



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



janvier 1999

N°28

Bonne année 1999

LA LETTRE DE CECALAIT



CECALAIT INRA SRTAL BP 89 39801 Poligny TEL : 03.84.73.63.20 TELECOPIE : 03.84.73.63.29
E-mail : bapt@poligny.inra.fr ou trossat@poligny.inra.fr

Rédaction achevée le 1^{er} février 1999

Equipe rédactionnelle : A. BAPTISTE ; R. GRAPPIN ; Ph. TROSSAT

Relecture par : O. LERAY et les auteurs



SOMMAIRE

La normalisation internationale : enjeux, acteurs, relais européens et nationaux

Nouveautés dans la réglementation

Info validation

Comparaison des méthodes de détermination de la teneur en matière grasse dans le fromage

Normes et projets de normes parus récemment

Rendez-vous

Du côté de la biblio...



Bonne année 1999

LA NORMALISATION INTERNATIONALE :

ENJEUX, ACTEURS, RELAIS EUROPEENS ET NATIONAUX

(résumé de l'intervention de M. GRAPPIN de l'INRA-SRTAL Poligny lors de l'Assemblée générale de CECALAIT en septembre 1998)

Le Codex Alimentarius, instance internationale, comprenant 161 pays membres élabore, avec l'aide d'experts du monde entier, des définitions et des critères applicables aux denrées alimentaires. Structuré en Comités Mondiaux horizontaux – thématiques- et verticaux –familles de produits-, il étend son domaine d'action à la définition des méthodes d'analyse et à leur méthodologie, à l'assurance qualité, à la sécurité, à la protection de l'environnement et du consommateur. Les « normes mondiales » du Codex servent de référence dans les arbitrages internationaux. Leur élaboration est un processus de longue durée, impliquant les Comités Codex, des laboratoires experts, les laboratoires participant aux essais interlaboratoires de validation, éventuellement l'OMC, les instances nationales de normalisation et de réglementation et enfin les utilisateurs.

Le Codex Alimentarius est une instance internationale dont le rôle est de servir à l'élaboration de définitions, critères et normes applicables aux denrées alimentaires, dans le but de faciliter le commerce mondial et de protéger le consommateur. Structuré en comités horizontaux -dont un comité sur les méthodes d'analyse- et verticaux -dont un comité sur le lait et les produits laitiers-, il initie et coordonne la réflexion et les travaux sur les méthodes d'analyse notamment. Ses relais internationaux et nationaux, principalement les organismes de normalisation reprennent ensuite les normes qu'il adopte. Malgré la durée du processus, le résultat est capital pour les utilisateurs finals des méthodes d'analyse, dans une perspective d'échanges internationaux.

Une instance internationale

Créé en 1962 par la FAO et l'OMS, le Codex Alimentarius compte actuellement 161 pays membres. Il est chargé de guider et promouvoir l'élaboration de définitions et de critères applicables aux aliments, de contribuer à leur harmonisation, de faciliter les échanges internationaux et de protéger le consommateur.

Il est structuré, à la fois :

↳ en huit Comités Codex mondiaux horizontaux sur :

- les principes généraux *
- les systèmes d'inspection et de certification des importations et exportations de denrées alimentaires,
- l'étiquetage alimentaire
- les résidus de médicaments vétérinaires dans les aliments
- les résidus de pesticides
- l'hygiène alimentaire,
- les additifs et contaminants,
- les méthodes d'échantillonnage et d'analyse (CCMAS)

* présidé par la France

↳ en près d'une quinzaine de Comités mondiaux verticaux, par types de produits, par exemple les produits chocolatiers, les huiles et graisses ou encore le lait et les produits laitiers. Seuls six d'entre eux sont réellement actifs, pour l'heure.

↳ en Comités Régionaux de Coordination, par zones géographiques. Mais ce niveau est totalement en sommeil à l'heure actuelle.

Un Comité comme le CCMAS interviendra par exemple pour :

- définir les critères appropriés pour les méthodes Codex d'échantillonnage et d'analyse,
- assurer la coordination entre le Codex et d'autres organismes pour ces méthodes ou pour l'assurance qualité des laboratoires,
- examiner, amender et adopter les méthodes proposées par les Comités Codex Produits

* LES DOMAINES D'INTERVENTION DU CODEX

Ils concernent :

- la définition et l'élaboration de méthodes d'analyse physico-chimiques et microbiologiques,
- la définition de la méthodologie, à savoir la terminologie à utiliser, le principe d'essais interlaboratoires, les caractéristiques analytiques,
- l'assurance qualité,
- la sécurité, la protection de l'environnement...

Le Codex attribue également un statut de type I, II, III ou IV aux méthodes qu'il adopte.

Le type I concerne les méthodes "définition", telles que la méthode Kjeldahl. Le type II s'adresse aux méthodes de référence, éprouvées et validées par essais interlaboratoires. Le type III désigne des méthodes alternatives, indirectes, mais également éprouvées et validées par essais interlaboratoires. Le type IV, enfin s'intéresse aux méthodes "provisoires" dont les performances analytiques sont encore mal connues.

Il faut cependant se souvenir que le Codex n'a pas d'expertise en tant que tel. Ce sont les Etats membres qui siègent aux Comités. L'étude de méthodes, l'élaboration de normes suppose donc de faire appel à différents organismes acteurs, experts internationaux reconnus, selon le cheminement qui sera décrit plus loin, ci-dessous. La mise en oeuvre réelle suppose, elle, une reprise des textes édictés par des relais internationaux puis nationaux.

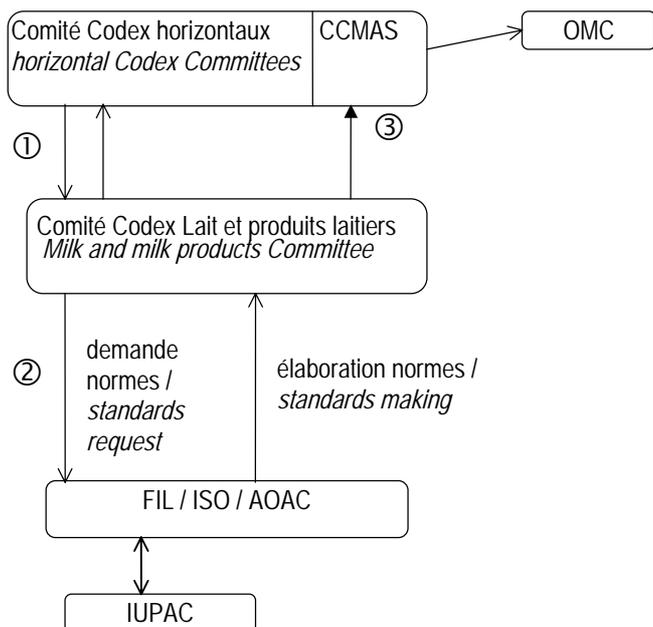
*** LES ACTEURS ET LES RELAIS DE LA NORMALISATION**

Ils sont cités dans le tableau 1 ci-dessous

tableau 1: organismes chargés de l'élaboration des normes
 table 1 : organizations producing standards

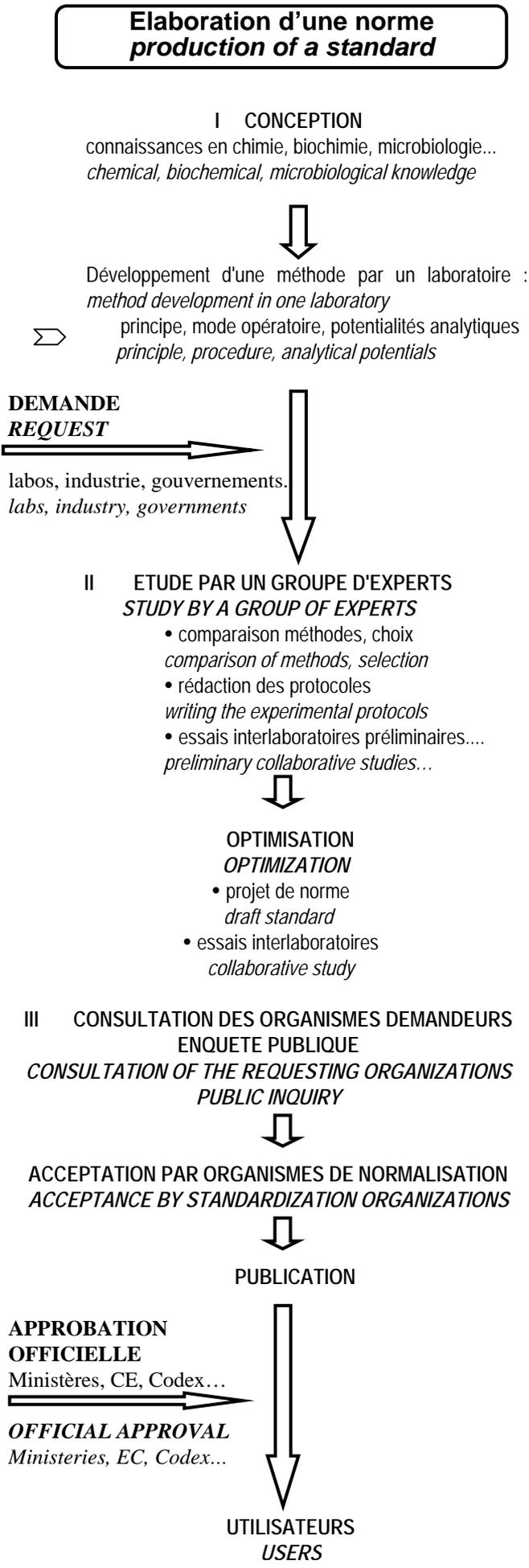
NIVEAU / LEVEL	ORGANISMES / ORGANIZATIONS	DOCUMENTS EMIS / DOCUMENTS ISSUED
INTERNATIONAL	FIL / IDF	normes FIL / IDF standards
	ISO	normes ISO / ISO standards
	AOAC International	"Final Action"
COMMUNAUTAIRE / EC	CEN	normes CEN / CEN standards
	experts chimistes ou vétérinaires pour la CE / chemical or veterinary experts for the EC	Directives JOCE / Official Journal EC directives
NATIONAL	AFNOR	normes NF / French standard
	CG d'UMA CST / scientific, technical and harmonization commissions	textes au JO / French Official Journal texts

Compte-tenu des acteurs et relais impliqués ci-dessus, une norme Codex suit le circuit ci-dessous



Depuis la création de l'OMC en 1994, les textes émis par le Codex ont un rôle d'arbitrage international, par exemple en cas de conflit par rapport à certaines législations nationales...Ce qui renforce considérablement l'importance de l'institution et des textes qu'elle élabore !

En le détaillant davantage, le processus d'élaboration d'une norme (partie centrale du schéma précédent) peut se décrire selon le schéma ci-dessous.



Celui-ci reprend l'ensemble du cheminement conduisant de la conception d'une méthode d'analyse à son utilisation en tant que méthode normalisée et tient compte de l'intervention de l'ensemble des acteurs internationaux et nationaux.

Rappelons que pour être ainsi adoptée en tant que norme, la méthode proposée ne doit, en aucun cas, faire appel à un appareil de marque définie

Un tel cheminement est, à l'évidence, un processus de longue haleine. Et ce d'autant plus que l'activité de normalisation, généralement considérée comme ingrate par le monde scientifique, souffre d'un problème crucial de volontariat !

Il reste que l'importance stratégique du Codex vis à vis de l'industrie alimentaire, mais aussi des consommateurs impose aux instances politiques et industrielles de ne pas s'en désintéresser.**

*** La dernière session du Comité des principes généraux qui s'est tenue à Paris en septembre 1998 a ainsi été inaugurée et conclue par deux membres du gouvernement français.*

➤ A voir aussi sur le rôle du Codex un article paru récemment dans RIA, n° 585 de Novembre 1998, p 32-34

Liste des abréviations

AFNOR : Association Française de Normalisation
AOAC : Association of Official Analytical Chemists
CCMAS : Codex Committee on Methods, Analysis and Sampling
CE : Communauté Européenne
CEN : Comité Européen de Normalisation
CG d'UMA : Commission Générale d'Harmonisation des Méthodes d'analyse
CST : Commission Scientifique et Technique
FAO : Food and Agricultural Organization
FIL : Fédération Internationale de Laiterie = IDF : International Dairy Federation
ISO : International Standardization Organization
IUPAC : International Union of Pure and Applied Chemistry
JOCE : Journal Officiel des Communautés Européennes
OMC : Organisation Mondiale du Commerce
OMC : Organisation mondiale du Commerce
OMS : Organisation Mondiale de la Santé

NOUVEAUTES DANS LA REGLEMENTATION

FRANCE

Arrêté du 30/6/1998 modifiant l'arrêté du 18/7/1994 modifié fixant la liste des agents biologiques pathogènes. (JO France du 22/7/1998)

Ce texte classe désormais les souches cytotoxiques d'*Escherichia coli* (O157 :H7 ou O103) en classe 3 des agents pathogènes.

Arrêté du 6/7/1998 relatif aux règles d'hygiène applicables aux établissements d'entreposage de certaines enrées alimentaires. (JO France du 28/7/1998). Ce texte s'applique notamment aux denrées réfrigérées, congelées ou surgelées, dont les glaces. Il spécifie la conception et l'état des locaux, des équipements, des alimentations en eau, des évacuations de déchets, de façon à éviter les sources de contamination et à garantir la bonne hygiène des denrées alimentaires. Il insiste notamment sur le respect des températures de conservation et la nécessité de leur fréquente vérification.

Arrêté du 23/7/1998 modifiant l'arrêté du 2 octobre 1997, relatif aux additifs pouvant être employés dans la fabrication des denrées destinées à l'alimentation humaine. (JO France du 1/8/1998).

Arrêté du 13/10/1998 fixant les mesures techniques et administratives relatives à la prophylaxie collective et à la police sanitaire de la brucellose ovine et caprine. (JO France du 14/10/1998). Il fixe les conditions de contrôle et de suivi sanitaire des exploitations ainsi que les méthodes autorisées de dépistage de la maladie, pratiquées obligatoirement par des laboratoires agréés.

Arrêté du 26/11/1998 relatif au retrait de la consommation humaine des denrées alimentaires d'origine animale contaminées par des résidus de pesticides (JO France du 27/12/1998). Il modifie la liste des teneurs maximales de résidus de pesticides en s'alignant sur la directive 98/82 (cf ci-dessous).

Avis des 2/12/1998 et 19/1/1999 modifiant la liste du 8 février 1998, relatifs à la mise sur le marché communautaire de laits de consommation et de produits à base de lait

Ces textes complètent la liste des établissements conformes aux dispositions de l'arrêté du 2 mars 1995 relatif à l'agrément des centres de collecte, de standardisation, de traitement, de transformation du lait et des produits à base de lait.

Autres textes

Circulaire DGS/VS3/98, n°98/333 du 11/6/1998 relative aux recommandations du Conseil supérieur d'hygiène publique de France, section de l'alimentation et de la nutrition, sur la dioxine.. Ce texte reprend l'avis émis en Octobre 1997 par le Conseil sur les résultats du plan de surveillance de la dioxine –cf Lettre de CECALAIT n° 27-. Il y ajoute les recommandations donnés par ce même Conseil lors de sa séance du 17/3/1998.

Ainsi, il recommande notamment d'obtenir plus de données sur les niveaux d'exposition et sur les effets toxicologiques chez l'homme. Ceci suppose des études de terrain, la mise en place d'un réseau d'analyse et l'amélioration des méthodes analytiques existantes.

Le lait étant, à la fois aliment de base et indicateur de contamination de l'environnement, le Conseil rappelle les valeurs guide proposées prioritairement pour ce produit : 5 pg TEO/g de

graisse en valeur maximale ; 1 pg TEQ/g de graisse en objectif souhaitable ; 3 pg TEQ/g de graisse en valeur d'intervention pour rechercher les sources de contamination et les réduire.

Le Conseil formule également des propositions concernant le suivi des installations d'incinération des ordures ménagères, mais aussi l'identification des autres sources de dioxine. Il recommande enfin la prise en compte des contraintes de qualité agricole pour l'implantation des installations à risque.

NB : pg TEQ/g de graisse : picogrammes de « Toxicity Equivalent Quantity » de dioxine par gramme de matière grasse"

EUROPE COMMUNAUTAIRE

Règlements n° 2560/98 du 27/11/1998, 2686/98 du 11/12/1998, 2692/98 du 14/12/1998 et 2728/98 du 17/12/1998, de la Commission modifiant les annexes I à III du règlement 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. (JOCE L320 du 28/11/1998, L337 du 12/12/1998, L 338 du 15/12/1998, L 343 du 18/12/1998)

Ces textes complètent la liste des différents antibiotiques et agents antiparasitaires avec les LMRs exprimées en µg/Kg de lait : fluméthrine (30 µg), enrofloxacin (100 µg)

Enfin, ils rajoutent à la liste des substances qui ne sont pas soumises à une limite maximale de résidus un grand nombre de composés organiques et inorganiques, ainsi que des substances d'origine végétale.

Règlement n° 2521/98 du 24/11/1998 modifiant le règlement n° 577/97 portant certaines modalités d'application du règlement 2991/94 du Conseil établissant des normes pour les matières grasses tartinables et du règlement n° 1898/87 du Conseil concernant la dénomination du lait et des produits laitiers lors de leur commercialisation. (JO L315 du 25/11/1998)

Ce texte modifie les modalités du contrôle de la déclaration de la teneur moyenne en matières grasses des matières grasses tartinables en élargissant l'intervalle de tolérance des résultats obtenus.

Directive 98/72/CE du Parlement Européen et du Conseil du 15/10/1998 modifiant la directive 95/2 concernant les additifs alimentaires autres que les colorants et les édulcorants. (JO L295 du 4/11/1998)

Ce texte modifie la liste des additifs autorisés dans la crème entière pasteurisée et exclut les autres types de crèmes du champ de ces additifs autorisés *quantum satis*. Il autorise également l'utilisation de la thaumatococcus comme exhausteur de goût dans les desserts laitiers et non laitiers (5 mg/kg)

Directive 98/82/CE de la Commission du 27/10/1998 modifiant les annexes de(s) (la) directive(s) ...86/363/CE...du Conseil concernant la fixation de teneurs maximales pour les résidus de pesticides sur et dans les denrées alimentaires d'origine animale.... (JO L290 du 29/10/1998)

Ce texte donne un nouveau tableau des teneurs maximales de résidus de pesticides entre autres dans le lait et les produits laitiers. Il y supprime l'acéphate.

↳ Autres textes

➤ **La directive 98/83 du 3/11/1998 du Conseil** concerne le secteur laitier de façon indirecte, puisqu'elle spécifie les critères de qualité des eaux destinées à la consommation humaine...dont les eaux utilisées dans l'industrie alimentaire. (JO L330 du 5/12/1998)

➤ Enfin, signalons la parution d'un « monument » en 622 pages, la directive 98/98 du 15/12/1998 [...] concernant le rapprochement des dispositions législatives, réglementaires et administratives relatives à la classification, l'emballage et l'étiquetage des substances dangereuses. (JO L 355 du 30/12/1998)

INFO VALIDATION

Nous sommes en mesure, à présent de vous fournir plus d'informations sur la dernière méthode microbiologique validée par l'AFNOR : le RAPID L. mono, test de détection des *Listeria monocytogenes*, distribué par la société SANOFI et validé jusqu'au 15/09/2002.

(attestation de validation : n° SDP-07/4-09/98)

Il s'agit d'un milieu de culture gélosé qui permet dans un premier temps d'isoler des *Listeria*, après enrichissement selon la méthode de référence. Des colonies colorées en bleu, par révélation chromogénique d'une activité enzymatique spécifique (Phosphatidyl Inositol Phospholipase C) signalent alors la présence de *L. monocytogenes* ou *L. ivanovii*. Ces deux espèces sont ensuite différenciées chromogéniquement sur la base du critère de fermentation du xylose : les colonies xylose - de *L.*

monocytogenes sont dépourvues d'auréole jaune, contrairement à celles de *L. ivanovii*.

Applicable à tous les produits d'alimentation humaine, ce test permet à la fois :

- de réduire le temps de manipulation par rapport à la méthode de référence, car une seule boîte y est nécessaire au lieu de deux
- de raccourcir le délai de détection d'échantillons positifs : 2 à 5 jours au lieu de 4 à 7, car ce test ne nécessite pas de confirmation.

Sa justesse, par rapport à la méthode de référence, sa fidélité, ainsi que ses limites de détection apparaissent satisfaisantes.

COMPARAISON DES METHODES DE DETERMINATION DE LA TENEUR EN MATIERE GRASSE DANS LE FROMAGE

Pour la détermination de la matière grasse dans le fromage, les laboratoires utilisent des méthodes acido-butyrométriques en routine : soit la méthode Van Gulik, normalisée, soit la méthode Heiss. Le regroupement de données obtenues à partir de plusieurs essais d'aptitude sur fromages à pâte molle ou à pâte pressée cuite, organisés par CECALAIT, permet d'étudier la justesse de chacune de ces méthodes par rapport à la méthode de référence gravimétrique, SBR. On observe ainsi, pour les deux types de fromages, que la dispersion des résultats autour de la référence est toujours plus importante dans les laboratoires ayant utilisé la méthode Van Gulik que dans ceux ayant utilisé la méthode Heiss. Les résultats de cette étude sont à l'origine d'une révision en cours de la normalisation en ce domaine.

La teneur en matière grasse des fromages fait partie des critères d'intérêt majeur dans ce type de produits. Pour la plupart des fromages, la méthode de référence est la méthode gravimétrique SBR, méthode délicate et longue à mettre en oeuvre. C'est pourquoi, pour les analyses courantes, les laboratoires font appel à des méthodes de routine, dont les plus pratiquées actuellement restent les méthodes acido-butyrométriques. Parmi elles, la méthode Van Gulik, actuellement normalisée, diffère de la méthode Heiss, publiée, mais non normalisée, pourtant largement utilisée dans les laboratoires. Faire évoluer la normalisation, pour en arriver éventuellement à normaliser la méthode Heiss, suppose donc une étude préalable pour comparer ces deux méthodes. Dans ce cadre, le point le plus important est d'évaluer leur justesse par rapport à la méthode de référence. Les essais d'aptitude sur fromage (chaînes d'analyse), organisés par CECALAIT, au cours de ces dernières années ont permis de fournir les premières informations sur cette question.

Deux méthodes de routine

La méthode de référence SBR est applicable à la grande majorité des fromages, à l'exception de ceux dont la teneur en lactose est trop élevée, comme certains fromages frais sucrés, par exemple (Ceux-ci relèvent alors de la méthode gravimétrique Weibull-Berntrop). La méthode SBR est décrite dans la norme FIL 5B :1986, équivalente à NF ISO 1735, décembre 1988 (norme V 04-286). Elle repose sur une digestion de l'échantillon par l'acide chlorhydrique, suivie de l'extraction de la matière grasse par un mélange d'éthers. Comme toutes les méthodes gravimétriques, elle est de mise en oeuvre longue et délicate et reste coûteuse.

C'est pourquoi, en routine, la plupart des laboratoires travaillent avec des méthodes alternatives acido-butyrométriques. Une de ces méthodes, la méthode Van Gulik, déjà recommandée dans les traités de technologie laitière des années 50, a été normalisée par l'AFNOR en 1969, puis en 1972 (V 04-287) et est toujours applicable. Après dissolution des protéines par l'acide sulfurique, la matière grasse y est séparée par centrifugation dans un butyromètre de Van Gulik, en présence d'alcool amylique.

Cependant, depuis longtemps déjà, des études en vue de l'amélioration des méthodes rapides de détermination de la matière grasse dans le fromage ont montré les imperfections de cette méthode. En particulier, en 1961, une étude menée par E. Heiss (Heiß) souligne les écarts importants entre les résultats obtenus par différentes méthodes acido-butyrométriques, et surtout la méthode Van Gulik, et ceux obtenus par la méthode SBR, principalement pour les fromages à forte teneur en matière

grasse. En conclusion de cette étude, il propose une nouvelle méthode acido-butyrométrique pour laquelle il revendique une plus grande justesse par rapport à la méthode SBR. L'attaque acide y est réalisée par un mélange d'acide perchlorique et d'acide acétique, à une température plus élevée que dans la méthode Van Gulik ; 85°C contre 65°C. Le temps nécessaire à la dissolution des protéines, c'est à dire le temps de contact entre l'échantillon et les réactifs, en est, par là-même, diminué.

Par la suite, cette méthode a été testée, puis adoptée dans de nombreux laboratoires de recherche et d'entreprise. Elle est actuellement autant utilisée que la méthode Van Gulik.

Depuis six ans maintenant, CECALAIT organise des essais d'aptitude matière grasse sur le fromage. Les participants à ces chaînes d'analyse utilisent l'une ou l'autre de ces méthodes acido-butyrométriques. Leurs résultats cumulés ont pu être regroupés et classés en deux populations de données représentant chacune des méthodes. Le nombre appréciable de résultats ainsi obtenus a permis d'évaluer leur justesse respective par rapport à la méthode SBR. Cette étude est à l'origine d'une réflexion sur l'évolution de la norme de détermination de la matière grasse dans les fromages, puis de la mise en chantier de sa révision au sein de la commission AFNOR V 04.

Les données

L'étude de justesse a repris les données obtenues au cours des essais d'aptitude menés pendant 3 à 5 années consécutives sur les fromages à pâte molle, d'une part et les fromages à pâte pressée cuite et/ou mi-cuite, d'autre part. Les laboratoires participants ont été classés selon la méthode acido-butyrométrique, Heiss ou Van Gulik, utilisée. Ces essais sont toujours réalisés sur des fromages du commerce, prêts à la consommation.

Dans chaque essai d'aptitude, un participant – et sa méthode de routine - est caractérisé par un écart moyen à la référence SBR, pour 6 fromages de teneur différente. Les valeurs de référence ont été obtenues grâce à l'essai d'aptitude mené conjointement en méthode SBR, sur les mêmes échantillons. L'écart moyen résulte de la moyenne des écarts des 6 fromages de l'essai (soit 6 niveaux de matière grasse) à la valeur de référence SBR correspondante.

Pour chaque type de fromage, il a été possible de regrouper et de trier deux populations de biais moyens, correspondant l'une à la méthode Heiss, l'autre à la méthode Van Gulik. Après élimination

des valeurs aberrantes, la justesse de chacune des méthodes a été évaluée par :

- la moyenne de ses biais moyens à la méthode de référence. Elle représente l'erreur systématique, ou erreur de justesse moyenne de la méthode ;
- l'écart type de ses biais moyens à la méthode de référence. Il représente l'écart type entre laboratoires ayant

pratiqué la même méthode, ce qui constitue une part importante de sa reproductibilité.

Les caractéristiques de l'ensemble des données finalement utilisées pour cette étude sont reprises dans le tableau 1, ci-dessous, dans la partie « Résultats », qui regroupe également les résultats obtenus.

Résultats

Ils sont présentés dans les figures 1 à 4 suivantes.

Fig 1 : fat in soft cheese :
Heiss method versus reference method.

Fig 2 : fat in soft cheese :
Van Gulik method versus reference method

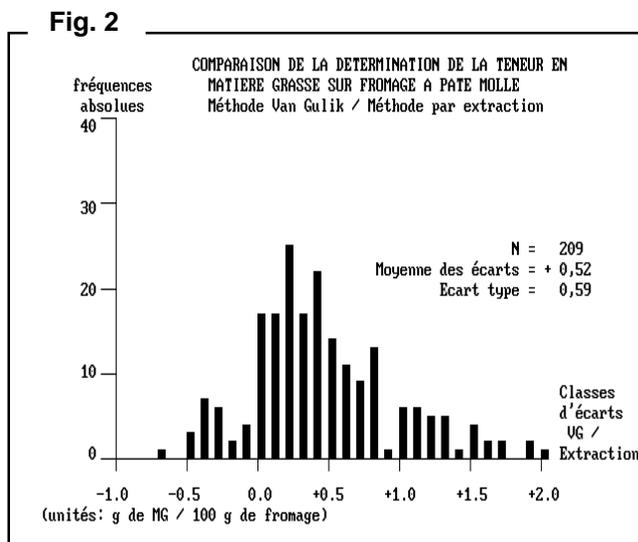
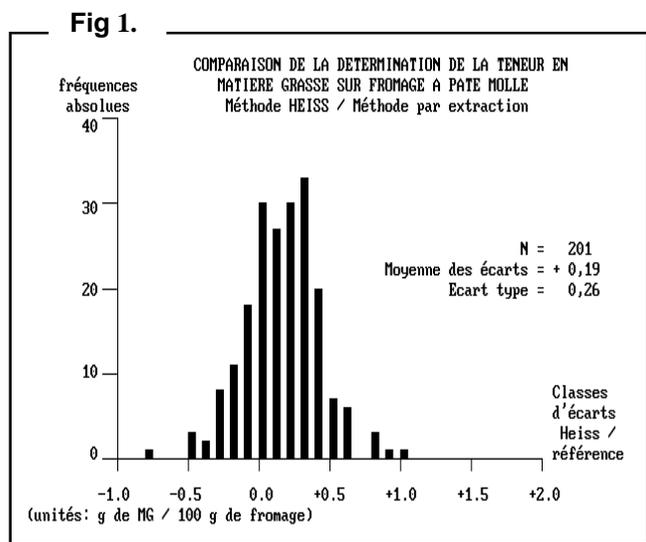
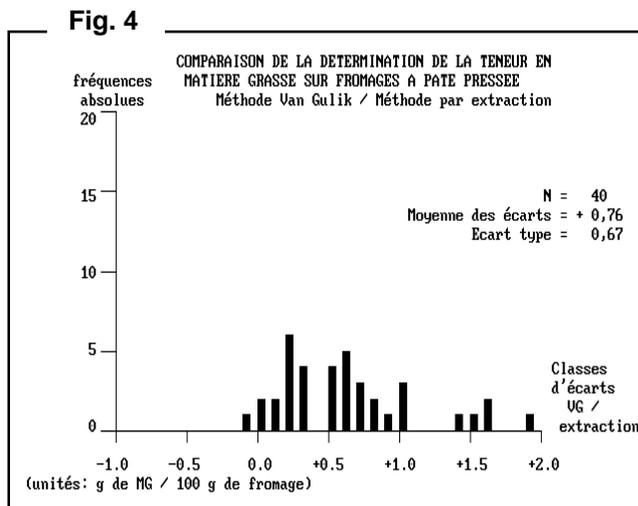
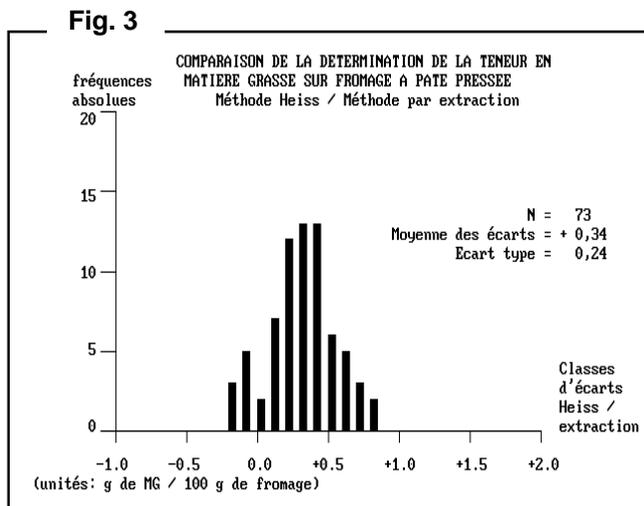


Fig 3 : fat in hard cheese :
Heiss method versus reference method

Fig 4 : fat in hard cheese :
Van Gulik method versus reference method



Le tableau 1 résume l'ensemble des résultats obtenus
tableau 1 : données utilisées pour l'étude de justesse des deux méthodes acido-butyrométriques
 avec
 PM : fromage à pâte molle
 PPC : fromage à pâte pressée cuit eou mi-cuite
 N : nombre d'essais d'aptitude utilisés
 total : nombre total de participants

table 1 : data used in the accuracy study of both butyrometric methods
 with :
 PM : soft cheese
 PPC : hard cheese
 N : number of ringtests used
 total : total number of participants

	PM		PPC	
N	15		6	
période <i>period</i>	1992-1997		1994-1997	
gamme de MG (en g de MG pour 100g) <i>fat range</i> (in g for 100g)	18,55 à 34,29 <i>18.55 to 34.29</i>		26,45 à 33,35 <i>26.45 to 33.35</i>	
	méthode Heiss <i>Heiss method</i>	méthode Van Gulik <i>Van Gulik method</i>	méthode Heiss <i>Heiss method</i>	méthode Van Gulik <i>Van Gulik method</i>
nombre de participants <i>number of participants</i>	201	208	73	40
total	409		113	
biais moyen (en g/100g) <i>mean bias</i> (in g/100g)	+ 0,19 <i>+ 0.19</i>	+ 0,52 <i>+ 0.52</i>	+ 0,34 <i>+ 0.34</i>	+ 0,76 <i>+ 0.76</i>
écart type <i>standard deviation</i>	0,26 <i>0.26</i>	0,59 <i>0.59</i>	0,24 <i>0.24</i>	0,67 <i>0.67</i>

Quel que soit le type de fromage, la méthode Van Gulik présente une dispersion de biais de justesse nettement plus importante que la méthode Heiss. La dissymétrie positive observée sur les figures 1 à 4 signale, en outre, une tendance à la surestimation, caractérisée par des moyennes d'écarts et des écarts-types importants.

Le biais moyen de justesse de la méthode Van Gulik se trouve cependant réduit, lorsqu'on sélectionne une population symétrique, visuellement gaussienne, par exemple : il passe ainsi à + 0,39 g/100 g en pâtes molles et, à + 0,45 g/100 g en pâtes pressées cuites .

La méthode apparaît ainsi plus sensible à des facteurs non ou mal contrôlés. Elle est donc d'une « robustesse » moindre que la méthode Heiss. Ceci résulte vraisemblablement de ses caractéristiques intrinsèques : agitation après mise à l'alcool, type d'alcool utilisé , temps de dissolution, température....

En conclusion, la méthode Heiss apparaît sensiblement plus juste que la méthode Van Gulik, ce qui explique et justifie sa large utilisation, bien qu'elle ne soit pas encore normalisée.

Des études complémentaires sur d'autres types de fromages restent toutefois nécessaires pour affiner ces résultats. Ces deux

méthodes pourront alors être raccordées précisément à la méthode SBR, une étape indispensable pour la révision des normes par l'AFNOR.

Bibliographie

AFNOR V 04-287, mai 1972. FROMAGES : Détermination de la teneur en matière grasse : méthode acido-butyrométrique de Van Gulik
 FIL 5B :1986, (équivalente à NF ISO 1735, décembre 1988 -V 04286-)
 FROMAGE ET FROMAGE FONDU. Détermination de la teneur en matière grasse : méthode gravimétrique
 HEIß E. Versuche zur Bestimmung des Käsefettgehaltes mit Hilfe von Schnellmethoden. Deutsche Molkerei Zeitung, 1961, V. 82, N. 3,p. 67-70
 TROSSAT P. Justesse des méthodes acido-butyrométriques sur fromage. Proposition pour la Commission V 04 de l'AFNOR, Août 1997, 5 p.

Liste des abréviations

AFNOR : Association Française de Normalisation
 ISO : International Standardization Organization
 SBR : Schmid-Bondzynski-Ratzlaff

NORMES ET PROJETS DE NORMES PARUS RECEMMENT

(reçus entre Octobre 1998 et Janvier 1999)

NORMES EUROPEENNES

NF EN 12689 1998, septembre 1998, -AFNOR X 42-312 (ICS 07.080). BIOTECHNOLOGIE. Guide pour l'évaluation de la pureté, l'activité biologique et la stabilité des produits à base de microorganismes

Ce document indique les conditions à respecter pour que l'évaluation des trois spécifications techniques ci-dessus soit considérée comme valide. Il faut notamment identifier clairement les méthodes utilisées, s'assurer de la présence de témoins et/ou de données de référence, prendre en considération les facteurs biotiques et abiotiques qui affectent le produit étudié. Cette norme s'applique à tous les produits à base de microorganismes, utilisés comme probiotiques dans les additifs nutritionnels, comme additifs d'ensilage, comme agent de contrôle des parasites, etc...

NF ISO 5725-5, octobre 1998 – AFNOR X 06-041-5 (ICS 03.120.30) APPLICATION DE LA STATISTIQUE. Partie 5 : méthodes alternatives pour la détermination de la fidélité d'une méthode de mesure normalisée.

Cette partie complète la norme ISO 5725-2, qui concernait l'évaluation, au moyen d'essais interlaboratoires, des écarts-types de répétabilité et de reproductibilité, pour une méthode de mesure. Celle-ci présentait une méthode de base, utilisant le plan à niveau uniforme. Le texte ISO 5725-5 présente trois méthodes alternatives à cette méthode de base :

- Le plan à niveau fractionné ; son utilisation est recommandée quand il y a un risque sérieux qu'un opérateur puisse laisser le résultat d'une mesure sur un échantillon, influencer celui d'une mesure ultérieure sur un autre échantillon du même matériau.
- le plan sur un matériau hétérogène, à utiliser lorsqu'il est difficilement possible de préparer des échantillons identiques dans un matériau hétérogène.
- des méthodes robustes d'analyse des données qui permettent de calculer à partir de données contenant des valeurs aberrantes, sans avoir à pratiquer des tests pour les exclure.

NORMES AFNOR

XP V 08-102 Décembre 1998 (ICS 07.100.30) MICROBIOLOGIE DES ALIMENTS. Règles générales pour le comptage des colonies et pour l'expression des résultats. Cas des dénombrements sur milieu solide.

Ce texte complète la norme NF ISO 7218:1996 : Règles générales pour les examens microbiologiques. Il reprend les paragraphes consacrés au comptage des colonies et à l'expression des résultats, dans le cas de dénombrements en milieu solide. Mais il y ajoute des précisions supplémentaires, pour des cas particuliers de comptage et donne des exemples de calculs plus clairs et plus détaillés. Il fournit enfin des modèles de textes pour chaque type de dénombrement : méthode de référence ou de routine, dénombrement de la totalité des colonies ou de colonies caractéristiques ou encore après identification.

XP V 01-003 Décembre 1998 (ICS 67.020, 07.100.30). Hygiène et sécurité des produits alimentaires. Lignes directrices pour l'élaboration d'un protocole de validation de la durée de vie microbiologique. Denrées périssables, réfrigérées.

Ce texte détaille les points importants à respecter lors de l'élaboration d'un protocole de validation de la durée de vie microbiologique : nécessité d'une analyse des dangers, séquence chronologique, microorganismes à considérer, degré de maîtrise des conditions de conservation... Cette durée de vie sera ensuite un des outils nécessaires à la détermination de la date limite de consommation et /ou d'utilisation optimale.

PROJETS DE NORME AFNOR SOUMIS A ENQUETE

Projet NF ISO 15174 (V 04-024) : Lait et produits laitiers. Coagulants microbiens. Détermination de l'activité totale de coagulation du lait.

Projet NF ISO 14378 (V 04-176) : Lait et lait en poudre. Détermination de la teneur en iode. Méthode par chromatographie en phase liquide à haute performance.

Projets NF EN ISO 8968-1/-2/-4/-5 (V 04-221-1/-2/-4/-5). LAIT Détermination de la teneur en azote. Partie 1 : méthode Kjeldahl / Partie 2 : méthode de digestion en bloc (méthode macro) / Partie 4 : détermination de la teneur en azote non protéique / Partie 5 : détermination de la teneur en azote protéique

Projet NF ISO 11814 (V 04-357) : Lait sec. Evaluation de l'intensité de traitement thermique. Méthode par chromatographie liquide à haute performance

Projet V 08-100 : Microbiologie des aliments. Ensemencement et dénombrement des microorganismes à l'aide de la méthode spirale

RENDEZ-VOUS

➤ RAPPEL

**19-24 AVRIL 1999 SEMAINE ANALYTIQUE :
FIL/ISO/AOAC, A OTTAWA (CANADA)**

& en parallèle

**19 AVRIL 1999 : SYMPOSIUM FIL/ISO/AOAC
"LABORATORY ACCREDITATION AND PROFICIENCY
TESTING"**

Pour tout renseignement, prendre contact avec
FIL

Secrétariat
41, square Vergote
B-1030 BRUXELLES
BELGIQUE
Fax : 32/2.733.04.13
mel : info@fil-idf.org
<http://www.fil-idf.org>

➤ AUTRES MANIFESTATIONS

**28 - 30 AVRIL 1999 : SYMPOSIUM FIL A PENANG
MALAYSIA
"RECOMBINED MILK AND MILK PRODUCTS"**

renseignements auprès de la FIL

**9 - 11 JUIN 1999 : 5^E SYMPOSIUM
INTERNATIONAL SUR L'AUTHENTICITE DES
PRODUITS ALIMENTAIRES, A LA BAULE**

Pour tout renseignement, prendre contact avec
Dr M. LEES - C. MENARD
Eurofins Scientific
rue P.A. Bobierre
BP 42301
44323 NANTES CEDEX 3
Télécopie : +33/(0)2.51.83.21.10

15 - 17 JUILLET 1999 : SEMINAIRE FIL A RENNES

**"PROCEDES MEMBRANAIRES ET NOUVEAUX PRODUITS
DANS L'INDUSTRIE LAITIERE**

Pour tout renseignement, prendre contact avec
Prof. J.L. MAUBOIS
Laboratoire de Recherches Laitières INRA
65, rue de Saint-Brieuc
35042 RENNES CEDEX

**1 - 4 AOUT 1999 : IAMFES ANNUAL MEETING, A
DEARBORN, MICHIGAN, ETATS-UNIS**

IAMFES : International Association of Milk, Food and
Environmental Sanitarians

Pour tout renseignement, prendre contact avec
IAMFES

6200 Aurora Ave
Suite 200W
DES MOINES
IA 50322-2863
ETATS-UNIS
Tel : +1/800.369.6337 ou +1/515.276.3344
Télécopie : +1/515.276.8655
mel : iamfes@iamfes.org
<http://www.iamfes.org>

**18 - 21 OCTOBRE 1999 : METROLOGIE 99, 9^E
CONGRES INTERNATIONAL, A BORDEAUX**

Pour tout renseignement, prendre contact avec
Secrétariat Général Métrologie 99
Sandrine GAZAL
Maison de l'entreprise
429, rue de l'Industrie
34966 MONTPELLIER CEDEX 2
Télécopie : +33/(0)4.67.91.33.43

DU COTE DE LA BIBLIO

Vous trouverez ci-joint la liste complète des références
repérées pour notre base de données sur les techniques
analytiques laitières au cours du dernier trimestre.

Si vous souhaitez obtenir des précisions sur ces références, ou
la copie d'un document signalé, n'hésitez pas à prendre contact
avec nous.

Attention, nous vous rappelons que nous ne pouvons
photocopier ni les ouvrages, ni les normes!

➤ **A signaler** : la publication par l'AFNOR des actes de la
journée d'information sur « Normalisation et validation des
méthodes d'analyse microbiologique des aliments »

Cette journée a fait le point sur l'intérêt et le besoin de
normalisation internationale, sur les programmes en cours au
niveau européen (par exemple, celui consacré à *Bacillus cereus*,
dont nous avons rendu compte dans notre n°26). Elle a
également présenté la procédure de validation des méthodes
rapides mise en place par l'AFNOR, le projet MICROVAL,
européen ainsi que des témoignages sur l'utilisation des deux
types de méthodes dans la pratique.