

CENTRE D'EXPERTISE ET DE CONTROLE DES ANALYSES LAITIÈRES

2005
1 er trimestre
N°52

LA LETTRE DE CECALAIT

Brèves – Nouveaux matériaux de référence - Incertitudes	1
L'activité de normalisation internationale de CECALAIT	1-8
Normes, projets de normes	9-12
Validations AFNOR	12-14
Réglementation : France, Union européenne	14-15
Librairie : nouvelles parutions	16
Revue de presse – Revue du net	16-17
Congrès, salons, colloques	17
Références bibliographiques avec table des matières, mots clés	annexe

BREVES

Nouveaux matériaux de référence

Pour répondre aux besoins exprimés par de nombreux laboratoires lors de l'enquête de besoins de juillet 2004, nous vous proposons, depuis ce début d'année, de nouveaux matériaux de référence en microbiologie. Ils sont destinés au contrôle pour la numération d'Escherichia coli et de Staphylocoque coagulase positive.

Les échantillons se présentent sous forme lyophilisés. Ils doivent être reconstitués selon un protocole et à l'aide d'un diluant fournis avec les échantillons. Vous avez la possibilité de vous inscrire pour un des critères ou pour les deux, soit annuellement soit pour des envois ponctuels au cours de l'année.

Pour toute information complémentaire, vous pouvez vous reporter aux pages 39, 49 et 50 de notre catalogue de services. Nous espérons que vous serez nombreux à utiliser ces nouveaux échantillons et restons à votre disposition pour tout renseignement sur ce sujet.

Incertitudes

A partir des envois du mois d'avril, une valeur d'incertitude sera associée à la valeur de référence pour la plupart des E.T.G. Une note explicative sera jointe au rapport de résultat pour préciser les modalités d'estimation retenues ainsi que l'utilisation possible de cette valeur.

L'ACTIVITE DE NORMALISATION INTERNATIONALE DE CECALAIT

Début 2000 CECALAIT opère un redéploiement de ses experts dans des activités de normalisation pour aider la filière laitière à répondre à la profonde mutation engendrée par la mondialisation des échanges commerciaux. Les années 90 ont été témoin d'importants changements dans le domaine de l'analyse laitière et les objectifs actuels sont de produire des normes méthodes d'analyse munies de caractéristiques de fidélité établies dans des conditions normalisées pour répondre aux besoins de l'assurance qualité analytique et fournir les éléments normatifs nécessaires au Codex Alimentarius dans le cadre des échanges commerciaux internationaux.

INTRODUCTION

A sa création en 1990, parallèlement aux activités de services qu'il hérite de l'INRA et développe, CECALAIT reprend la mission de normalisation de méthodes d'analyse lait et produits laitiers menée par l'Institut de l'Elevage de paire avec les scientifiques de l'INRA-SRTAL à Poligny. A l'époque cette activité reste focalisée sur les méthodes classiques d'analyses physico-chimiques d'analyse du lait, les outils statistiques de calibrage et de contrôle et l'assurance qualité d'intérêt pour le paiement du lait et le contrôle laitier. La microbiologie n'est alors pas couverte si ce n'est au niveau des appareils automatiques de numération de germes.

EVOLUTION DES BESOINS DE NORMALISATION

Avec l'internationalisation grandissante des échanges commerciaux, la confiance dans les caractéristiques annoncées des produits laitiers est amenée à être renforcée. Les années 90 sont caractérisées par la montée en puissance de l'assurance qualité et notamment dans le domaine de l'analyse, de la mise en place de systèmes et structures d'harmonisation des laboratoires par le biais d'essais d'aptitude et de matériaux de référence.

Une réflexion sur les conditions d'une reconnaissance mutuelle des systèmes nationaux et l'équivalence des essais d'aptitude entre pays commence à être menée avec l'initiative des premiers réseaux internationaux de laboratoires de référence dans le secteur laitier. Cette harmonisation reste toujours d'actualité.

Au niveau de la normalisation des méthodes d'analyse, les normes de méthodes vont devoir donner la possibilité aux laboratoires d'accompagner leurs résultats de valeurs d'incertitude, justifiant l'obligation de produire systématiquement des valeurs de fidélité (répétabilité et reproductibilité) dans les textes de normes. Celles-ci doivent être établies dans des conditions parfaitement maîtrisées selon des protocoles normalisés. Si les méthodes physico-chimiques quantitatives disposent référentiels, les définitions de caractéristiques analytiques adaptées aux méthodes qualitatives ou microbiologiques binaires les méthodes quantitatives ainsi que des protocoles d'évaluation de la fidélité appropriés restent encore à établir et à normaliser. Un grand chantier est ouvert puisque l'ensemble des normes microbiologiques est à compléter de valeurs de fidélité et que, parallèlement, nombre de normes de méthodes physico-chimiques qui ne disposent pas encore de valeurs de fidélité (ou de valeurs établies dans des conditions validées) restent à pourvoir, ce qui va demander des mises à jour importantes lors des révisions.

Sur le plan analytique propre, des avancées méthodologiques importantes sont réalisées dans le domaine du calibrage et du contrôle des appareils automatiques d'analyse du lait. De même des méthodes nouvelles apparaissent - méthodes fluoro-opto-électroniques par cytométrie en flux, spectrométrie infra rouge à Transformée de Fourrier, pH-métrie différentielle, etc - qui vont devoir être prises en compte par la normalisation.

Les méthodes de biologie moléculaire à l'exemple de la PCR se développent pour répondre à la problématique des risques alimentaires et de la sécurité des consommateurs et sont à l'origine du développement de nombreuses applications dans le domaine de la détection et la caractérisation des germes pathogènes.

Dans le domaine des antibiotiques, devant la diversité croissante des molécules utilisées, la réglementation santé du consommateur fixe des limites maximales en résidus (LMR) dans les produits laitiers ce qui donne lieu à une multiplication des méthodes rapides de détection et a justifié le développement d'un référentiel d'évaluation spécifique par la FIL. De même, face au développement croissant des méthodes alternatives rapides en microbiologie des germes pathogènes, l'ISO s'est vue dans l'obligation de développer une norme internationale pour leur validation. Parallèlement, le Codex promeut une « approche critère » pour pallier la carence en matière de méthodes de référence dans certains domaines. Celle-ci permet de s'affranchir d'une méthode normalisée ISO à travers la caractérisation de méthodes internes à partir de critères définis (linéarité, spécificité, fidélité, etc).

Aussi les années 90 constituent-elles une période de profond changement qui débouche sur une nouvelle organisation à l'aube de l'an 2000, avec l'ouverture de nombreux chantiers encore en cours en 2005.

REORGANISATION DE LA FIL & REDEPLOIEMENT DES EXPERTS DE CECALAIT

Tandis que l'année 2000 voit la mise en place du Nouveau Plan Stratégique de la FIL avec une nouvelle organisation de son activité de normalisation des méthodes d'analyse, CECALAIT reçoit mandat de l'interprofession laitière (CNIEL) pour assurer une participation active aux travaux de normalisation de la FIL et de l'AFNOR, mission assurée sous couvert d'une convention entre les deux organismes. Désormais trois ingénieurs s'investissent pour une part de leur temps dans des activités de normalisation nationales et internationales.

LE PAYSAGE DE LA NORMALISATION INTERNATIONALE

La **Fédération Internationale de Laiterie (FIL)** assure un travail de production de définitions, recommandations et méthodes diverses qui font office de normes particulières pour la filière laitière avec, notamment une production de méthodes d'analyse adaptées aux spécificités des produits laitiers. Les normes filières ainsi produites servent alors aux organismes laitiers adhérents des pays membres.

Parallèlement, la normalisation internationale, l'**Organisation Internationale de Normalisation** (**ISO**), produit des normes de méthodes d'analyses avec une vocation beaucoup plus large puisqu'elle couvre la plupart des secteurs d'activité économique. L'ISO est constituée de l'association des organismes de normalisation nationaux et ses normes font généralement référence dans les pays membres auprès des organismes officiels. La normalisation ISO des méthodes d'analyse du lait et des produits laitiers est assurée par les comités techniques TC 34/SC 5 pour les méthodes physico-chimiques et TC 34/SC 9 pour les méthodes microbiologiques.

La généralisation des échanges internationaux intensifie les besoins en matière de définition de règles communes dans le cadre du commerce international. Le Codex Alimentarius (Codex) qui réunit les organismes gouvernementaux des pays de l'OMC assure ce rôle. Le Codex dispose d'un organe spécialement dédié aux méthodes d'analyse la Commission Codex Méthodes d'Analyse Echantillonnage (CCMAS) avec pour le secteur laitier la sous-division Commission Codex Lait et Produits Laitiers (CCMMP). Ces commissions sont constituées d'experts représentant les différents pays membres. La FIL est représentée dans chacune d'elles. Le Codex n'a pas vocation à créer des normes et reprend les textes de normes élaborés par la FIL pour le secteur laitier et l'ISO.

De même, avec la concrétisation du libre échange européen, l'Union Européenne a dû définir un cadre normatif à appliquer dans le cadre communautaire et a créé pour cela le **Comité Européen de Normalisation CEN**. Pour le secteur laitier, ce comité reprend les normes issues de l'ISO et de la FIL qui correspondent à son besoin mais peut à défaut mener un travail de normalisation (comité technique CEN /TC 302).

Face à cette diversité de protagonistes, une politique d'harmonisation et de coopération étroite entre les organisations s'est imposée dans les années 90. Ainsi la Commission Européenne fait-elle appel aux experts de l'ISO qui coopère étroitement avec la FIL. Ces deux organisations, qui ont depuis longtemps collaboré, ont établi une convention de publication conjointe de normes en 1998. Dès lors, à partir de 2000. les groupes d'experts de l'ancienne commission E des méthodes d'analyse de la FIL vont devenir des groupes d'action mixtes où se retrouvent des spécialistes membres des deux organisations et les normes internationales vont être publiées sous une forme commune ISO/FIL, chaque norme étant alors revêtue du numéro d'identification propre à chacun des organismes.

NIVEAU NATIONAL FRANCE

Suivant ce modèle, l'Association Laitière Française (ALF-FIL France) - membres français de la FIL - et l'AFNOR - membres français de l'ISO - travaillent en étroite concertation de manière à établir des positions communes concernant les projets de normes et des réponses cohérentes aux divers questionnaires émis conjointement par la FIL et l'ISO. Cela est facilité par le fait que plusieurs experts, dont ceux de CECALAIT, participent aux travaux des deux structures et des réunions mixtes ALF/AFNOR ont lieu pour préparer la semaine analytique de la FIL et en faire le bilan. Cette coopération s'opère dans le cadre des méthodes d'analyse physico-chimiques et microbiologiques.

Les problématiques du Codex se trouvent également discutées dans ce cadre où peuvent être invités les représentants français au Codex. Il en est de même des aspects concernant le CEN.

LA NORMALISATION DES METHODES D'ANALYSE A LA FIL

Le travail est réalisé par des experts des pays membres désignés par leurs comités nationaux respectifs en fonction des besoins. Les experts se réunissent au moins une fois par an à l'occasion de la Semaine Analytique FIL/ISO organisée chaque année dans un des pays membres.

Pour les méthodes d'analyse, la FIL a créé cinq Comités Permanents (Standing Committees ou SC) subdivisés en groupes de travail appelés Groupes d'Action Mixtes (Joint Action Team ou JAT) au sein desquels l'activité normative est réalisée :

- 1- Principaux Composés du Lait (SC MCM): Regroupe les groupes Matière grasse, Composés azotés, Lactose & lactates et Eau.
- 2- Méthodes d'analyse des additifs et contaminants (SC AMAC): Regroupe les groupes Contaminants organiques, Additifs & vitamines et Résidus vétérinaires.
- 3- Composés mineurs et caractérisation des propriétés physiques (SC MCCPP): Regroupe les groupes Composés mineurs, Caractérisation des traitements thermiques, Propriétés physiques & rhéologiques, Enzymes en fabrication fromagère.
- 4- Méthodes d'analyse microbiologiques (SC MMA): Regroupe les groupes Bactéries lactiques & ferments et Harmonisation microbiologique.
- 5- Assurance qualité, statistiques des données analytiques et échantillonnages (SC QASADS): Regroupe les groupes Statistiques des données analytiques, Méthodes automatisées, Analyse de routine en microbiologie quantitative, et Echantillonnage. Les aspects assurance qualité sont traités par le comité permanent.

La conduite de la normalisation méthodes d'analyse est dirigée par le **Groupe de Pilotage des Méthodes d'Analyse (MSSG)** de la FIL constitué des présidents des Comités Permanents, du représentant de l'ISO pour l'analyse laitière et du membre du secrétariat de la FIL chargé de la liaison avec les experts et les comités nationaux.

IMPLICATION DE CECALAIT DANS LA NORMALISATION DES METHODES D'ANALYSE FIL

A l'heure actuelle, CECALAIT s'implique dans les activités de trois comités permanents de la FIL - le SC MCM, le SC MMA et le SC QASADS- Trois Ingénieurs de CECALAIT y participent : Patricia Rollier, Philippe Trossat et Olivier Leray.

Ces derniers y assurent autant des responsabilités d'experts (contribution, avis sur des projets de méthodes) que de responsables de projet (développement de normes). Ils peuvent également

assurer des responsabilités de président et de président adjoint de groupes de travail :

Comité permanent Principaux composés du Lait (SC MCM):

- Groupe Matière Grasse :

Le groupe de travail est présidé par Fred Van Luin, également président du MSSG. Ph. Trossat en est membre. Parmi les différents sujets traités deux font l'obiet d'une contribution particulière **CECALAIT:**

a- Indice de lipolyse de la matière grasse du lait (BDI):

Dans les années 90, la réglementation française pour le paiement du lait a adopté comme méthode de référence pour la mesure de la lipolyse dans le lait de producteur, la méthode BDI selon la procédure décrite par André Van Reusel (CRA-Gembloux, Belgique) dans le Bulletin FIL 265 : 1991. Bien que publiée, la procédure n'avait pas caractère de norme, aussi le besoin d'un rattachement à un référentiel internationalement reconnu a-t-il justifié la demande d'une reprise du travail de normalisation de la méthode BDI. Le projet de normalisation, d'abord conduit par A. Van Reusel, a été transféré à CECALAIT à son départ à la retraite début 2004. Le travail est maintenant sous la responsabilité de Ph. Trossat, une publication de norme étant escomptée pour 2005-2006.

b- Méthodes de référence pour le dosage de la matière grasse des laits de brebis et de chèvre :

Dans un marché qui s'internationalise, la nécessité d'inscrire les productions de lait et produits laitiers caprins et ovins dans des systèmes qualité comparables à ce qui existe pour le lait de vache a justifié, en l'absence de méthode d'analyse spécifique pour les laits d'autres espèces que bovine, la mise en route en 2002 d'un projet d'adaptation des méthodes pour lait de vache aux spécificités des laits de chèvre d'une part, de brebis d'autre part. Les deux projets groupés - chèvre et brebis - sont menés conjointement par Chypre et l'Italie et sont suivis attentivement par CECALAIT. Le projet est dans la phase expérimentale qui doit préciser les ajustements méthodologiques nécessaires. complémentaires restent à réaliser avant d'arrêter les protocoles opératoires et d'entamer le processus de normalisation.

Les autres sujets traités en 2004 par le groupe de travail sont:

- c- Méthode de référence de dosage des stérols de la matière grasse laitière et produits à base de matière grasse laitière,
- d- Méthode de dosage des stérols de la matière grasse laitière par GLC,

- e- Mesure de l'indice de peroxyde (révision),
- Méthode de dosage de la matière grasse du fromage et fromage fondu (révision publiée en
- g- Méthode de référence pour la détection des matières grasses étrangères par analyse des triglycérides en chromatographie en phase gazeuse (CPG).

Enfin la proposition de normalisation d'une méthode de dosage des acides gras poly-insaturés dans les produits laitiers (ω-3 et ω-6) est faite par l'Italie et acceptée comme sujet à l'étude.

- Groupe Composés azotés :

Le groupe de travail est suivi par Olivier Leray (Président) et Philippe Trossat. Deux sujets ont fait l'objet de l'implication de CECALAIT :

a- Méthodes de référence pour le dosage de l'azote des laits de brebis et de chèvre :

De même que pour le dosage de la matière grasse, l'absence de méthode d'analyse spécifique pour les laits d'autres espèces que bovine, est à l'origine en 2002 de la mise en route d'un projet d'adaptation de la méthode Kjeldahl aux spécificités des laits de chèvre et de brebis. Le travail est mené conjointement par Chypre et l'Italie. O. Leray suit le projet qui arrive en fin de phase expérimentale.

b- Méthodes de référence pour le dosage de l'urée dans le lait:

Le développement des méthodes rapides de l'urée dans le lait pour l'aide à la conduite des élevages a mis en évidence l'absence de méthode de référence pour l'urée. Les travaux préliminaires (bibliographie et expérimentations) menés par Dominique Lefier (INRA-URTAL, Poligny) en 1996 avec l'aide de CECALAIT ont permis à la FIL d'arbitrer en faveur d'une nouvelle méthode : la pH-métrie différentielle. Le projet démarré en 1996 arrivé au stade 3 de norme provisoire (DIS) en 2001 est transféré à CECALAIT où Ph. Trossat en a assuré la finalisation puis la mise à publication en 2004.

Les autres sujets traités en 2004 par le groupe de travail sont:

- c- Méthode de détection des protéines de pois et de soja dans la poudre de lait,
- d- Méthode de dosage de l'azote des caséines du lait, directe et indirecte (publiée en 2004),
- e- Dosage de l'azote du lait par la méthode semimicro Kjeldahl à blocs de minéralisation (publié en 2004),
- Mesure du rapport protéines sériques sur caséines par spectroscopie UV,
- g- Dosage de l'azote du fromage par la méthode Kjeldahl (révision),

h- Dosage de l'azote des caséines et caséinates par la méthode Kjeldahl (révision),

Par ailleurs, devant la multiplication des normes de dosage de l'azote par la méthode Kjeldahl pour répondre aux besoins de chaque produit laitier, une refonte de la norme Kjeldahl ISO 8968 / FIL 20 (Partie 1) ayant pour but d'élargir son champ d'application à d'autres produits laitiers est mise à l'étude. Elle pourrait réunir les normes azote déjà existantes (ex. les fromages, les caséines et caséinates, etc) et intégrer les nouveaux produits comme les laits de chèvre et brebis. Le travail préparatoire en est confié à J. Romero (USA) et Ph. Trossat chargés d'en définir le schéma général et de réaliser un questionnaire sur les produits laitiers à prendre en considération.

- Groupe Lactose & lactate:

Le groupe de travail présidé par Rachid Kouaouci (CAN) est suivi par Ph. Trossat avec notamment en charge le sujet suivant :

a- Méthodes de dosage du lactose du lait par pH-métrie différentielle :

Le dosage du lactose dans le lait cru ne dispose pas de méthode de référence et la méthode HPLC pressentie comme telle reste encore aujourd'hui en cours de normalisation. Fort du succès de l'application de la pH-métrie différentielle au dosage de l'urée et devant les avantages qu'elle présente pour les laboratoires de routine (coût, simplicité et automatisation possible), l'idée d'une application au dosage du lactose est émise dès la semaine analytique de la FIL de Lisbonne en 1997. Le projet est proposé par André Van Reusel en 1998 à La Haye et validé à Ottawa en 1999. La mise au point est réalisée conjointement par le constructeur Eurochem (IT) et le CRA de Gembloux avec l'appui de CECALAIT qui fournit échantillons et essais interlaboratoires. Les résultats ont fait l'objet d'un poster au Sommet Laitier de la FIL à Paris. Achevée en 2002, la phase expérimentale a débouché sur la production d'un projet de norme qui entre dans le processus de normalisation. M. Van Reusel a transmis le dossier à CECALAIT pour le mener à bien avec Eurochem.

Les autres sujets traités en 2004 par le groupe de travail sont :

- b- Méthodes de référence pour le dosage du lactose du lait et produits laitiers par HPLC,
- c- Dosage de l'acide citrique dans le fromage et le fromage fondu par méthode enzymatique,
- d- Dosage de l'acide lactique et des lactates dans le lait sec par méthode enzymatique.

- Groupe Eau:

Le groupe de travail présidé par G.J. Beutick (NL) est suivi par Philippe Trossat à titre d'expert sans implication particulière de CECALAIT en 2004-2005. Les sujets traités sont :

- a- Dosage de l'eau dans la matière grasse du lait par la méthode Karl-Fischer sans chloroforme,
- b- Dosage de l'eau dans le lait sec par étuvage (publié en 2004),
- c- Méthode de référence pour le dosage de la matière sèche totale du fromage et fromage fondu.
- d- Méthode de référence pour le dosage de l'eau dans les caséines et caséinates,
- e- Dosage de la matière sèche totale dans les vaourts,
- f- Méthode de routine pour le dosage de l'eau, l'extrait sec non gras et la matière grasse du beurre (publiée en 2004),
- g- Détermination du point de congélation des laits de brebis et chèvre.

Deux autres sujets sont à l'étude :

- Détermination du contenu en eau des poudres laitières par la méthode Karl Fischer,
- Détermination de l'acidité titrable des yaourts par la méthode potentiométrique.

Comité permanent Assurance Qualité, Statistiques des données analytiques et Echantillonnage (SC QASADS):

Le **Groupe Assurance qualité** qui existait depuis 1992 a été dissous en 2003 et le comité permanent présidé par Juan Romero (USA) assure à sa place le suivi d'un projet relatif à la mise en place d'un réseau de laboratoires de référence destiné à servir les besoins analytiques des pays membres de la FIL. Ce projet qui remonte au début des années 90 n'a véritablement démarré qu'en 2002. Il est mené par O. Leray lequel contribue à animer le réseau par l'organisation d'essais interlaboratoires avec CECALAIT.

- Groupe Statistiques des données analytiques :

Le groupe de travail présidé par Hermann Glaeser (UE) est suivi par deux experts de CECALAIT, O. Leray et Ph. Trossat. Un des projets menés par le groupe est sous la responsabilité de CECALAIT :

a- Révision de la norme FIL 135B: 1991 - Caractéristiques de fidélité des méthodes analytiques - Schéma de conduite d'une étude collaborative:

Ce document normatif a été produit dans les années 80 comme une transcription de la norme ISO 5725 en un protocole plus aisé à manier, adapté aux particularités et besoins des méthodes d'analyses physico-chimiques quantitatives du lait et des produits laitiers.

Dans les années 90, la norme ISO 5725 a été considérablement remaniée avec l'inclusion de nouvelles parties de même que dans la norme FIL dans laquelle ont été introduites des variantes des tests de Grubbs pour l'élimination de résultats anormaux. Ainsi au fil des révisions, des différences significatives sont apparues entre le référentiel ISO et le protocole de la FIL, que les exigences d'une harmonisation des normes FIL et ISO imposent à présent de combler. Il est en effet devenu indispensable, en raison de publication de normes méthodes conjointes ISO/FIL, que l'utilisation de l'un ou l'autre référentiel (déclarés équivalents) permette l'obtention de résultats effectivement similaires pour une même méthode d'analyse et donne des résultats de calcul de fidélité identiques à partir des mêmes jeux de données analytiques. Le besoin du maintien de la norme FIL 135 comme guide pratique pour l'industrie laitière a été exprimé à nouveau. Après l'identification préalable des points de divergence, O. Leray a été chargé d'ajuster le texte du document FIL pour le rendre compatible avec la norme ISO 5725. Le travail est en cours actuellement.

Les autres sujets traités en 2004 par le groupe de travail sont:

- b- Contrôle qualité pour le comptage de colonies en laboratoire microbiologique (Parties 1 & 2),
- Protocole pour la définition de la fidélité des méthodes d'analyse microbiologiques,
- d- Caractérisation de la fidélité des déterminations utilisant les résultats de plusieurs méthodes,
- e- Conseil et appui aux autres groupes de travail pour les essais interlaboratoires,
- Les plans d'échantillonnage (CCMAS),
- g- Guide pour l'utilisation de matériaux référence,
- h- Utilisation des méthodes de routine dans les contrôles officiels (publication dans le bulletin de la FIL en 2004).

- Groupe Méthodes automatisées :

Le groupe de travail présidé par Harry van den Biigaart (NL) est suivi par deux experts de CECALAIT, O. Leray et Ph. Trossat. Deux des projets menés par le groupe sont suivis plus particulièrement par CECALAIT :

Révision de la norme ISO 13366 / FIL 148 -Numération des cellules somatiques du lait :

Depuis sa dernière révision en 1995, la norme FIL 148 comprend trois parties traitant respectivement de la méthode de référence au microscope (référence), de la méthode de comptage de particules (type Coulter Counter) et de la méthode fluoro-optoélectronique (type Fossomatic). Dans les années 90, alors que l'usage du Coulter Counter disparaissait, de nouvelles techniques étaient introduites par les constructeurs de matériels diversifiant les méthodes utilisées - cytométrie sur disque, cytométrie en flux, seuil de comptage automatique, seuil fixe - et entraînant le besoin d'une prise en compte plus détaillée des diverses méthodes de routine.

Par ailleurs, parallèlement, les méthodes de comptage de cellules somatiques d'abord utilisées pour l'analyse du lait de vache ont commencé à être appliquées aux laits de chèvre et de brebis avec une qualité de résultats souvent inégale. La mise à jour de la norme avec une extension du champ d'application aux laits des petits ruminants était donc devenue nécessaire.

Le projet d'une refonte générale de la norme FIL 148 a été proposée et adoptée en 2001. La partie 2 traitant du compteur de particules sera retirée ; la partie 1 méthode de référence sera développée de manière à offrir à l'utilisateur une procédure plus affinée et détaillée notamment en ce qui concerne la reconnaissance des cellules somatiques; la partie 3 (devenant partie 2) ne sera plus limitée à un type de méthode opto-fluoro-électronique mais prendra en compte les différentes configurations de méthodes existantes. Un sous-groupe de travail spécifique de la FIL a été créé pour mener à bien ce travail, piloté par Silvia Orlandini (IT) pour la partie 1 et H. van den Bijgaart (NL) pour la partie 2. O. Leray et Ph. Trossat participent au travail du groupe en tant que membres. Les projets sont en début du processus de normalisation.

b- Révision de la norme ISO 8196 / FIL 128 -Définition et évaluation de la précision globale des méthodes indirectes d'analyse du lait -Application au calibrage et au contrôle qualité en laboratoire laitier:

Ce document normatif a été développé dans les années 80 pour accompagner les méthodes instrumentales d'analyse du lait qui ont vu le jour à partir des années 70 et ont été utilisées par les laboratoires de paiement du lait et de contrôle laitier. La volonté a été à l'époque de l'accompagner de normes plus spécifiques qui aborderaient les aspects particuliers des méthodes, comme par exemple la norme FIL 141 (ISO 9622) pour les analyses de composition par spectrométrie moyen infrarouge.

Depuis lors, les méthodes d'analyses indirectes ou instrumentales, automatisées ou non, se sont largement développées comme méthodes de routine et se sont adressées aux autres composants et caractéristiques du lait (urée, caséines, point de congélation, indice de lipolyse, pH, etc) ainsi qu'à d'autres produits laitiers (fromage, beurre, crème, poudre de lait, etc. De plus les méthodes rapides tendent de plus en plus à être utilisées par les services officiels pour le contrôle de conformité des produits par rapport à des spécifications de composition.

L'extension du champ d'application et l'ajustement du contenu à ces nouveaux critères et produits ont donc été jugés nécessaires. Une première étape consistera en une révision de la norme actuelle dédiée au lait avec une extension des aspects statistiques au contrôle de conformité.

Parallèlement, la mise en pratique de la partie 1 de la norme qui traite de l'évaluation des méthodes indirectes, du fait des essais interlaboratoires requis, est apparue difficile à appliquer dans le cas de nouveaux appareils coûteux arrivant sur le marché mais qui pourtant peuvent être proposés pour un usage officiel (ex. paiement du lait à la qualité). Aussi un second protocole d'évaluation a-t-il été proposé, avec comme objectif d'aboutir à une reconnaissance sur le plan international des nouvelles méthodes alternatives ainsi testées. Ce protocole reprend l'essentiel de la procédure d'évaluation des analyseurs de lait développé par l'International Committee of Animal Recording (ICAR). O. Leray a été chargé de la révision des parties 1 et 2 de la norme et de la rédaction d'une partie 3 traitant du protocole d'évaluation des méthodes alternatives du lait. Le processus de normalisation est en cours.

Les autres sujets traités en 2004 par le groupe de travail sont :

- c- Information générale sur les dosages par méthodes indirectes automatisées de l'urée, des caséines, point de congélation, etc,
- d- Application du proche infrarouge (PIR) à la détermination de la matière sèche et la matière grasse dans le fromage.

Par ailleurs, comme nouveau sujet, il est proposé, dans le cadre de la révision quinquennale de la norme ISO 9622 / FIL 141, d'étendre le champ d'application de la norme aux méthodes moyen infrarouge à Transformée de Fourrier (FT-MIR), ainsi qu'à d'autres produits liquides (lactosérum, crème, lait thermisé) et d'autres composants du lait (urée, point de congélation, pH, etc.). Ce travail est pris en charge par H. Van den Bijgaart (NL) et Paul Sauvé (CAN) et fera l'objet de l'attention particulière des experts de CECALAIT.

- Groupe Méthodes de routine en microbiologie quantitative :

Le groupe de travail présidé par H. van den Bijgaart (NL) est suivi par trois experts de CECALAIT, O. Leray P. Rollier et Ph. Trossat. Deux des projets menés par le groupe sont suivis plus particulièrement par CECALAIT :

a- Détermination quantitative de la qualité bactériologique – Conversion :

Ce projet mené par H. Van den Bijgaart a été justifié par le besoin de raccordement des méthodes

instrumentales de routine du paiement du lait à la méthode de référence FIL 100. L'utilisation de ces méthodes indirectes tend à être reconnue et acceptée dans les laboratoires officiels de l'Union Européenne. Le terme de méthode de conversion est employé pour exprimer la traduction des signaux instrumentaux (impulsions) en Unités Formant Colonies (UFC). Le document décrit le principe et la méthode qui est l'équivalent d'une méthode de calibrage pour les méthodes indirectes en physico-chimie. Le projet a été suivi par O. Leray et vient de s'achever par une publication en 2004.

b- Détermination quantitative de la qualité bactériologique –Guide sur l'évaluation des méthodes de routine:

La FIL a depuis les années 80 développé une norme spécifique pour l'évaluation des méthodes instrumentales de mesure de la qualité microbiologique du lait, la norme FIL 161, à l'image de la norme FIL 128 pour les méthodes indirectes en physico-chimie quantitative.

Parallèlement, l'ISO a élaboré dans les années 90 un protocole de validation des méthodes microbiologiques alternatives, la norme ISO 16140 publiée en 2002, pour répondre à la floraison des nouvelles méthodes microbiologiques rapides. Elle concerne l'ensemble des produits alimentaires.

Le champ d'application recouvrant celui de la norme FIL 161, il convient que l'usage de l'un ou l'autre protocole puisse conduire à des conclusions équivalentes pour les appareils automatiques validés. D'où le travail de rapprochement des deux normes mené par Gertraud Suhren (DE) et suivi par Ph. Trossat et P. Rollier.

CECALAIT ne participe pas aux travaux du dernier groupe du comité permanent SC QASADS, le JAT Echantillonnage.

Comité permanent Méthodes d'analyse microbiologiques (SC MMA):

- Groupe Harmonisation en microbiologie :

Le groupe de travail produit et révise des normes microbiologiques, introduisant les valeurs de fidélité manquantes et veillant à une harmonisation avec les normes horizontales ISO existantes. Quand celles-ci existent et qu'il y a compatibilité avec les normes FIL concernées, ces dernières sont supprimées. Patricia Rollier assure la participation de CECALAIT au travail du groupe présidé par H. Becker (DE) et est en particulier en charge de trois projets :

a- Méthode de numération des staphylocoques coagulase positive par comptage des colonies à 37°C pour le lait et les produits à base de lait :

Dans le cadre de l'harmonisation ISO/ FIL, la norme ISO 6888- 1 et 2 a été amendée pour prendre en

compte les particularités de la norme FIL 145 / ISO 11867 dès lors cette dernière n'a plus lieu d'exister et va être supprimée. Le travail s'est achevé en 2004.

b- Analyse des performances des méthodes existantes de numération de Pseudomonas spp. pour l'éventuelle élaboration d'une nouvelle méthode adaptée aux produits laitiers :

Le projet, introduit par la France doit mener à la révision du projet de norme horizontale ISO 13720. Des travaux ont été menés par le groupe microbiologie des produits laitiers regroupant les experts de FIL-France ALF et de l'AFNOR (V08B), en collaboration avec l'équipe de Mme Leriche de l'ENITA de Clermont Ferrand. Le sujet a fait l'objet de deux articles de la Lettre de CECALAIT en 2004 (Lettres de CECALAIT n°48 et 51). Piloté par P. Rollier, le projet fait l'objet d'expérimentations complémentaires au niveau de la FIL et de l'ISO qui a mis en attente l'élaboration du projet de norme ISO 13720.

c- Guide général pour la préparation échantillons, suspensions initiales et dilutions décimales pour l'analyse microbiologique, dans le lait et les produits laitiers :

La révision de la norme FIL 122 / ISO 8261 a eu lieu récemment. Toutefois, certaines méthodes décrites dans cette norme ne correspondant pas à la pratique des laboratoires, la mise en chantier d'une nouvelle révision a été demandée par la France. P. Rollier assure la responsabilité de ce nouveau projet qui débute en 2005.

Les autres sujets traités en 2004 par le groupe de travail sont:

- d- Numération d'Escherichia coli présumé par technique NPP (partie 1), par technique NPP avec MUG (partie 2), par comptage de colonies sur membrane (partie 3), dans le lait et les produits laitiers,
- Numération des coliformes par comptage des colonies à 30°C (partie 1), par la technique NPP
- Numération de Bacillus cereus par la technique NPP dans les produits laitiers secs,
- g- Détection de Listeria monocytogenes dans le lait et les produits laitiers,
- h- Règles générales pour l'examen microbiologique des aliments et aliments pour animaux,
- Numération des microorganismes par technique de l'anse calibrée à 30°C,
- Numération des microorganismes psychrotrophes par technique rapide de comptage de colonies 25 h à 21°C, dans le lait,
- k- Détection de la thermonucléase produite par les staphylocoques coagulase positive dans le lait et

les produits laitiers,

D'autres sujets sont à l'étude au sein du groupe de

- Numération de Listeria monocytogenes par comptage des colonies, dans le lait et les produits laitiers,
- Détection des staphylocoques coagulase positive par technique NPP, dans le lait et les produits à base de lait.
- Méthode horizontale pour la détection et la numération de *Campylobacter* poussant à 41,5°C - Partie 1 Méthode de détection.

Proposition de nouveaux sujets :

- Détection d'Enterobacter sakazakii dans les produits secs destinés aux enfants

CECALAIT ne participe pas aux travaux du second groupe de travail du comité permanent SC MMA, le JAT Bactéries lactiques et ferments.

Les autres comités permanents :

Pour représenter la France dans les comités permanents Méthodes d'analyse des additifs et contaminants (SC AMAC) et Composés mineurs et caractérisation des propriétés physiques (SC MCCPP), l'ALF-FIL France fait appel aux experts d'autres organismes dont les domaines d'expertise recouvrent les champs respectifs des comités permanents. Il s'agit d'experts de l'AFSSA, organisme officiel par ailleurs déjà présent à l'ISO, à l'Union Européenne notamment comme Laboratoire Communautaire de Référence, au CEN et au Codex, de l'INRA et de divers organismes privés de la transformation.

Plusieurs de ces experts sont également impliqués dans les mêmes comités permanents que CECALAIT avec lesquels des liens sont noués et des travaux menés au niveau national au fil des besoins.

CONCLUSION

Dès 2000, l'ALF-FIL France a su réorganiser son équipe d'experts analytiques pour faire face à la nouvelle donne imposée par la mutation de l'industrie laitière dans une économie de plus en plus tributaire des échanges internationaux et CECALAIT y apporte une participation et un soutien technique et scientifique soutenu. Les ingénieurs de CECALAIT travaillent en concertation et en collaboration avec les instances de normalisation nationales et les services officiels pour faire valoir les positions de l'industrie laitière française.

O. LERAY, mars 2005

NORMES, PROJETS DE NORMES

Classement alphabétique par thème (partie grisée)

1.1 - Projets de normes AFNOR

CASEINES ET CASEINATES			
CASEINE / CASEINATE	Projet NF V 04-383 (PR NF ISO 5550)	CASEINES ET CASEINATES	
HUMIDITE	mars 2005	Détermination de la teneur en humidité – Méthode de référence	
LAIT			
LAIT /	Projet NF V 04-040-2	LAIT	
	(PR NF EN ISO	Numération des cellules somatiques	
CELLULES SOMATIQUES	13366-2)	Partie 2 : Directive pour l'opération au compteur fluoro-opto-	
SOMATIQUES	mars 2005	électronique	
LAIT ET BOISSON A I	BASE DE LAIT		
	Projet NF V 04-058	LAIT ET BOISSON A BASE DE LAIT	
LAIT /	(PR NF EN ISO		
PHOSPHATASE	22160)	Détermination de l'activité de la phosphatase alcaline – Méthode par photoactivation enzymatique	
	mars 2005	Methode par photoactivation enzymatique	
LAIT ET PRODUITS L	AITIERS		
LAIT / PRODUITS LAITIERS /	Projet NF V 04-027	LAIT ET PRODUITS LAITIERS	
	(PR NF ISO 23058)	Présures ovines et caprines – Détermination de l'activité totale	
PRESURE / COAGULATION	mars 2005	de coagulation du lait	
LAIT / PRODUITS	Projet NF V 04-054-1	LAIT ET PRODUITS LAITIERS	
LAIT/FRODUITS LAITIERS /	(PR NF EN ISO		
PHOSPHATASE	11816-1)	Détermination de l'activité de la phosphatase alcaline – Partie 1: méthode fluométrique pour le lait et les boissons à base de lait	
THOSHIATASE	avril 2005	incurode ruometrique pour le fait et les boissons à base de fait	
LAIT / PRODUITS	Projet NF V 04-150	LAIT ET PRODUITS LAITIERS	
LAITIERS /	(PR NF EN ISO 707)		
ECHANTILLONNAGE	avril 2005	Lignes directrices pour l'échantillonnage	
QUALITE			
INDUCTDIE	Projet NF V 01-004		
INDUSTRIE ALIMENTAIRE /	(PR NF EN ISO	Lignes directrices relatives à l'application de l'ISO 9001:2000	
	15161)	aux industries de l'alimentaire et des boissons	
QUALITE	mars 2005		
L		1	

2.1 - AFNOR normes parues

LAIT ET PRODUITS LAITIERS			
LAIT / PRODUITS	NF V 04-022	LAIT ET PRODUITS LAITIERS	
LAITIERS / NORMALISATION / INHIBITEURS	(NF EN ISO 13969) décembre 2004	Lignes directrices pour une description normalisée des méthodes microbiologiques de dépistage d'inhibiteurs microbiens	
LAIT / PRODUITS LAITIERS / NITRATE / NITRITE	NF V 04-172-1 NF V 04-172-2 NF V 04-172-3 (NF EN ISO 14673-1) (NF EN ISO 14673-2) (NF EN ISO 14673-3) septembre 2004	LAIT ET PRODUITS LAITIERS Détermination des teneurs en nitrates et nitrites Partie 1 : méthode par réduction au cadmium et spectrométrie Partie 2 : méthode d'analyse par flux continus segmentés (méthode de routine) Partie 3 : méthode par réduction au cadmium et d'analyse par injection de flux avec dialyse en ligne (méthode de routine)	
FROMAGES ET FROM	AGES FONDUS		
FROMAGE / FROMAGE FONDU / MATIERE GRASSE	NF V 04-286 (NF EN ISO 1735) novembre 2004	FROMAGES ET FROMAGES FONDUS Détermination de la teneur en matière grasse – Méthode gravimétrique (méthode de référence)	
MICROBIOLOGIE DE			
CLOSTRIDIUM / METHODE	NF V 08-019 (NF ISO 7937)	MICROBIOLOGIE DES ALIMENTS Méthode horizontale pour le dénombrement de Clostridium	
HORIZONTALE	février 2005	perfringens – Technique par comptage des colonies	
PRELEVEMENT / METHODE HORIZONTALE	NF V 08-035 (NF ISO 18593) décembre 2004	MICROBIOLOGIE DES ALIMENTS Méthodes horizontales pour les techniques de prélèvement sur des surfaces, au moyen de boîtes de contact et d'écouvillons	
ENTEROBACTERIE / METHODE	NF V 08-039-1 NF V 08-039-2 (NF ISO 21528-1) (NF ISO 21528-2)	MICROBIOLOGIE DES ALIMENTS Méthodes horizontales pour la recherche et le dénombrement des <i>Enterobacteriaceae</i> Partie 1 : recherche et dénombrement à l'aide de la technique	
HORIZONTALE	décembre 2004	NPP avec préenrichissement Partie 2 : méthode par comptage des colonies	

2.2 - ISO normes parues

BEURRE				
BEURRE / PH	ISO 7238 : 2004 décembre 2004	BEURRE Détermination du pH de la phase aqueuse – Méthode potentiométrique		
CREME GLACEE ET	CREME GLACEE ET GLACE AU LAIT			
CREME GLACEE / MATIERE SECHE	ISO 3728 : 2004 décembre 2004	CREME GLACE ET GLACE AU LAIT Détermination de la teneur en matière sèche totale (méthode de référence)		

EXACTITUDE DES RESULTATS ET METHODES DE MESURE			
	ISO/TR 22971 : 2005 janvier 2005	EXACTITUDE (JUSTESSE ET FIDELITE) DES RESULTATS ET METHODES DE MESURE	
STATISTIQUE / MESURE		Lignes directrices pratiques pour l'utilisation de l'ISO 5725- 2:1994 pour la conception, la mise en œuvre et l'analyse statistique des résultats de répétabilité et de reproductibilité interlaboratoires	
FROMAGE DE SERUM	1		
FROMAGE /	ISO 2920 : 2004	FROMAGE DE SERUM	
MATIERE SECHE	octobre 2004	Détermination de la matière sèche (méthode de référence)	
FROMAGES ET FROM	IAGES FONDUS		
FROMAGE /	ISO 5943 : 2004	FROMAGES ET FROMAGES FONDUS	
FROMAGE FONDU / CHLORURE	novembre 2004	Détermination de la teneur en chlorures – Méthode par titrage potentiométrique	
LAIT			
LAIT /	ISO 8968-3 : 2004	LAIT	
AZOTE	septembre 2004	Détermination de la teneur en azote – Partie 3 : méthode de minéralisation en bloc (méthode de routine semi-micro rapide)	
LAIT /	ISO 11285 : 2004	LAIT	
LACTULOSE	septembre 2004	Détermination de la teneur en lactulose – Méthode enzymatique	
LAIT /	ISO 14637 : 2004	LAIT	
UREE	octobre 2004	Détermination de la teneur en urée – Méthode enzymatique utilisant les fluctuations du pH (méthode de référence)	
		LAIT	
LAIT /	ISO 17997-1 : 2004 ISO 17997-2 : 2004	Détermination de la teneur en azote caséinique	
AZOTE / CASEINE septembre 2004		Partie 1 : méthode indirecte (méthode de référence) Partie 2 : méthode directe	
		LAIT	
LAIT /	ISO 21187:2004	Mesure quantitative de la qualité bactériologique – Lignes	
QUALITE	décembre 2004	directrices pour établir et vérifier une relation de conversion entre les résultats de la méthode de routine et les résultats de la méthode d'ancrage	
LAIT LIQUIDE			
		LAIT LIQUIDE	
β-LACTOGLOBULINE HPLC	ISO 13875 : 2005 février 2005	Détermination de la teneur en β-lactoglobuline soluble dans l'acide – Méthode par chromatographie liquide haute performance en phase inverse	

LAIT ET PRODUITS LAITIERS			
LAIT / PRODUITS LAITIERS /	ISO 5538 : 2004	LAIT ET PRODUITS LAITIERS	
ECHANTILLONNAGE	décembre 2004	Echantillonnage – Contrôle par attributs	
LAIT / PRODUITS LAITIERS /	ISO 5738 : 2004	LAIT ET PRODUITS LAITIERS	
CUIVRE	septembre 2004	Détermination de la teneur en cuivre – Méthode photométrique (méthode de référence)	
LAIT / PRODUITS		LAIT ET PRODUITS LAITIERS	
LAITIERS /	ISO 18329 : 2004 octobre 2004	Détermination de la teneur en furosine – Méthode par chromatographie liquide à haute performance en phase inverse	
FUROSINE Octobre 2004 Chromatographie inquide a par paire d'ions			
LAITS CONCENTRES	SUCRES		
LAITS CONCENTRES/ ISO 2911 : 2004 LAITS CONCENTRES SU		LAITS CONCENTRES SUCRES	
SACCHAROSE	décembre 2004	Détermination de la teneur en saccharose – Méthode polarimétrique	
MICROBIOLOGIE DE	S ALIMENTS		
SHIGELLA /	ISO 21567 : 2004	MICROBIOLOGIE DES ALIMENTS	
METHODE HORIZONTALE	novembre 2004	Méthode horizontale pour la recherche de Shigella spp	
PRODUITS A MATIERE GRASSE LAITIERE ET BEURRE			
ACIDITE /	ISO 1740 : 2004	PRODUITS A MATIERE GRASSE LAITIERE ET BEURRE	
MATIERE GRASSE	décembre 2004	Détermination de l'acidité de la matière grasse (méthode de référence)	

VALIDATIONS AFNOR

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

Intitulé	Date	N° d'attestation	Description	
	NOUVELLES VALIDATIONS			
RAPID E. COLI 2	Date validation : 02.12.2004 Fin de validité : 02.12.2008	I RRN-07/7-12/04	Milieu de dénombrement des <i>E. coli</i> à 37°C	
	Fin de vandite : 02.12.2008		Tous produits d'alimentation humaine	
RAPID E. COLI 2	Date validation : 02.12.2004	KRD-07/X-17/04	Milieu de dénombrement des coliformes à 37°C	
	Fin de validité : 02.12.2008		Tous produits d'alimentation humaine	
RAPID'STAPH	Date validation: 04.02.2005	BRD-07/9-02/05	Dénombrement des staphylocoques à coagulase positive	
KAI ID STAI II	Fin de validité : 04.02.2009		Tous produits d'alimentation humaine et prélèvements de l'environnement	
			Dénombrement des E. coli	
ТЕМРО ЕС	Date validation : 04.02.2005 Fin de validité : 04.02.2009	BIO-12/13-02/05	Tous produits d'alimentation humaine et aliments pour animaux de compagnie	

RECONDUCTION DE VALIDATION			
RAPID E. COLI 2	Date validation : 19.11.1997 Reconduction les 07.03.2002 et 02.12.2004 Fin de validité : 02.12.2008	BRD-07/1-07/93	Milieu de dénombrement des <i>E. coli</i> à 44°C Tous produits d'alimentation humaine
TRANSIA PLATE SALMONELLA GOLD	Date validation: 23.03.2001 Reconduction le 03.02.2005 Fin de validité: 03.02.2009	TRA-02/8-03/01	Détection des salmonelles Tous produits d'alimentation humaine et animale
	PROLONGATI	ON DE VALIDAT	TIONS
ALOA ONE DAY	Date validation: 27.09.2000 Extension le 17.05.2002 Fin de validité: 27.09.2004 Prolongation jusqu'au 30.04.2005	AES-10/3-09/00	Détection des <i>Listeria monocytogenes</i> Tous produits d'alimentation humaine
LUMIPROBE 24 SALMONELLA SP	Date validation: 29.11.2000 Extension le 07.03.2002 Fin de validité: 29.11.2004 Prolongation jusqu'au 30.04.2005	EUR-15/2-11/00	Détection des salmonelles Tous produits d'alimentation humaine
β-STAR	Date validation : 23.03.2001 Fin de validité : 23.03.2005 Prolongation jusqu'au 30.06.2005	CHR-20/3-03/01	Détection des β-lactamines Lait cru, stérilisé et en poudre
TEST 3M™ PETRIFILM™ RAPIDE COLIFORMES	Date validation: 18.03.1997 Reconduction le 13.12.2001 Fin de validité: 18.03.2005 Prolongation jusqu'au 30.06.2005	3M-01/5-03/97A	Dénombrement rapide des coliformes en 14 H Tous produits d'alimentation humaine
TEST 3M TM PETRIFILM TM RAPIDE COLIFORMES	Date validation: 18.03.1997 Reconduction le 13.12.2001 Fin de validité: 18.03.2005 Prolongation jusqu'au 30.06.2005	3M-01/5-03/97B	Dénombrement des coliformes totaux en 24 H Tous produits d'alimentation humaine
TEST 3M™ PETRIFILM™ RAPIDE COLIFORMES	Date validation: 18.03.1997 Reconduction le 13.12.2001 Fin de validité: 18.03.2005 Prolongation jusqu'au 30.06.2005	3M-01/5-03/97C	Dénombrement des coliformes gazogènes en 24 H Tous produits d'alimentation humaine sauf produits de charcuterie

ANNULATION DE VALIDATIONS			
PROBELIA SALMONELLA	Date validation: 27.06.1996 Reconduction le 14.06.2001 Fin de validité: 27.06.2004 Prolongation jusqu'au 31.12.2004 Annulation le 31.12.2004	BRD-07/02- 06/96	Détection des Salmonelles Tous produits d'alimentation humaine

Les textes des attestations de validation, ainsi que la liste récapitulative, sont disponibles auprès de :

AFNOR Certification - 11 av. Francis de Pressensé - 93571 La Plaine St Denis cedex
Tél.: 01.41.62.80.91 ou 01.41.62.85.29 – Fax: 01.49.17.90.40 ou 01.49.17.90.19.

 $Email: \underline{claire.drean@afnor.fr} \ ou \ \underline{valentine.digonnet@afnor.fr}$

NOUVEAUTES DANS LA REGLEMENTATION: FRANCE

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

DIOXINE / PCB / TENEUR MAXIMALE / ECHANTILLON / METHODE D'ANALYSE

J.O. n° 40 du 17 février 2005 – Arrêté du 31 janvier 2005 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 dioxines et en PCB de type dioxine dans certaines denrées servant à l'alimentation humaine http://www.legifrance.gouv.fr/WAspad/UnTexteDeJorf?numjo=ECOC0500022A

AFLATOXINE / OCHRATOXINE A / TENEUR MAXIMALE / ECHANTILLON / METHODE D'ANALYSE

J.O. n° 40 du 17 février 2005 – Arrêté du 31 janvier 2005 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 aflatoxines et en ochratoxine A dans certaines denrées servant à l'alimentation humaine

http://www.legifrance.gouv.fr/WAspad/UnTexteDeJorf?numjo=ECOC0500021A

LAIT / PRODUITS LAITIERS / NOMINATION

J.O. n° 8 du 11 janvier 2005 – Arrêté du 20 décembre 2004 portant nomination au conseil spécialisé pour le secteur du lait de brebis de l'Office national interprofessionnel du lait et des produits laitiers http://www.legifrance.gouv.fr/WAspad/UnTexteDeJorf?numjo=AGRP0402628A

NORMALISATION /

- **J.O. n° 294 du 18 décembre 2004** Avis relatif à l'homologation et à l'annulation de normes http://www.legifrance.gouv.fr/WAspad/UnTexteDeJorf?numjo=INDI0410107V
- **J.O. n° 31 du 6 février 2005** Avis relatif à l'homologation et à l'annulation de normes http://www.legifrance.gouv.fr/WAspad/UnTexteDeJorf?numjo=INDI0510001V
- **J.O. n° 38 du 15 février 2005** Avis relatif à l'homologation et à l'annulation de normes http://www.legifrance.gouv.fr/WAspad/UnTexteDeJorf?numjo=INDI0510005V
- **J.O. n° 49 du 27 février 2005** Avis relatif à l'instruction de projets de normes http://www.legifrance.gouv.fr/WAspad/UnTexteDeJorf?numjo=INDI0510006V
- **J.O. n° 61 du 13 mars 2005** Avis relatif à l'instruction de projets de normes http://www.legifrance.gouv.fr/WAspad/UnTexteDeJorf?numjo=INDI0510009V
- **J.O. n° 63 du 16 mars 2005** Avis relatif à l'homologation et à l'annulation de normes http://www.legifrance.gouv.fr/WAspad/UnTexteDeJorf?numjo=INDI0510010V

NOUVEAUTES DANS LA REGLEMENTATION: UNION EUROPEENNE

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

CONTROLE / DENREE ALIMENTAIRE

J.O.U.E. L 59 du 5 mars 2005 – Recommandation de la Commission du 1^{er} mars 2005 relative à un programme coordonné pour le contrôle officiel des denrées alimentaires pour 2005

http://europa.eu.int/eur-lex/lex/Lex/UriServ/site/fr/oj/2005/1_059/1 05920050305fr00270039.pdf

MEDICAMENTS VETERINAIRES /

J.O.U.E. L 379 du 24 décembre 2004 – Règlement (CE) n° 2232/2004 de la commission du 23 décembre 2004 modifiant les annexes I, II et III 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 les substances Altrenogest, Beclomethasone dipropionate, Cloprostenol, R-Cloprostenol, Sorbitan sesquioleate et Toltrazuril

http://europa.eu.int/eur-lex/lex/LexUriServ/site/fr/oj/2004/1 379/1 37920041224fr00710074.pdf

J.O.U.E. L 15 du 19 janvier 2005 - Règlement (CE) no 75/2005 de la Commission du 18 janvier 2005 modifiant les annexes I, II et III du règlement (CEE) no 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 moxidectine, les acides alkyl benzène sulfoniques linéaires dont la longueur des chaînes alkyl va de C9 à C13, contenant moins de 2.5 % de chaînes plus grandes que C13 et l'acétylisovaléryltylosine (1) http://europa.eu.int/eur-lex/lex/LexUriServ/site/fr/oj/2005/1 015/1 01520050119fr00030005.pdf

METAUX / PRELEVEMENTS D'ECHANTILLONS / METHODES D'ANALYSE

J.O.U.E. L 19 du 21 janvier 2005 – Directive 2005/4/CE de la Commission du 19 janvier 2005 modifiant la directive 2001/22/CE portant fixation de modes de prélèvement d'échantillons et de méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en plomb, cadmium, mercure et 3-MCPD dans les denrées alimentaires

http://europa.eu.int/eur-lex/lex/LexUriServ/site/fr/oj/2005/1 019/1 01920050121fr00500052.pdf

PESTICIDE / LMR: LIMITE MAXIMALE RESIDU

J.O.U.E. L 70 du 16 mars 2005 – Règlement (CE) n° 396/2005 du Parlement européen et du Conseil du 23 février 2005 concernant les limites maximales applicables aux résidus de pesticides présents dans ou sur les denrées alimentaires et les aliments pour animaux d'origine végétale et animale et modifiant la directive 91/414/CEE du Conseil

http://europa.eu.int/eur-lex/lex/LexUriServ/site/fr/oj/2005/1_070/1_07020050316fr00010016.pdf

LIBRAIRIE: NOUVELLES PARUTIONS

Le classement par ordre alphabétique du premier mot-clé vous permet de consulter les références en fonction de vos centres d'intérêts. L'adresse postale ou internet vous permet soit d'en savoir plus, soit de commander un ouvrage ou de le télécharger.

BACTERIES LACTIQUES / PROBIOTIQUES

LUQUET F.M.; CORRIEU G. - Bactéries lactiques et probiotiques - TEC & DOC - ISBN: 2-7430-0741-9 http://www.lavoisier.fr/fr/editions/

Sommaire : Cet ouvrage présente les nouvelles connaissances issues de recherches effectuées tant en France qu'à l'étranger par des équipes publiques, universitaires et privées.

E. COLI / METHODES DE DETECTION

VERNOZY-ROZAND C.; MONTET M.P. - *Escherichia coli* 0157:H7 2^{ème} édition- AFNOR - ISBN : 2-7430-0751-6

http://www.lavoisier.fr/fr/editions/

Sommaire : Cette monographie mise à jour présente les caractéristiques, les conditions de croissance et de survie, les méthodes de recherche, d'isolement et d'identification de ce pathogène.

MESURE / NORMALISATION

Estimation et utilisation de l'incertitude des mesures et des résultats d'analyses et d'essais – AFNOR – ISBN : 2-12-210911-4

http://www.boutique-editions.afnor.fr

Sommaire : Cet ouvrage propose des règles claires et reconnues internationalement pour calculer, estimer, combiner, exprimer les incertitudes. Il rassemble également les principaux textes normatifs ainsi qu'une sélection de normes et projets de normes concernant ce domaine.

REVUE DE PRESSE – REVUE DU NET

Classement alphabétique des mots-clés

CONTAMINANTS

Note de service de la DGAL : DGAL/SDRRCC/N2005-8007 du 10 janvier 2005

 $\frac{http://www.agriculture.gouv.fr/spip/IMG/pdf/dgaln2}{0058007z.pdf}$

▶ Note de service concernant les dispositions générales relatives aux plans de surveillance et aux plans de contrôle de la contamination des denrées animales et d'origine animale et des produits destinés à l'alimentation animale pour l'année 2005. Les annexes 2, 3 et 4 ont été modifiées par la note : DGAL/SDRRCC/N2005-8083 du 16 mars 2005...

E. COLI / DETECTION

Rapid detection of food pathogens, new technology

http://www.foodproductiondaily.com/news/news-NG.asp?n=57215-rapid-detection-of

▶ Un nouveau système de détection des *Escherichia coli* (en moins 5 minutes) a été mis sur le marché par l'entreprise américaine Innovative Biosensors.

PROTEASE / FROMAGE / BREBIS / CHEVRE

Extension d'emploi d'une protéase acide de Rhizomucor miehei pour la fabrication de fromages de chèvre et de brebis

http://www.afssa.fr/Ftp/Afssa/27798-27799.pdf

► Avis de l'AFSSA portant sur l'extension d'emploi d'une protéase acide de Rhizomucor miehei pour la fabrication de fromages de chèvre et de brebis (à l'exception des fromages à appellation d'origine).

QUALITE BACTERIOLOGIQUE: PRODUITS **LAITIERS**

Note de service de la DGAL : DGAL/SDSSA/N2005-8060 du 22 février 2005

http://www.agriculture.gouv.fr/spip/IMG/pdf/dgaln2 0058060z.pdf

▶ Note de service présentant l'ensemble des données spécifiques relatives au plan de surveillance de la qualité bactériologique des produits laitiers (fromages au lait pasteurisé) pour 2005.

CONGRES – SALONS – COLLOQUES

Classement par ordre alphabétique

LAIT / ENZYMES		
19 - 22 avril 2005 Cork, Irlande	1 ^{er} Symposium international FIL sur les enzymes indigènes dans le lait	http://www.ucc.ie/IDFenzymes
NORMALISATION		
23 – 27 mai 2005 South Africa	Semaine analytique FIL / ISO / AOAC	http://www.fil-idf.org
VACHE / MAMMITE		
12 – 15 juin 2005 Maastricht, Pays Bas	FIL Conférence sur la Mammite	http://www.fil-idf.org/mastitis2005
PRODUITS LAITIERS /		
15 – 17 juin Papendal, Pays Bas	4 ^e NIZO Conférence Laitier	www.NIZOdairyconf.elsevier.com

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 : O. LERAY, Ph. TROSSAT

Relecture: H. DAMOUR, P. ROLLIER, Ph. TROSSAT - E-mail: ph.trossat@cecalait.fr

Rédaction achevée le 23 mars 2005

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

1^{er} trimestre 2005 Dépôt légal : à parution ISSN 1298-6976