(7)</sup>  | Staphylocoques à coagulase positive | 5                                      | 2 | 10 ufc/g               | 100 ufc/g             | EN/ISO 6888-1 ou 2                            | Fin du procédé de fabrication   | Améliorations de l'hygiène de la production. Lorsque des valeurs > 10 <sup>5</sup> ufc/g sont détectées, le lot de fromages doit faire l'objet d'une recherche des entérotoxines staphylococciques   |
| Beurre et crème au lait cru ayant subi un traitement thermique plus faible que la pasteurisation  | <i>E. coli</i> <sup>(5)</sup>       | 5                                      | 2 | 10 ufc/g               | 100 ufc/g             | ISO 16649-1 ou 2                              | Fin du procédé de fabrication   | Amélioration de l'hygiène de production et de la sélection des matières premières  |

| Catégorie de denrées alimentaires   | Micro-organismes                    | Plans d'échantillonnage <sup>(1)</sup> |   | Limites <sup>(2)</sup> |           | Méthode d'analyse de référence <sup>(3)</sup> | Stade d'application du critère | Action en cas de résultats insatisfaisants  |
|---|-------------------------------------|--|---|------------------------|-----------|---|--------------------------------|---|
|   |                                     | n                                      | c | m                      | M         |   |                                |   |
| Lait en poudre et lactosérum en poudre <sup>(4)</sup>   | <i>Enterobacteriaceae</i>           | 5                                      | 0 | 10 ufc/g               |           | ISO 21528-1                                   | Fin du procédé de fabrication  | Contrôle de l'efficacité du traitement thermique et prévention de la recontamination  |
|   | Staphylocoques à coagulase positive | 5                                      | 2 | 10 ufc/g               | 100 ufc/g | EN/ISO 6888-1 ou 2                            | Fin du procédé de fabrication  | Amélioration de l'hygiène de production. Lorsque les valeurs > 10 <sup>5</sup> ufc/g sont détectées, le lot de fromages doit faire l'objet d'une recherche des entérotoxines staphylococciques  |
| Crèmes glacées <sup>(8)</sup> et desserts lactés congelés   | <i>Enterobacteriaceae</i>           | 5                                      | 2 | 10 ufc/g               | 100 ufc/g | ISO 21528-2                                   | Fin du procédé de fabrication  | Amélioration de l'hygiène de production   |
| Préparations en poudre pour nourrissons et aliments diététiques en poudre destinés à des fins médicales spéciales pour nourrissons de moins de six mois | <i>Enterobacteriaceae</i>           | 10                                     | 0 | Absence dans 10 g      |           | ISO 21528-1                                   | Fin du procédé de fabrication  | Améliorations de l'hygiène de production destinées à réduire la contamination. Lorsque des <i>Enterobacteriaceae</i> sont détectés dans une seule unité d'échantillonnage, le lot doit faire l'objet d'une recherche d' <i>E. sakazakii</i> et de <i>Salmonella</i> |

(1) n = nombre d'unités constituant l'échantillon; c = nombre maximal de résultats pouvant présenter des valeurs comprises entre m et M, pour le nombre d'échantillons n réalisé

(2) Pour ce point, m = M

(3) Il convient d'utiliser l'édition la plus récente de la norme

(4) Ce critère ne s'applique pas aux produits destinés à être encore transformés dans le secteur alimentaire

(5) *E. coli* est utilisée ici comme indicateur du niveau d'hygiène

(6) Pour les fromages ne permettant pas le développement d'*E. coli*, le nombre d'*E. coli* est généralement le plus élevé au début de la période d'affinage, et pour les fromages permettant le développement d'*E. coli*, il l'est en principe à la fin de la période d'affinage

(7) A l'exception des fromages pour lesquels le fabricant peut démontrer, à la satisfaction des autorités compétentes, qu'ils ne présentent aucun risque de contamination par entérotoxines staphylococciques

(8) Uniquement les crèmes glacées contenant des ingrédients lactés

## Interprétation des résultats des analyses

Les limites indiquées s'appliquent à chaque unité d'échantillon analysée.

Les résultats des analyses révèlent la qualité microbiologique du procédé contrôlé.

*Enterobacteriaceae* dans les préparations en poudre pour nourrissons et aliments diététiques destinés à des fins médicales spéciales pour nourrissons de moins de six mois :

- qualité satisfaisante lorsque toutes les valeurs observées indiquent l'absence de la bactérie,
- qualité insatisfaisante lorsque la présence de la bactérie est détectée dans une unité de l'échantillon.

*E. coli*, entérobactéries (autres catégories de denrées alimentaires) et staphylocoques à coagulase positive :

- qualité satisfaisante lorsque toutes les valeurs observées sont  $\leq m$ ,
- qualité acceptable lorsqu'un maximum de  $c/n$  valeurs se situe entre  $m$  et  $M$ , et que le reste des valeurs observées est  $\leq m$ ,
- qualité insatisfaisante lorsqu'une ou plusieurs valeurs observées sont  $> M$  ou lorsque plus de  $c/n$  valeurs se situent entre  $m$  et  $M$ .

# NORMES, PROJETS DE NORMES

Classement alphabétique par thème (partie grisée)

## 1.1 - Projets de normes AFNOR

| <b>LAIT / BOISSONS A BASE DE LAIT</b>            |   |   |
|--|---|---|
| LAIT / BOISSONS A<br>BASE DE LAIT<br>PHOSPHATASE | Projet V 04-058<br>(PR NF EN ISO 22160)<br>Janvier 2006   | LAIT ET BOISSONS A BASE DE LAIT<br>Détermination de l'activité de la phosphatase alcaline –<br>Méthode par phosphoactivation enzymatique  |
| <b>LAIT / PRODUITS LAITIERS</b>                  |   |   |
| LAIT / PRODUITS<br>LAITIERS<br>LACTOSE           | Projet V 04-028<br>(PR NF ISO 22662)<br>Février 2006      | LAIT ET PRODUITS LAITIERS<br>Détermination de la teneur en lactose par chromatographie<br>liquide haute performance (méthode de référence)  |
| <b>MICROBIOLOGIE DES ALIMENTS</b>                |   |   |
| SALMONELLA /<br>METHODE<br>HORIZONTALE           | Projet V 08-013/A1<br>(PR NF ISO 6579/A1)<br>Février 2006 | MICROBIOLOGIE DES ALIMENTS<br>Méthode horizontale pour la recherche des <i>Salmonella</i> spp.<br>Amendement 1 annexe D : recherche de <i>Salmonella</i> spp. dans<br>les matières fécales des animaux et dans des échantillons au<br>stade de la production primaire |

## 2.1 - AFNOR normes parues

| <b>HYGIENE</b>                       |   |   |
|--------------------------------------|---|---|
| HYGIENE /<br>DENREES<br>ALIMENTAIRES | V 01-001<br>Mars 2006                         | HYGIENE DES DENREES ALIMENTAIRES ET DES<br>ALIMENTS POUR ANIMAUX<br>Methodologie pour l'élaboration des guides de bonnes<br>pratiques d'hygiène et d'application des principes HACCP  |
| <b>LAIT</b>                          |   |   |
| LAIT /<br>QUALITE<br>BACTERIOLOGIQUE | V 04-055<br>(NF EN ISO 21187)<br>Janvier 2006 | LAIT<br>Mesure quantitative de la qualité bactériologique – Lignes<br>directrices pour établir et vérifier une relation de conversion<br>entre les résultats de la méthode de routine et les résultats de<br>la méthode d'ancrage |

## 2.2 - ISO normes parues

| <b>LAIT</b>                                   |   |   |
|---|---|---|
| LAIT<br>PHOSPHORE                             | ISO 9874 : 2006<br>(FIL 42)<br>Février 2006                                       | LAIT<br>Détermination de la teneur en phosphore total – Méthode par<br>spectrométrie d'absorption moléculaire   |
| <b>LAIT / PRODUITS LAITIERS</b>               |   |   |
| LAIT / PRODUITS<br>LAITIERS<br><i>E. COLI</i> | ISO 11866-1 : 2005<br>ISO 11866-2 : 2005<br>(FIL 170-1 et 170-2)<br>Décembre 2005 | LAIT ET PRODUITS LAITIERS<br>Dénombrement d' <i>Escherichia coli</i> présumés<br>Partie 1 : technique du nombre le plus probable avec<br>utilisation de 4-méthylumbelliféryl-β-D-glucuronide (MUG)<br>Partie 2 : technique par comptage des colonies obtenues sur<br>membranes à 44°C |

|   |   |  |
|---|---|--|
| LAIT / PRODUITS LAITIERS<br><i>ENTEROBACTER SAKAZAKII</i> | ISO/TS 22964:2006<br>(FIL/RM 210)<br>Février 2006 | LAIT ET PRODUITS LAITIERS<br>Détection de l' <i>Enterobacter sakazakii</i>   |
| <b>LAIT SEC / PRODUITS LAITIERS EN POUDRE</b>             |   |  |
| LAIT SEC / PRODUITS LAITIERS EN POUDRE<br>MASSE VOLUMIQUE | ISO 8967 : 2005<br>(FIL 134)<br>Décembre 2005     | LAIT SEC ET PRODUITS LAITIERS EN POUDRE<br>Détermination de la masse volumique   |
| <b>MATIERE GRASSE ANHYDRE DU LAIT</b>                     |   |  |
| MATIERE GRASSE / LAIT<br>STEROL / METHODE DE REFERENCE    | ISO 12078 : 2006<br>(FIL 159)<br>Février 2006     | MATIERE GRASSE LAITIERE ANHYDRE<br>Détermination de la composition stérolique par chromatographie liquide en phase gazeuse (méthode de référence)  |
| MATIERE GRASSE / LAIT<br>STEROL / METHODE DE ROUTINE      | ISO 18252 : 2006<br>(FIL 200)<br>Février 2006     | MATIERE GRASSE LAITIERE ANHYDRE<br>Détermination de la composition stérolique par chromatographie liquide en phase gazeuse (méthode de routine)  |
| <b>MICROBIOLOGIE DES ALIMENTS</b>                         |   |  |
| COLIFORMES / METHODE HORIZONTALE                          | ISO 4832 : 2006                                   | MICROBIOLOGIE DES ALIMENTS<br>Méthode horizontale pour le dénombrement des coliformes – Méthode par comptage des colonies  |
| <i>CAMPYLOBACTER</i> / METHODE HORIZONTALE                | ISO 10272-1 : 2006<br>Janvier 2006                | MICROBIOLOGIE DES ALIMENTS<br>Méthode horizontale pour la recherche et le dénombrement des <i>Campylobacter</i> spp.<br>Partie 1 : méthode de recherche                                  |
| <i>BACILLUS CEREUS</i> / METHODE HORIZONTALE              | ISO 21871 : 2006<br>Janvier 2006                  | MICROBIOLOGIE DES ALIMENTS<br>Méthode horizontale pour le dénombrement de <i>Bacillus cereus</i> présumés en petit nombre – Technique du nombre le plus probable et méthode de recherche |
| INCERTITUDES / DETERMINATIONS QUANTITATIVES               | ISO/TS 19036 : 2006                               | MICROBIOLOGIE DES ALIMENTS<br>Lignes directrices pour l'estimation de l'incertitude de mesure pour les déterminations quantitatives  |

## CONGRES – SALONS – COLLOQUES

Classement par ordre alphabétique

### **NORMALISATION**

29 – 2 juin 2006  
Vilnius, Lituanie

Semaine analytique FIL / ISO

<http://www.fil-idf.org>

### **SALMONELLES**

10 – 12 mai 2006  
Saint-Malo

4<sup>ème</sup> symposium international sur  
les salmonelles et les salmonelloses

<http://www.zoopole.com/ispaia/i3s2006>



## REVUE DE PRESSE – REVUE DU NET

### Classement alphabétique des mots-clés

#### **CAMPYLOBACTER JEJUNI**

##### **New PCR method to detect *Campylobacter jejuni***

<http://www.ap-foodtechnology.com/news/ng.asp?n=65264-c-jejuni-food-safety>

► Des chercheurs chinois ont mis au point une nouvelle méthode basée sur la PCR capable de détecter la bactérie *Campylobacter jejuni*.

#### **HYGIENE**

##### **Note de service de la DGAL : DGAL/SDSSA/N2006-8001 du 29 décembre 2005**

<http://www.agriculture.gouv.fr/spip/IMG/pdf/dgaln20068001z.pdf>

► Cette note de service présente les répertoires réglementaires thématiques relevant du secteur des établissements de production et de transformation, élaborés pour faciliter la lecture des règlements du paquet hygiène.

#### **HYGIENE**

##### **Note de service de la DGAL : DGAL/SDSSA/N2006-8026 du 6 janvier 2006**

<http://www.agriculture.gouv.fr/spip/IMG/pdf/dgaln20068026z.pdf>

► Cette note rappelle succinctement l'état des réglementations communautaires et nationales relatives à la mise en œuvre des règlements du

"Paquet hygiène" au 1<sup>er</sup> janvier 2006, dans l'attente de l'adoption des textes nationaux révisés.

#### **HYGIENE**

##### **Note de service de la DGAL : DGAL/SDSSA/N2006-8048 du 20 février 2006**

<http://www.agriculture.gouv.fr/spip/IMG/pdf/dgaln20068048z.pdf>

► Cette note présente les premiers éléments concernant l'entrée en vigueur et l'entrée en application du règlement (CE) 2073/2005 de la Commission du 15 novembre 2005 concernant les critères microbiologiques applicables aux denrées alimentaires.

#### **PESTICIDES/ RESIDUS**

##### **Avis de l'Agence française de sécurité sanitaire des aliments sur un projet d'arrêté relatif au retrait de la consommation humaine des denrées alimentaires d'origine animale contaminées par des résidus de pesticides**

<http://www.afssa.fr/Ftp/Afssa/33428-33429.pdf>

► L'AFSSA a émis à un avis favorable au projet d'arrêté concernant la fixation et la modification des teneurs maximales en résidus pour un certain nombre de pesticides.

## NOUVEAUTES DANS LA REGLEMENTATION : FRANCE

Dans les tableaux suivants, le classement est établi par ordre alphabétique du premier mot-clé

|   |
|---|
| <b>PAIEMENT DU LAIT / METHODES D'ANALYSES</b>   |
| <b>J.O. n° 59 du 10 mars 2006</b> – Avis relatif aux méthodes d'analyses utilisables aux fins de paiement du lait de vache en fonction de sa composition et de sa qualité<br><a href="http://www.legifrance.gouv.fr/WAspad/UnTexteDeJorf?numjo=AGR0600366V">http://www.legifrance.gouv.fr/WAspad/UnTexteDeJorf?numjo=AGR0600366V</a>  |
| <b>PESTICIDES / RESIDUS / ALIMENT</b>   |
| <b>J.O. n° 40 du 16 février 2006</b> – Arrêté du 30 décembre 2005 modifiant l'arrêté du 5 décembre 1994 modifié relatif au retrait de la consommation humaine des denrées alimentaires d'origine animale contaminées par des résidus de pesticides<br><a href="http://www.legifrance.gouv.fr/WAspad/UnTexteDeJorf?numjo=AGR0600118A">http://www.legifrance.gouv.fr/WAspad/UnTexteDeJorf?numjo=AGR0600118A</a> |

## PRELEVEMENT D'ECHANTILLONS / METHODES D'ANALYSE

**J.O. n° 30 du 4 février 2006** – Arrêté du 2 février 2006 pris pour l'application du code de la consommation et fixant les modes de prélèvement d'échantillons et les méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en plomb, cadmium, mercure et 3-MCPD dans certaines denrées alimentaires

<http://www.legifrance.gouv.fr/WAspad/UnTexteDeJorf?numjo=ECOC0600016A>

**J.O. n° 30 du 4 février 2006** – Arrêté du 2 février 2006 pris pour l'application du code de la consommation et fixant les modes de prélèvement d'échantillons et les méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en ochratoxine A dans certaines denrées alimentaires

<http://www.legifrance.gouv.fr/WAspad/UnTexteDeJorf?numjo=ECOC0600017A>

**J.O. n° 30 du 4 février 2006** – Arrêté du 2 février 2006 pris pour l'application du code de la consommation et fixant les modes de prélèvement d'échantillons et les méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en benzo(a)pyrène dans certaines denrées alimentaires

<http://www.legifrance.gouv.fr/WAspad/UnTexteDeJorf?numjo=ECOC0600018A>

## NOUVEAUTES DANS LA REGLEMENTATION : UNION EUROPEENNE

Le classement est établi par ordre alphabétique du premier mot-clé

### CONTAMINANTS / DIOXINES / PCB

**J.O.U.E. L 32 du 4 février 2006** – Règlement (CE) n° 199/2006 de la Commission du 3 février 2006 portant fixation de teneurs maximales pour certains contaminants dans les denrées alimentaires, en ce qui concerne les dioxines et les PCB de type dioxine

[http://europa.eu.int/eur-lex/lex/LexUriServ/site/fr/oj/2006/l\\_032/l\\_03220060204fr00340038.pdf](http://europa.eu.int/eur-lex/lex/LexUriServ/site/fr/oj/2006/l_032/l_03220060204fr00340038.pdf)

### DIOXINES / ALIMENT

**J.O.U.E. L 42 du 14 février 2006** – Recommandation de la Commission du 6 février 2006 sur la réduction de la présence de dioxines, de furannes et de PCB dans les aliments pour animaux et les denrées alimentaires

[http://europa.eu.int/eur-lex/lex/LexUriServ/site/fr/oj/2006/l\\_042/l\\_04220060214fr00260028.pdf](http://europa.eu.int/eur-lex/lex/LexUriServ/site/fr/oj/2006/l_042/l_04220060214fr00260028.pdf)

### HYGIENE / CONTROLE / ALIMENT

**J.O.U.E. L 338 du 22 décembre 2005** – Règlement (CE) n° 2076/2005 de la Commission du 5 décembre 2005 portant dispositions d'application transitoires des règlements (CE) n° 853/2004, (CE) n° 854/2004 et (CE) n° 882/2004 du Parlement européen et du Conseil et modifiant les règlements (CE) n° 853/2004 et (CE) n° 854/2004

[http://europa.eu.int/eur-lex/lex/LexUriServ/site/fr/oj/2005/l\\_338/l\\_33820051222fr00830088.pdf](http://europa.eu.int/eur-lex/lex/LexUriServ/site/fr/oj/2005/l_338/l_33820051222fr00830088.pdf)

**J.O.U.E. L 54 du 24 février 2006** – Règlement (CE) n° 322/2005 de la Commission du 23 février 2006 modifiant le règlement (CE) n° 1043/2005 en raison des dispositions relatives à l'hygiène des denrées alimentaires d'origine animale prévues par le règlement (CE) n° 852/2004 du Parlement européen et du Conseil et par le règlement (CE) n° 853/2004 du Parlement européen et du Conseil

[http://europa.eu.int/eur-lex/lex/LexUriServ/site/fr/oj/2006/l\\_054/l\\_05420060224fr00030004.pdf](http://europa.eu.int/eur-lex/lex/LexUriServ/site/fr/oj/2006/l_054/l_05420060224fr00030004.pdf)

### MEDICAMENTS VETERINAIRES / LMR / ALIMENTS

**J.O.U.E. L 3 du 6 janvier 2006** – Règlement (CE) n° 6/2006 de la Commission du 5 janvier 2006 modifiant les annexes I et II du règlement (CEE) n° 2377/90 du Conseil établissant une procédure communautaire pour la fixation des limites maximales de résidus de médicaments vétérinaires dans les aliments d'origine animale en ce qui concerne la dihydrostreptomycine, le sodium de tosylchloramide et *Piceae turiones recentes extractum*

[http://europa.eu.int/eur-lex/lex/LexUriServ/site/fr/oj/2006/l\\_003/l\\_00320060106fr00030005.pdf](http://europa.eu.int/eur-lex/lex/LexUriServ/site/fr/oj/2006/l_003/l_00320060106fr00030005.pdf)

**J.O.U.E. L 34 du 7 février 2006** – Règlement (CE) n° 205/2006 de la Commission du 6 février 2006 modifiant les annexes I et II du règlement (CEE) n° 2377/90 du Conseil établissant une procédure communautaire pour la fixation des limites maximales de résidus de médicaments vétérinaires dans les aliments d'origine animale en ce qui concerne le toltrazuril, le diéthylène glycol monoéthyléther et le monooléate de polyoxyéthylène sorbitane

[http://europa.eu.int/eur-lex/lex/LexUriServ/site/fr/oj/2006/l\\_034/l\\_03420060207fr00210023.pdf](http://europa.eu.int/eur-lex/lex/LexUriServ/site/fr/oj/2006/l_034/l_03420060207fr00210023.pdf)

**MICROBIOLOGIE / ALIMENT**

**J.O.U.E. L 338 du 22 décembre 2005** – Règlement (CE) n° 2073/2005 de la Commission du 15 novembre 2005 concernant les critères microbiologiques applicables aux denrées alimentaires

[http://europa.eu.int/eur-lex/lex/LexUriServ/site/fr/oj/2005/l\\_338/l\\_33820051222fr00010026.pdf](http://europa.eu.int/eur-lex/lex/LexUriServ/site/fr/oj/2005/l_338/l_33820051222fr00010026.pdf)

**MYCOTOXINES / ALIMENT**

**J.O.U.E. L 70 du 9 mars 2006** – Règlement (CE) n° 401/2006 de la Commission du 23 février 2006 portant fixation des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en mycotoxines des denrées alimentaires

[http://europa.eu.int/eur-lex/lex/LexUriServ/site/fr/oj/2006/l\\_070/l\\_07020060309fr00120034.pdf](http://europa.eu.int/eur-lex/lex/LexUriServ/site/fr/oj/2006/l_070/l_07020060309fr00120034.pdf)

**PESTICIDES / RESIDUS / LIMITES MAXIMALES**

**J.O.U.E. L 29 du 2 février 2006** – Règlement (CE) n° 178/2006 de la Commission du 1<sup>er</sup> février 2006 modifiant le règlement (CE) n° 396/2005 du Parlement européen et du Conseil par l'établissement d'une annexe I énumérant les denrées alimentaires et aliments pour animaux dont la teneur en résidus de pesticides est soumise à des limites maximales

[http://europa.eu.int/eur-lex/lex/LexUriServ/site/fr/oj/2006/l\\_029/l\\_02920060202fr00030025.pdf](http://europa.eu.int/eur-lex/lex/LexUriServ/site/fr/oj/2006/l_029/l_02920060202fr00030025.pdf)

**J.O.U.E. L 75 du 14 mars 2006** – Directive 2006/30/CE de la Commission du 13 mars 2006 modifiant les annexes des directives du Conseil 86/362/CEE, 86/363/CEE et 90/642/CEE en ce qui concerne les teneurs maximales en résidus pour le groupe bénomyl

[http://europa.eu.int/eur-lex/lex/LexUriServ/site/fr/oj/2006/l\\_075/l\\_07520060314fr00070016.pdf](http://europa.eu.int/eur-lex/lex/LexUriServ/site/fr/oj/2006/l_075/l_07520060314fr00070016.pdf)

La Lettre de CECALAIT est éditée par CECALAIT, B.P. 70129, 39802 POLIGNY CEDEX  
CECALAIT : association. Président : Marcel DENIEUL ; Vice-Président : Emmanuel MALLO;  
Trésorier : Jacques DELACROIX; Secrétaire : Pascaline GARNOT ; Directeur : Hugues DAMOUR

Directeur de la publication : Marcel DENIEUL

Créatrice : Annette BAPTISTE

Maquette : A. BAPTISTE, I. BECAR

Responsable de la rédaction : Carine TROUTET - E-mail : c.troutet@cecalait.fr

Ont collaboré à ce numéro : P. ROLLIER, O. LERAY

Relecture : H. DAMOUR, O. LERAY, P. ROLLIER, Ph. TROSSAT

Rédaction achevée le 27 mars 2006

Impression : CECALAIT, B.P. 70129, 39802 POLIGNY CEDEX - Tél. : 03.84.73.63.20 - Télécopie : 03.84.73.63.29

<http://www.cecalait.fr>

1<sup>er</sup> trimestre 2006

Dépôt légal : à parution

ISSN 1298-6976