

NOON 00300 03000

2001-2

4<sup>e</sup> trimestre

N°39

# LA LETTRE DE CECALAIT

CECALAIT BP 129 39802 Poligny Cedex TEL : 03.84.73.63.20 TELECOPIE : 03.84.73.63.29  
E-mail : a.baptiste@cecalait.fr ou ph.trossat@cecalait.fr

Rédaction achevée le 1<sup>er</sup> février 2002

rédaction : A. BAPTISTE

Relecture par : E. CHORIN, M. SCHMITT, Ph. TROSSAT

50000 03000

## SOMMAIRE

Caractérisation physico-chimique des fromages : application à l'Emmental français.

Nouveautés dans la réglementation

L'accréditation : vers le référentiel NF EN ISO CEI 17025

Normes et projets de normes parus récemment

Du côté de la biblio...

Validations AFNOR

Rendez-vous

Brèves...

Tableau de l'Avis du JO France du 3/1/2002, (*appareils d'analyse & paiement du lait*)

# Caractérisation physico-chimique des fromages : application à l'Emmental Français

*(Résumé de l'intervention de M SCHMITT – ITFF - lors de l'Assemblée générale 2001 de CECALAIT)*

L'emmental est au cœur d'un marché considérable où se multiplient échanges et produits transformés. Il s'ensuit le besoin d'identifier et de caractériser ce fromage, parmi les autres fromages à pâte dure.

Les différents travaux, anciens et plus récents sur cette question ont recherché des critères discriminants entre ces fromages :

- d'une part en caractérisant les fromages par des méthodes classiques (ES, azote, MG, calcium, AGV...)
- d'autre part en suivant la protéolyse par étude des fractions protéiques par électrophorèse (PAGE) des caséines, d'une part et par CLHP pour les peptides hydrosolubles, d'autre part.

Les résultats ont montré que selon les fromages, certains se distinguent de l'emmental par de nombreux critères, d'autres ne s'en distinguent que par un ou deux critères (teneur en calcium, rapport entre fractions de la caséine  $-\alpha_{S1}/\beta-$ ), d'autres enfin sont très proches de l'emmental et nécessitent une approche multiparamétrique pour pouvoir en être distingués. Au total cependant, les tentatives de constitution de bases de données à partir de ces résultats ont permis d'individualiser les fromages de façon nette et sans exception.

Des travaux complémentaires ont pour objectif de pouvoir reconnaître les fromages fondus fabriqués totalement ou partiellement à partir d'emmental, une analyse indispensable dans le cadre du contrôle de certaines transactions commerciales.

Enfin, des travaux similaires, mais de plus grande ampleur visent à une caractérisation physico-chimique complète de l'emmental français et des emmentals étrangers. Ils devraient aboutir à proposer une "définition" internationale de ces fromages lors des négociations CODEX autour de la norme C9, permettant notamment de les séparer clairement des fromages de type Maasdam.

L'emmental est un poids lourd de la production et de la consommation de fromage en France. Mais c'est également un produit banalisé, présent sur les linéaires sous des formes très diversifiées. Le besoin de l'identifier et de le caractériser, parmi les autres fromages à pâte dure, se fait donc sentir depuis plusieurs années, aussi bien dans un contexte technique que réglementaire. Pour y répondre, il a fallu utiliser à la fois, des méthodes "classiques" pour la détermination de la composition d'un fromage, mais aussi des outils plus "fins" : électrophorèse et CLHP pour l'exploration de la fraction protéique.

## Une importance économique considérable.

L'emmental, pâte pressée cuite, est le plus gros des fromages français, tant par sa taille individuelle (jusqu'à 75 kg) que par le volume produit, à savoir 240 000 t en 2000, ce qui représente plus de 12% de la collecte de lait et plus de 24% de la production française de fromages affinés. Très fréquent en restauration collective et industrielle pour ses aptitudes culinaires, il est également utilisé par près de 95% des consommateurs, aussi bien en l'état que pour la cuisine et représente 1% du chiffre d'affaire alimentaire des grandes et moyennes surfaces, sous des marques et des présentations très diverses. L'importance de ce marché national et international pour un produit qui est souvent transformé ou se présente, en tout cas, sous de multiples aspects en explique et en justifie les besoins d'identification et de caractérisation. La composition de l'emmental a donc été explorée en détail, aussi bien pour ses composants majeurs, que pour ses fractions protéiques, dans le but de constituer une base de données sur ce produit.

Les travaux pour ce faire ont été engagés depuis plusieurs années au LARF, laboratoire d'analyse alimentaire et de recherche fromagère de l'ITFF, anciennement ITG, et se poursuivent encore. Ils se déclinent selon trois volets différents, mais liés :

- la caractérisation de l'emmental parmi d'autres fromages à pâte dure,
- la caractérisation de l'emmental dans les fromages fondus,
- la définition de l'emmental au sein du Codex.

## Emmental et autres fromages à pâte dure

Dans le cadre du développement du marché de l'emmental transformé, principalement sous forme de râpé, l'objectif était de mettre en évidence les caractéristiques de l'emmental au sein d'un ensemble de fromages voisins, pouvant être confondus avec lui, notamment sous forme de râpé, à savoir d'autres fromages à pâte dure. Les caractéristiques d'un grand nombre de ces fromages ont donc été étudiées et comparées afin de constituer une base de données, où des critères discriminants pourraient se faire jour.

A l'exception de premiers travaux de l'ITG sur 4 fromages différents du commerce (Emmental, Gouda, Leerdammer, Raclette), il y avait jusqu'alors peu d'études caractérisant des fromages différents et la plupart de celles entreprises sur un seul fromage n'avaient concerné qu'un faible nombre d'échantillons.

## ➤ LES METHODES DE CARACTERISATION

Ces premiers travaux ont donc été repris et complétés. Ils ont été effectués à la fois sur des échantillons d'emmental français prélevés dans des fromageries, au process de fabrication, relativement bien maîtrisé et sur des fromages du commerce, où la seule information disponible était fournie par l'étiquetage. Leur caractérisation s'est faite :

- d'une part, par des méthodes physico-chimiques classiques visant à déterminer l'extrait sec (ES), la matière grasse (MG), les teneurs en azote, calcium, sel...et aussi en acides gras volatils (AGV)....)

- d'autre part, en étudiant de façon plus fine la fraction protéique.

En effet, *a priori*, tout ce qui a de l'importance dans les différentes étapes de fabrication d'un fromage, à savoir la qualité du lait d'origine, la technologie de fabrication et l'affinage, a un impact sur son niveau de protéolyse. Deux types d'analyse complémentaires ont été choisis pour suivre ce processus. Il s'agit, d'abord de l'étude des fragments protéiques de taille encore assez importante (> 10 000 daltons) obtenus à l'issue de la protéolyse primaire, puis, pour les étapes ultérieures, c'est l'étude de la fraction peptidique hydrosoluble qui a été choisie, parmi les produits de dégradation obtenus.

- La protéolyse primaire a ainsi été suivie par électrophorèse des caséines sur gel de polyacrylamide agarose (PAGE), sous différentes conditions. L'apparition des produits de dégradation des différentes caséines au cours de la protéolyse peut ainsi être mise en évidence et ils peuvent être quantifiés par densitométrie et/ou analyse d'image.

*NB : A noter que cette technique permet également de repérer les ajouts de protéines sériques.*

- le profil de la fraction peptidique hydrosoluble du fromage - qui ne représente qu'une partie des produits de protéolyse - a été obtenu selon une méthode de chromatographie liquide haute performance (CLHP), à phase inversée, développée au LARF, qui permet à la fois leur identification et leur quantification.

Dans un premier temps, un grand nombre d'emmentals français ont été ainsi analysés, afin d'obtenir un ensemble de profils peptidiques, censés prendre en compte toute leur diversité présumée, liée à leur origine géographique, à leur mode de production, semi-artisanal ou industriel, à la saisonnalité...

La figure 1 donne l'exemple d'un profil ainsi obtenu. (Elle est extraite de l'article de CHOPARD M.A., SCHMITT M., PERREARD E. et J.F CHAMBA : Aspect qualitatif de l'activité protéolytique des lactobacilles thermophiles utilisés en fabrication de fromages à pâte pressée cuite. Lait, 2001, V. 81, p. 183-194).

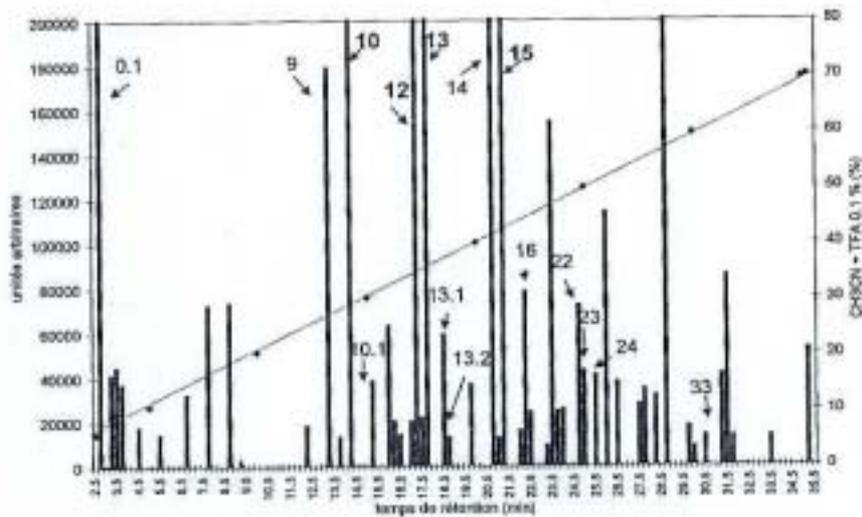


Fig 1 : Représentation schématique du profil peptidique moyen de la fraction hydrosoluble de l'Emmental Français (n=253)

## ➤ CRITERES DISCRIMINANTS

Les résultats obtenus à l'issue de l'analyse de nombreux fromages à pâte dure et de nombreux emmentals français, par les méthodes citées ci-dessus -sauf la CLPH- ont été regroupés et examinés afin de pouvoir caractériser les différents types de fromages..

Certains critères déjà retenus dans les référentiels de définition des emmentals s'y sont effectivement révélés comme critères discriminants. C'est notamment le cas pour le critère "extrait sec (ES), l'un des deux critères analytiques, de base, définissant actuellement l'emmental, à savoir :

**extrait sec ≥ 60% et "gras/sec" ≥ 45% .**

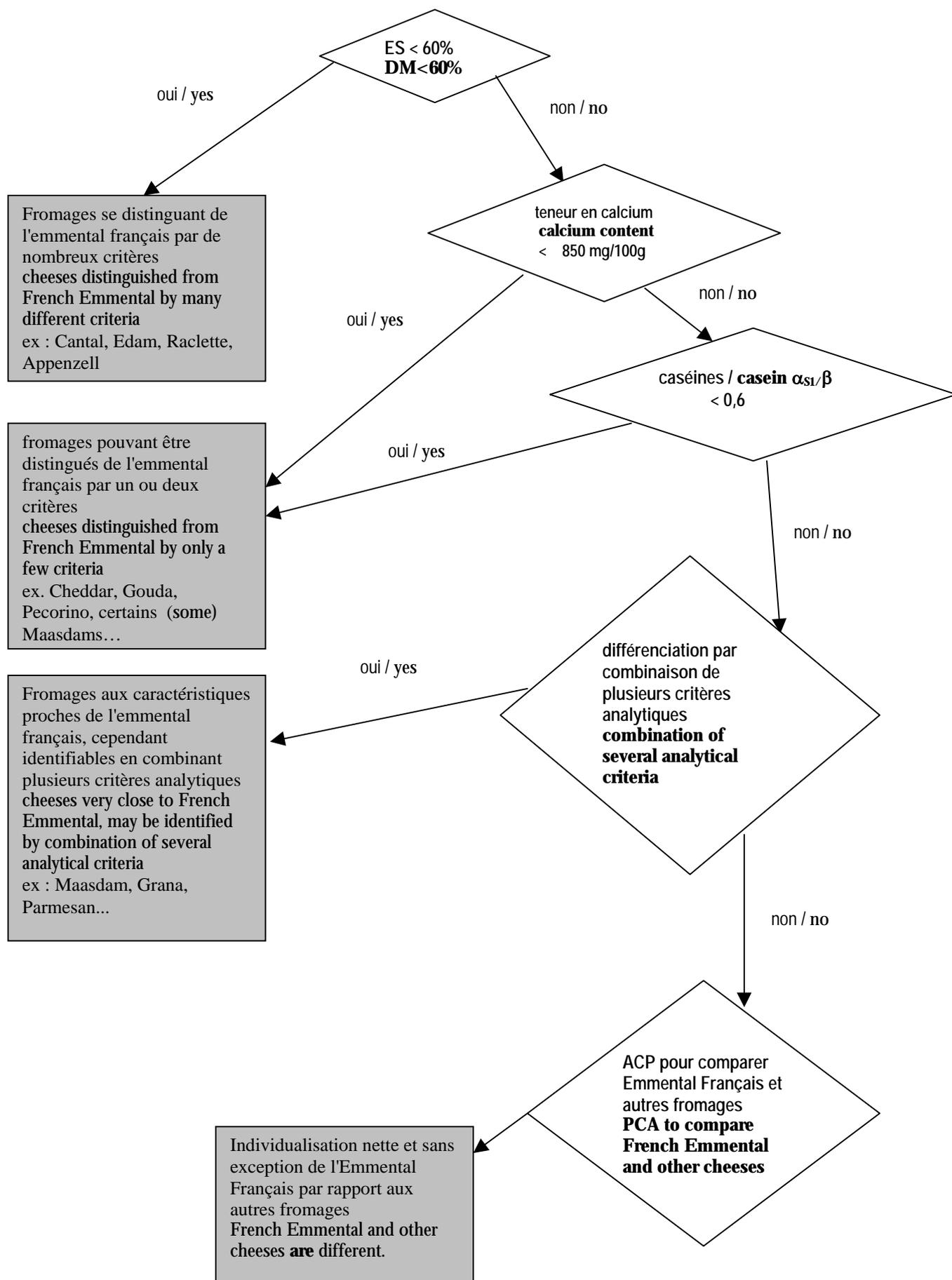
De même, deux des critères importants définis d'après le référentiel de "l'Emmental Français Sélection", construit par la profession, ont été mis en évidence comme critères discriminants. Il s'agit de la teneur en calcium et du rapport entre caséines  $\alpha_{S1}$  et  $\beta$ . Le référentiel stipule ainsi :

- teneur en calcium > 850 mg/100 g de fromage.
- rapport caséines  $\alpha_{S1}/\beta$  > 0,6.

En revanche, l'utilisation du critère de la fermentation propionique, pourtant considéré comme important dans l'emmental, n'a pas été nécessaire ici.

Au final, les pâtes dures, susceptibles d'être confondues avec l'emmental, peuvent ainsi être réparties en plusieurs grands groupes, selon la démarche schématisée ci après (Fig. 2).

Fig. 2 : recherche de critères discriminants dans des fromages à pâte dure, selon les travaux de l'ITFF  
discriminating criteria among hard cheeses in ITFF studies



On y constate qu'un certain nombre de fromages ont des caractéristiques très proches de l'emmental et sont d'identification réellement difficile. Pour ceux-ci, l'ensemble des critères analytiques disponibles, sauf les profils peptidiques, ont fait l'objet d'une analyse statistique multi-dimensionnelle : analyse en composantes principales (ACP). La même démarche a été suivie pour les emmentals français. Au bout du compte, cette démarche a mis en évidence le caractère homogène de cette population, clairement distincte des autres produits, même proches.

En conclusion, la constitution d'une importante base de données avec des résultats de nombreux essais sur des fromages à pâte dure et des emmentals français et l'utilisation d'une analyse multi-dimensionnelle ont permis d'individualiser les fromages de façon nette et sans exception.

En outre, des travaux préliminaires se sont également appuyés sur les profils peptidiques obtenus par CLPH des emmentals français et d'autres pâtes dures aux caractéristiques très proches, dont des Maasdams. Ils ont permis de mettre en évidence des profils caractéristiques, par simple observation, dans un premier temps, des pics majeurs.

### ➤ CARACTERISATION DE L'EMMENTAL DANS LES FROMAGES FONDUS

Il s'agit d'un cas particulier de la démarche de caractérisation, rendu nécessaire dans le cadre du contrôle de certaines transactions commerciales. En effet, les accords du GATT prévoyaient des droits d'importation à taux réduit sur les fromages fondus, fabriqués à partir d'Emmental. Mais, il n'existe, à l'heure actuelle, aucun moyen de contrôler si c'est cette matière première qui a été utilisée ou non pour fabriquer le fromage fondu ! La profession a donc demandé au LARF d'engager des travaux visant à y mettre en évidence la présence ou l'absence d'Emmental afin de fournir au laboratoire central des Douanes des éléments permettant de développer une méthode de contrôle.

Pour savoir si le processus de "fonte" modifie les caractéristiques des fromages, il fallait disposer de fromages fondus aux matières premières bien caractérisées, puis les soumettre aux méthodes de caractérisation citées ci-dessus, ie "physico-chimie", électrophorèse des caséines et CLHP de la fraction peptidique hydrosoluble.

Des fromages fondus pilotes ont donc été fabriqués, à partir de différents mélanges de Cheddar et d'Emmental Français, selon un processus volontairement très dénaturant (notamment du point de vue thermique).

Les fabrications ont été réalisées à l'ENIL de Mamirolle dans les conditions suivantes : pilote STEPHAN 24 kg, 300 à 3000 rpm, 118°C maximum. Elles ont donné des fromages fondus simples, à savoir, fabriqués uniquement à partir de matière première fromagère, de beurre pour la standardisation en matière grasse, de sels de fonte et d'eau. Les conditions de fabrication devaient aboutir à un ES assez proche de 50%. 4 types de matières premières fromagères ont été utilisées, à savoir :

- Emmental uniquement : fromage fondu, dénommé ci-dessous 100E,
- Cheddar uniquement : fromage fondu, dénommé ci-dessous 100C,
- mélanges Emmental - Cheddar, dans les proportions 75% Emmental, 25% Cheddar et vice-versa, dénommés ci-dessous : fromage fondu 75E, respectivement 75C.

Le tableau 1 donne quelques unes des principales caractéristiques de composition déterminées dans les matières premières utilisées (au même stade d'affinage) et dans les fromages fondus ainsi fabriqués.

tableau 1 : caractérisation des fabrications de fromages fondus et de leurs matières premières fromagères

table 1 : characterization of the pilot processed cheese and of the raw material used.

	ES %	G/S %	NS/NT	$\alpha_{S1}\beta$	calcium mg/100g
Emmental	63,85	47,77	0,18	0,95	1025
Cheddar	60,95	53,16	0,15	0,40	800
100E	42,04	49,95	0,18	0,95	nd
100C	45,09	49,9	0,14	0,40	nd
75E	44,66	49,98	0,17	0,70	nd
75C	44,97	49,81	0,16	0,45	nd

nd : non déterminé / not determined

ES : extrait sec / dry matter

G/S : gras/sec / fat/dry matter

NS/NT : azote soluble/azote total /soluble nitrogen/total nitrogen

Ces résultats montrent que les caractéristiques marquantes de composition de l'Emmental et du Cheddar d'origine, notamment le rapport caséines  $\alpha_{S1}\beta$ , se retrouvent bien dans les fromages fondus 100E et 100C.

En revanche, dans les fromages fondus de mélanges, les valeurs obtenues sont des intermédiaires entre les valeurs d'origine des matières premières.

De même, dans les profils de peptides hydrosolubles, obtenus par CLHP, les pics particuliers, correspondant aux deux types de fromages matière première se retrouvent dans les fabrications qui en sont issues. Ainsi, les mêmes pics, aux mêmes temps de rétention, s'observent dans l'Emmental matière première et dans les fromages fondus contenant de l'Emmental. L'analyse comparée des surfaces des pics caractéristiques peut, en outre, permettre de retrouver les proportions du mélange initial.

En conclusion, les possibilités d'identification des fondus obtenues dans ce cas simple sont encourageantes. Essayer d'appliquer ces méthodes à des produits fromagers plus complexes (autres processus de fabrication, présence d'additifs protéiques...etc...) pourrait donc être envisagé.

## ➤ DEFINITION DE L'EMMENTAL FRANCAIS

Les besoins de caractérisation des fromages se font également sentir dans le cadre des négociations du Codex sur la norme C9 définissant l'Emmental. Les pays producteurs "traditionnels" d'Emmental et les "nouveaux" producteurs d'Emmental ou de Maasdam y sont en conflit, notamment autour d'allègements souhaités par ceux-ci dans les nombreuses spécifications actuelles de l'Emmental.

Pour justifier l'importance des points qu'ils défendent, les professionnels français (SIGF) doivent pouvoir s'appuyer sur une caractérisation complète de leurs produits, mais aussi des produits similaires et/ou concurrents.

Pour mémoire, le SIGF s'attache, entre autres, aux spécifications suivantes :

- durée minimale d'affinage
- interdiction du dé lactosage
- interdiction de l'ajout d'enzymes d'affinage
- définition de la forme, de la taille et du poids dans la norme
- température de chauffage du caillé  $\geq 50^{\circ}\text{C}$
- présence de trous

Pour répondre à la demande de la profession, l'ITFF a donc entrepris de nouveaux travaux de caractérisation pour compléter les résultats déjà obtenus sur les Emmentals Français.

Il s'agit :

- d'analyser des emmentals d'origine étrangère pour aboutir à leur caractérisation physico-chimique complète et la comparer à ce qui a été obtenu pour les emmentals français.
- de procéder de même à la caractérisation physico-chimique complète des Maasdams, dans le but de définir un référentiel pour ce type de fromage
- de caractériser complètement, enfin, des fabrications expérimentales, où la taille et/ou la température de chauffage du caillé diffèrent sensiblement des spécifications françaises actuelles.

Ces travaux sont pour la plupart encore en cours. Par rapport aux Emmentals d'autre provenance ou aux Maasdams, certains

critères définis plus haut semblent encore applicables ; d'autres devront sans doute être revus....Quoi qu'il en soit, l'objectif reste d'aboutir à une proposition de "définition" internationale des Emmentals lors des négociations CODEX autour de la norme C9, permettant notamment de les séparer clairement des fromages de type Maasdam.

## En conclusion

La caractérisation physico-chimique des fromages de type pâte dure, dont les emmentals est une entreprise longue et semée d'embûches...Elle est cependant fondamentale pour garantir la loyauté des échanges commerciaux pour ces produits. Elle implique le plus souvent la création de banques de données sur la composition physico-chimique, même très fine, de ces fromages et l'utilisation d'analyses statistiques multi-paramétriques pour séparer les familles proches, mais néanmoins différentes.

### Abréviations

ACP : Analyse en composantes principales = PCA : **principal components analysis**

AGV : acides gras volatils = **volatil fatty acids**

CLHP : chromatographie liquide à haute performance = HPLC : **high performance liquid chromatography**

ES : extrait sec = **dry matter**

G/S : gras/sec = **fat/dry matter**

GATT : **General Agreement on Tariffs and Trade**, (*devenu OMC, now WTO*)

ITFF : Institut Technique Français des Fromages (*anciennement ITG*)

ITG : Institut Technique du Gruyère

LARF : Laboratoire d'Analyse Alimentaire et de Recherche Fromagère

MG : matière grasse = **fat**

NS : azote soluble = **soluble nitrogen**

NT : azote total = **total nitrogen**

PAGE : polyacrylamide agar gel electrophoresis

SIGF : Syndicat Interprofessionnel du Gruyère Français

### Bibliographie

- ♦ **CHOPARD M.A., SCHMITT M., PERREARD E. et CHAMBA J.F.** Aspect qualitatif de l'activité protéolytique des lactobacilles thermophiles utilisés en fabrication de fromages à pâte pressée cuite. Lait, 2001, V. 81, p. 183-194

## Nouveautés dans la réglementation

### FRANCE

**Avis du 3 janvier 2002, relatif aux appareils d'analyse utilisés dans le cadre du paiement du lait en fonction de sa composition et de sa qualité.** Cet avis abroge l'avis précédent, sur le même thème, paru au JO du 6/12/2000. Il donne la liste des appareils autorisés d'emploi par la Commission Scientifique et Technique dans le cadre du paiement du lait.

Cet avis n'étant pas consultable sur Legifrance, nous reproduisons à la fin de cette Lettre le tableau qu'il contient.

Arrêté du 14 novembre 2001, modifiant l'arrêté du 5/9/1989, relatif à l'emploi de **préparations enzymatiques** dans la fabrication de certaines denrées destinées à l'alimentation humaine (JO France du 7/12/2001). Ce texte modifie l'annexe du texte d'origine, en y ajoutant plusieurs préparations enzymatiques. Une seule enzyme concerne les produits laitiers ; il s'agit d'une protéase provenant de *Bacillus licheniformis*, utilisable en fromagerie, à l'exclusion des fromages à appellation d'origine.

Décret n° 2001-1097 du 16 novembre 2001, relatif au traitement par **ionisation des denrées destinées à l'alimentation humaine ou animale** (JO France du 23/11/2001). Ce texte se réfère aux directives européennes en la

matière -1999/2 & /3. Il donne les sources et les doses d'irradiation autorisées et détaille les obligations d'étiquetage des denrées ainsi traitées. Il précise, en outre que la liste des denrées pouvant être soumise à ce traitement sera fixée par arrêté conjoint des ministères de la Consommation, de l'Agriculture et de la Santé, après avis de l'AFSSA.

**Arrêté du 7 novembre 2001, portant autorisation des traitements de système d'information de la Direction Générale de l'alimentation.** (JO France du 17/11/2001). Ce texte signale la constitution d'une base de données nationale par le CERI -Centre d'Etudes et de Réalisations Informatiques du Ministère de l'Agriculture- en vue d'une gestion harmonisée de différentes missions exercées par les services vétérinaires et phytosanitaires déconcentrés, dépendant de la DGAI. Ces missions concernent la sécurité des aliments, la santé des animaux, la protection des animaux et végétaux et de l'environnement. Le texte décrit le type d'informations que contiendra la base et en détaille notamment la liste des informations nominatives. Il en précise, en outre, les destinataires, ainsi que les droits d'accès.

**Décret n° 2001-1071 du 15 novembre 2001, portant application du code de la consommation et relatif aux limites maximales en contaminants autorisés dans les denrées destinées à l'alimentation humaine** (JO France du 18/11/2001). Ce texte décide que les articles du Code de la Consommation sur ces points s'appuient désormais sur les règlements européens en la matière -à savoir 315/93 & 194/97 et leurs éventuelles modifications-

**Décret n° 2001-1072 du 15 novembre 2001, portant application du code de la consommation en ce qui concerne l'étiquetage des denrées et des ingrédients alimentaires contenant des additifs et des arômes génétiquement modifiés ou produits à partir d'organismes génétiquement modifiés** (JO France du 18/11/2001). Ce décret est dans le même esprit que le précédent, et renvoie, lui, au règlement 50/2000.

**Arrêté du 9 octobre 2001, modifiant l'arrêté du 2 octobre 1997 modifié relatif aux additifs pouvant être employés dans la fabrication des denrées destinées à l'alimentation humaine** (JO France du 11/11/2001). Ce texte complète les listes des critères de pureté d'un certain nombre d'additifs, autres qu'édulcorants et colorants, données à l'annexe VI-C du texte d'origine.

**Arrêté du 25 octobre 2001, relatif au retrait de la consommation humaine des denrées alimentaires d'origine animale contaminées par des résidus de pesticides** (JO France du 7/11/2001). Ce texte est la transposition en droit français de la directive 2001/39 du 23/5/2001 (prohexadione...) que nous avons signalée précédemment.

**Arrêté du 11 octobre 2001, relatif à l'emploi de vitamine D dans le lait et les produits laitiers frais (yaourts et laits fermentés, fromages frais) de consommation courante** (JO France du 19/10/2001). Conformément à l'avis de l'AFSSA du 1<sup>er</sup> juin 2001, ce texte autorise l'enrichissement en vitamine D du lait, des yaourts, laits fermentés et fromages frais de consommation courante. Les teneurs maximales autorisées sont :

1 µg pour 100 ml de lait (soit 20% de l'apport journalier recommandé) et 1,25 µg pour 100g de produit laitier frais (soit 25% de l'apport journalier recommandé).

*Les lois, arrêtés, décrets et circulaires sont consultables sur <http://www.legifrance.gouv.fr>.*

## ➤ à signaler également

**Arrêté du 30 octobre 2001** modifiant l'arrêté du 20 juillet 1998 fixant les conditions techniques et hygiéniques applicables au transport des aliments (JO France du 22/11/2001).

**Arrêtés des 19 octobre 2001 & 2 janvier 2002**, modifiant l'arrêté du 3/4/1996, fixant les conditions d'agrément des établissements d'entreposage des denrées animales et d'origine animale (JO France des 30/10/2001 et 4/1/2002).

**Arrêté du 19 octobre 2001** modifiant l'arrêté du 9 mai 1995 réglementant l'hygiène des aliments remis directement au consommateur (JO France du 30/10/2001)

Dans ces trois textes, les modifications par rapport aux textes d'origine, concernent toutes la viande et sont à relier aux mesures de précaution face au risque de l'ESB.

**Arrêté du 8 janvier 2002** relatif à l'agrément et aux contrôles et vérifications des installations de traitement des denrées par ionisation (JO France du 16/1/2002).

## ↳ Avis de l'AFSSA

Le 17 janvier 2002, l'AFSSA a publié un avis (rendu le 29 octobre 2001) sur la classification des aliments selon le danger représenté par *Listeria monocytogenes* et sur une proposition de lignes directrices pour la réalisation de tests de croissance de *Listeria monocytogenes* dans les aliments.

L'avis s'adresse à la fois aux professionnels et au public (surtout l'animation "Classification des aliments : mode d'emploi" sur le site de l'AFSSA). Les aliments y sont notamment classés en trois catégories par rapport au risque *Listeria* :

- aliments sûrs
- aliments sensibles où la bactérie peut se développer après contamination initiale et conservation dans des conditions inappropriées
- aliments à risque maîtrisé, soumis à des mesures de maîtrise microbiologique adaptées ou à un traitement bactéricide, mais qui doivent faire l'objet d'une conservation ou d'une cuisson convenables pour rester sans risque.

Des discussions et concertations sur cet avis apparaissent cependant nécessaires, à la fois par rapport :

- aux consommateurs, susceptibles de confondre les différentes catégories,
- aux professionnels, pour lesquels les modalités de réalisation des tests de croissance semblent éloignées des réalités industrielles

A suivre donc et à retrouver sur : <http://www.afssa.fr/actualites/>.

Pour la discussion, voir notamment le courrier de "Remarques sur l'Avis" adressé à l'AFSSA par l'ASEPT sur : <http://www.asept.fr>

## UNION EUROPEENNE

Directive 2001/114/CE du Conseil du 20 décembre 2001 relative à certains **laits de conserve partiellement ou totalement déshydratés** destinés à l'alimentation humaine (JOCE L15 du 17/1/2002)

Ce texte autorise l'adjonction de vitamines dans les laits partiellement ou totalement déshydratés, dont la définition est rappelée dans son annexe. Il abrogera la directive 76/118/CE sur le même sujet, à compter de juillet 2003.

Décision 2001/873/CE de la Commission du 4 décembre 2001 rectifiant 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** (JOCE L325 du 8/12/2001)

L'erreur portait sur la date de mise en œuvre de la directive : à partir d'avril 2002 et non pas 2003.

Règlement 2375/2001 du Conseil du 29 novembre 2001 modifiant le règlement 466/2001 de la Commission portant fixation de **teneurs maximales pour certains contaminants dans les denrées alimentaires** (JOCE L321 du 6/12/2001)

Ce texte rajoute à l'annexe du règlement d'origine, une section portant sur les teneurs maximales en dioxines (PCDD & PCDF) autorisées dans certains aliments. Pour le lait et les produits laitiers, cette valeur est : 3pg ITEQ/g de matière grasse. [ITEQ : International Toxic Equivalency Quantity]. Le règlement précise en outre, que cette section sera réexaminée avant fin 2004 par rapport aux PCB et avant fin 2006 pour la compléter avec d'autres denrées alimentaires et diminuer les teneurs maximales.

Règlements 2162/2001, 2584/2001 & 77/2002 des 7 novembre, 19 décembre 2001 & 17 janvier 2001 modifiant les annexes 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 L291 du 8/11/2001, L 345 du 19/12/2001 & L16 du 18/1/2002).

Le premier texte modifie les trois annexes, les deuxième et troisième textes, uniquement les annexes I et III.

Quelques composés organiques -dont le pantothénate de sodium et le laurylsulfate d'ammonium- sont ainsi rajoutés à la liste des substances non soumises à LMR de l'annexe II.

Pour les autres annexes, ont été rajoutées :

- à la liste des LMRs de l'annexe I :
  - l'antibiotique : céfacétrile : 125 µg/kg de lait ; l'antiprotozoaire : imidocarbe : 50 µg/kg de lait ; les progestagènes : : chlormadinone : 2,5 µg/kg de lait chez les bovins , acétate de flugestone : 1 µg/kg de lait chez les ovins.
- à la liste des substances à LMR provisoire de l'annexe III :
  - l'antibiotique : kanamycine : 150 µg/kg de lait ; le progestagène : acétate de flugestone : 1 µg/kg de lait chez les caprins.

### ➤ à signaler également

Directive 2001/102/CE du Conseil du 27 novembre 2001 modifiant la directive 1999/29/CE concernant les substances et produits **indésirables dans l'alimentation des animaux** (JOCE L6 du 10/1/2002).

Ce texte concerne la teneur en dioxines dans l'alimentation animale

Directive 2001/101/CE de la Commission du 26 novembre 2001 modifiant la directive 2000/13/CE du Parlement européen et du Conseil relative au rapprochement des législations des États membres concernant **l'étiquetage et la présentation des denrées alimentaires ainsi que la publicité faite à leur égard** (JOCE du 28/11/2001)

Directive 2001/82/CE du Parlement européen et du Conseil du 6 novembre 2001 instituant un code communautaire relatif aux **médicaments vétérinaires** (JOCE du 28/11/2001)

↪ Une liste, mise à jour, des **méthodes de détection normalisées CEN, des aliments ionisés**, publiée (en anglais, le 22/1/2001) par la DG 24. "Information on analytical methods for the detection of irradiated foods standardised by the European Committee for Standardisation" sur [http://europa.eu.int/comm/food/fs/sfp/fi07\\_en.html](http://europa.eu.int/comm/food/fs/sfp/fi07_en.html)

*Les Journaux Officiels de l'Union Européenne des 45 derniers jours sont consultables sur <http://europa.eu.int/eur-lex/fr/roj>*

*Les textes plus anciens peuvent être consultés selon un classement thématique sur <http://europa.eu.int/eur-lex/fr/lif> ou recherchés selon leur date sur [http://europa.eu.int/eur-lex/fr/search/search\\_lif.html](http://europa.eu.int/eur-lex/fr/search/search_lif.html)*

# L'accréditation : vers le référentiel NF EN ISO CEI 17025

(Résumé de l'intervention de M CHORIN – COFRAC - lors de l'Assemblée générale 2001 de CECALAIT)

Le référentiel d'accréditation des laboratoires était jusqu'alors la norme EN 45001. Depuis quelques mois, un nouveau référentiel se met en place: la norme NF EN ISO CEI 17025, qui doit avoir totalement remplacé le précédent d'ici au 1<sup>er</sup> janvier 2003.

Les différences entre les deux référentiels portent essentiellement sur la métrologie, les incertitudes, les échantillonnages, les avis et interprétations et enfin la validation des méthodes.

Le nouveau référentiel contribue, d'une part, à simplifier la situation métrologique des laboratoires et d'autre part, les charge d'établir leur programme de raccordement. En ce qui concerne les incertitudes, il impose avant tout d'en identifier et d'en évaluer les différentes composantes. Au cours des audits 2002, le COFRAC vérifiera que les laboratoires ont bien tenu compte de ces exigences puis, par la suite, il établira une doctrine valable pour l'ensemble des laboratoires. La norme stipule, par ailleurs, que les laboratoires qui souhaitent inclure la procédure d'échantillonnage dans l'accréditation, doivent disposer de plans et de procédures d'échantillonnage. Les règles régissant la formulation des avis et interprétations inclus dans les rapports d'essai y sont, en outre, clairement précisées. Enfin, une nouveauté majeure apportée par la nouvelle norme est la validation des méthodes développées à partir de méthodes normalisées, voire propres au laboratoire.

Sous la pression de la réglementation ou de leur clientèle, un nombre sans cesse croissant de laboratoires d'analyse et de métrologie, d'organismes de certification ou d'inspection se lancent dans une procédure d'accréditation. L'organisme français chargé des accréditations est le COFRAC, association "faisant autorité pour la reconnaissance des compétences des organismes de contrôle". Celui-ci s'appuie sur un référentiel, décrit jusqu'à présent dans la norme NF EN 45001 (décembre 1989), qui sur une période de 2 ans, jusqu'en janvier 2003 va basculer progressivement sur la norme NF EN ISO CEI 17025 (mai 2000), plus complète et plus précise que le texte d'origine sur un grand nombre de points, dont la métrologie, les incertitudes, les échantillonnages, les avis et interprétations et enfin la validation des méthodes.

## La transition vers un nouveau référentiel

Une demande d'accréditation auprès du COFRAC est une démarche volontaire qui se déroule en plusieurs étapes successives :

- demande officielle écrite auprès du COFRAC,
- réception d'un dossier comprenant un questionnaire d'évaluation,
- organisation de l'audit initial, effectué sur 2 jours par un qualifié et un expert technique du domaine. Ceci suppose qu'au préalable il y ait eu :
  - proposition d'équipe (*qui peut être refusée par le demandeur*),
  - prises de dates,
  - communication des documents.
- examen du rapport d'audit par une Commission Permanente d'Accréditation et la structure permanente du COFRAC,
- décision.

L'audit se fait sur la base d'un référentiel. Pour les laboratoires, il s'agissait jusqu'alors de la norme EN 45001, de décembre 1989. Or, ce texte a été remplacé en mai 2000 par la norme EN ISO 17025, qui :

- "en étend le domaine d'application à tous les laboratoires,
- modifie les exigences relatives aux systèmes qualité pour les mettre en cohérence avec les normes ISO 9001 et 9002." (In AFNOR - norme NF EN ISO/CEI 17025, page 1)

La transition entre les deux référentiels s'est faite progressivement de janvier à octobre 2001 puisque les laboratoires avaient la possibilité d'opter pour l'un ou l'autre comme référentiel d'accréditation. D'octobre 2001 à janvier 2002, le COFRAC s'est appuyé sur la nouvelle norme sauf pour certains audits initiaux. Depuis janvier 2002, le COFRAC réalise tous ses audits, initiaux ou de surveillance (c'est à dire dans les 12 mois après l'audit initial) selon le nouveau référentiel, avec pour objectif que tous les laboratoires soient accrédités selon ce texte au 1<sup>er</sup> janvier 2003. Il faut noter que pendant toute cette période de transition, les audits de surveillance seront eux aussi réalisés par un auditeur technique et un auditeur qualifié et non plus par un seul auditeur, cumulant les deux compétences.

## Principales différences entre les deux référentiels

### ➤ METROLOGIE

Dans la norme 17025, les exigences concernant la métrologie sont principalement regroupées dans la partie 5 : prescriptions techniques, et notamment dans les paragraphes "5.5 Equipements" et "5.6 Traçabilité du mesurage". Pour y satisfaire, trois étapes sont nécessaires :

- identifier tout équipement susceptible d'avoir un effet sur l'exactitude ou la validité du résultat de l'essai, de l'étalonnage ou de l'échantillonnage.
- établir ensuite un programme de raccordement pour les étalons et équipements concernés.

Pour cela, les laboratoires devront préciser dans chaque cas, l'étendue de mesure et les incertitudes d'étalonnage et éventuellement les conditions d'utilisation de l'étalon.

▪ les raccorder effectivement.

Cette dernière étape implique de prouver le raccordement par un certificat d'étalonnage ou un constat de vérification émis, soit :

- par le Laboratoire National de Métrologie (LNM),
- par un signataire des accords de reconnaissance européens, c'est à dire une instance de type COFRAC,
- par le laboratoire d'essais pour son propre compte.

Par rapport aux documents 1002 et 2002 afférents à l'ancien référentiel, la nouvelle norme contribue d'une part à uniformiser la situation métrologique des laboratoires -puisque les 4 situations admises par les textes antérieurs disparaissent-. D'autre part, elle charge les laboratoires d'établir leur programme de raccordement.

## ➤ INCERTITUDES

Dans cette norme 17025, elles sont évoquées, toujours dans la partie 5 : prescriptions techniques, au paragraphe "5.4.6. Estimation de l'incertitude de mesure".

Pour les audits effectués selon la nouvelle norme, l'auditeur vérifiera, en fait, que le laboratoire a commencé à identifier et à évaluer les différentes composantes de l'incertitude et donc à réfléchir à son programme de calcul d'incertitude. Vu le volume de travail nécessaire, il ne saurait être question, en effet, d'exiger des laboratoires qu'ils aient calculé l'ensemble des incertitudes pour l'ensemble de leurs essais ! (dans un premier temps, tout du moins).

Toutefois, l'ensemble des travaux effectués sur les incertitudes sera rassemblé grâce aux rapports d'audit et autres observations de terrain, puis examiné par les CPA afin que le COFRAC puisse en tirer une doctrine sur la question. Il s'agit, par exemple, de préciser si les calculs basés sur la reproductibilité des méthodes sont suffisants ou s'il faut, en plus, procéder pour chaque méthode à des calculs plus complexes, tenant compte des lois de propagation, de tous les facteurs d'influence...etc...La doctrine du COFRAC est d'ailleurs susceptible d'évoluer au fil des informations complémentaires obtenues par les observations et calculs de terrain.

Par la suite, les auditeurs seront chargés de vérifier comment les laboratoires mettent en place l'application de cette doctrine.

En outre, la norme prévoit que les rapports d'essais (paragraphe 5.10.3) doivent inclure des informations sur les incertitudes de mesure dans les cas suivants :

- à la demande du client,
- en cas de déclaration de conformité à une spécification donnée, si l'incertitude en affecte les limites,
- quand la méthode mentionne des tolérances limites ou des seuils à atteindre,
- quand la méthode donne une liste des composants ayant une influence sur le résultat de l'essai.

## ➤ ECHANTILLONNAGE

Ce point, évoqué dans le paragraphe 5.7 de la norme ne concerne que les laboratoires amenés à procéder, pour eux-mêmes ou pour le compte de leurs clients, à l'échantillonnage de substances, matériaux ou produits en vue d'essais ou d'étalonnages ultérieurs. La norme rappelle qu'il s'agit alors de prélever une partie d'une substance, matériau ou produit pour obtenir en vue d'essais ou d'étalonnage, un échantillon représentatif de la totalité.

Dans ce cas, les laboratoires, qui souhaitent inclure la procédure d'échantillonnage dans l'accréditation, doivent disposer d'un plan et d'une procédure d'échantillonnage, disponibles, en outre sur les lieux de prélèvement. Les plans doivent se baser sur des

méthodes statistiques appropriées -quand cela est raisonnable !- Quant aux procédures, elles se doivent de prendre en compte l'ensemble des facteurs à maîtriser pour que les résultats des essais et étalonnages soient valides. Les informations principales concernant ces plan et procédure d'échantillonnage doivent être reportées dans le rapport d'essai ou le certificat d'étalonnage.

En fait, la plupart des laboratoires prestataires n'ont aucune prise sur cette question, car, ils ne reçoivent en général qu'un seul échantillon de leurs clients. Dans ce cas, en effet, aucun plan d'échantillonnage ne peut être prévu et le laboratoire ne peut être accrédité sur ce point. Le rapport d'essai doit d'ailleurs préciser que les résultats concernent uniquement "l'objet" de l'analyse et ne peuvent être étendus à tout un lot. En aucun cas, la responsabilité du laboratoire ne saurait être engagée par rapport à un échantillonnage non représentatif. Il reste que le laboratoire peut suggérer des améliorations d'échantillonnage à son client. Toutefois, dans certains cas, il est possible que les prélèvements soient effectués par une tierce partie, pouvant alors être accréditée pour ce point.

## ➤ AVIS ET INTERPRETATIONS

Les rapports d'essai (partie 5.10) peuvent contenir des avis ou interprétations, complétant un résultat d'analyse ou d'étalonnage. Ils doivent cependant être clairement signalés comme tels. Il peut s'agir notamment de :

- Déclaration de conformité ou non conformité des résultats par rapport à des prescriptions,
- Respect des exigences contractuelles,
- Recommandations sur la façon d'utiliser des résultats,
- Recommandations à suivre pour des améliorations.

Un même rapport peut contenir des avis et interprétations sur des essais accrédités ou non. Mais les deux doivent être clairement distingués. Enfin, même s'ils peuvent être communiqués oralement, il importe cependant d'en conserver une formulation par écrit, notamment pour préciser les bases sur lesquelles ils s'appuient. Dans la pratique, avis et interprétations sont parfois d'un maniement délicat car il ne s'agit en aucun cas de fournir des prestations de type "conseil" ou "expertise".

## ➤ VALIDATION DES METHODES

La validation des méthodes d'étalonnage, d'essais ou d'analyses est une nouveauté majeure apportée par la nouvelle norme (partie 5.4.5). Toutefois, depuis plusieurs années déjà, le COFRAC avait inclus l'exigence de validation des méthodes internes dans son référentiel d'accréditation des laboratoires.

La norme rappelle qu'il s'agit "d'une confirmation par examen et apport de preuves objectives du fait que sont remplies les prescriptions particulières en vue d'une utilisation prévue déterminée".

Du point de vue du client, c'est donc une garantie particulièrement importante. Du point de vue du laboratoire, la validation doit prouver les compétences de ceux qui :

- auront utilisé des méthodes non normalisées,
- auront adapté des méthodes normalisées en dehors de leur domaine d'application prévu,

- auront conçu et/ou développé de nouvelles méthodes.

Avec ce nouveau référentiel, l'accréditation pourra donc concerner non seulement les utilisateurs de méthodes normalisées, mais aussi ceux qui les auront adaptées, voire ceux qui auront conçu de nouvelles méthodes.

## En conclusion

Le nouveau référentiel NF EN ISO CEI 17025 est beaucoup plus complet que l'ancienne norme EN 45001. Les principaux points d'évolution entre les deux textes portent sur la métrologie, les incertitudes, l'échantillonnage, les avis ou interprétations et la validation de méthodes. Le nouveau référentiel couvre ainsi la totalité de la prestation, du prélèvement aux interprétations et s'oriente toujours vers la satisfaction du client.

## Abréviations

AFNOR : Association Française de Normalisation  
 CEI : Commission Electrotechnique Internationale  
 COFRAC : Comité Français d'Accréditation  
 CPA : Commission Permanente d'Accréditation  
 EN : norme européenne  
 ISO : International Standardization Organization  
 LNM : Laboratoire National de Métrologie

## Bibliographie

- ♦ norme NF EN 45001 (AFNOR X 50-061). Critères généraux concernant le fonctionnement de laboratoires d'essais, décembre 1989, 13 pages (*remplacée par la norme ci-dessous le 5/5/2000*)
- ♦ norme NF EN ISO/CEI 17025 (AFNOR X 50-061). Prescriptions générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais, mai 2000, 29 pages

## Normes et projets de normes parus récemment (reçus entre Octobre 2001 et Février 2002)

### NORMES FRANCAISES ET INTERNATIONALES

**NF EN ISO 1211 (AFNOR V 04-214) décembre 2001 (ICS 67.100.10 Lait)** LAIT. Détermination de la teneur en matière grasse. *Méthode gravimétrique*

Ce texte fait suite au projet de même intitulé, paru en janvier 2001. Il annule et remplace la norme NF EN ISO 1211 d'octobre 1995. Le nouveau texte s'aligne sur la norme ISO 1211:1999. Les modifications principales par rapport à la version antérieure concernent donc :

- la possibilité d'utiliser du pentane en lieu et place de l'éther de pétrole,
- les essais à blanc pour les réactifs : cette partie s'étoffe notablement, mais le seuil toléré pour les résidus de réactifs de cet essai à blanc passe à 1,0 mg (au lieu de 0,5 mg)

**NF ISO 17410 (AFNOR V 08-033) novembre 2001 (ICS 07.100.30 : microbiologie alimentaire)** MICROBIOLOGIE DES ALIMENTS. Méthode horizontale pour le dénombrement des microorganismes psychrotrophes.

Ce texte fait suite au projet de même intitulé, paru en juin 1999. Le dénombrement se fait par comptage des colonies sur milieu PCA, avec adjonction recommandée de lait en poudre écrémé, en cas d'analyse de produits laitiers, à 6,5°C et après 10j d'incubation.

**ISO 5725-3/AC1:2001 octobre 2001 (ICS 03.120.30 : application des méthodes statistiques)** Rectificatif technique 1 à la norme ISO 5725-3 de décembre 1994 (Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure - partie 3 : mesures intermédiaires de la fidélité d'une méthode de mesure normalisée.)

Il s'agit de la rectification de fautes de frappe dans des formules de calcul en page 14 et 17.

**ISO 5725-6/AC1:2001 octobre 2001 (ICS 03.120.30 : application des méthodes statistiques)** Rectificatif technique 1 à la norme ISO 5725-6 de décembre 1994 (Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure - partie 6 : utilisation dans la pratique des valeurs d'exactitude)

Ce texte remplace le tableau 14, donné en page 35, dans l'exemple consacré à la détermination du fer dans les minerais de fer, par un nouveau tableau.

**NF EN ISO 8261 = FIL 122:2001, (AFNOR V 04-018), octobre 2001. (ICS 07.100.30 : microbiologie alimentaire, 67.100.01 : lait et produits laitiers en général)** LAIT ET PRODUITS LAITIERS Lignes directrices générales pour la préparation des échantillons pour essai, de la suspension mère et des dilutions décimales en vue de l'examen microbiologique.

Nous avons signalé la parution de cette norme dans notre précédent numéro, mais sans pouvoir donner plus de détails, n'ayant pas encore le texte.

Elle fait suite au projet de même intitulé, paru en juin 1999. Il s'agit d'une norme conjointe FIL/ISO/AOAC qui **annule et remplace la norme FIL 122C:1996.**

Les modifications par rapport à la version antérieure concernent principalement le mode de préparation des dilutions primaires. On donne ainsi des précisions supplémentaires pour la préparation des dilutions primaires à partir des caséines, notamment en cas de problèmes de solubilité des grains de caséine. Par ailleurs, le mode opératoire pour les échantillons de crème anglaise, desserts et crème douce est maintenant séparé de celui des laits fermentés et de la crème acide. Enfin, le nouveau texte décrit une procédure de réactivation de la dilution primaire, à utiliser lorsqu'on craint que les micro-organismes recherchés aient subi un stress lors du traitement thermique ou de l'acidification du produit analysé. La classification des différents diluants proposés subit également une légère modification,

puisque l'eau peptonnée tamponnée, auparavant d'emploi général, est maintenant réservée à des besoins particuliers (en cas de recherche concomitante de *Salmonella* ou de *Listeria monocytogenes*, par exemple).

## NORMES FRANCAISES

**V 04-156, février 2002 (ICS 67.100.10 : Lait) LAIT ECREME.** Détermination de la teneur en matière grasse. *Méthode acido-butyrométrique*

Ce texte fait suite au projet de même intitulé. Il s'agit de l'adaptation de la méthode de Gerber au lait écrémé, grâce à l'utilisation d'un butyromètre à lait écrémé, décrit dans la norme B 35-355 (septembre 2000).

**V 04-287, février 2002 (ICS 67.100.30 : fromages) FROMAGES.** Détermination de la teneur en matière grasse. *Méthode acido-butyrométrique*

Ce texte fait suite au projet de même intitulé, paru en mars 2001. Il annule et remplace la norme V 04-287 de mai 1972. Les modifications sont d'importance et étaient attendues depuis longtemps, puisqu'il s'agit de la normalisation de la méthode Heiss ! Le nouveau texte se divise en deux parties. La partie A décrit, comme dans la version antérieure de la norme, la méthode Van Gulik, en précisant qu'elle "est particulièrement destinée aux produits jeunes ou ayant une texture facilement attaquant par l'acide". La partie B décrit la méthode Heiss. En annexe sont données les résultats de justesse obtenus avec l'une et l'autre méthode au cours de 3 à 5 années d'essais d'aptitude menés par CECALAIT (cf Lettre de CECALAIT, n° 28, janvier 1999).

**X 07-010, octobre 2001 (ICS 03.120.10 : management et assurance de la qualité, 17.020 : métrologie et mesurage en général) METROLOGIE.** La fonction métrologie dans l'entreprise. Ce texte annule et remplace la norme X 07-010 de décembre 1992.

Par rapport à la version antérieure, ce nouveau texte améliore la cohérence de la norme par rapport à la norme ISO 10012-1 (1992) consacrée à la confirmation métrologique des moyens de mesure et surtout par rapport à la norme ISO CEI 17025, notamment à sa partie consacrée aux prescriptions techniques. Sont également mieux définis et précisés clairement les liens de la norme avec les différents fascicules de documentation auxquels elle se réfère et qui en expliquent les exigences.

## PROJETS DE NORMES AFNOR / ISO

**projets NF EN ISO 6887-2 /-3 / -4 (AFNOR V 08-010-2 / -3 / -4) mars 2002. MICROBIOLOGIE DES ALIMENTS** Préparation des échantillons, de la suspension mère et des dilutions décimales en vue de l'examen microbiologique.

Partie 2 : règles spécifiques pour la préparation des viandes et produits carnés.

Partie 3 : règles spécifiques pour la préparation des produits de la pêche

Partie 4 : règles spécifiques pour la préparation des produits autres que les produits laitiers, les produits carnés et les produits de la pêche.

*NB :* rappelons que, pour les produits laitiers, ces règles sont définies par la norme NF EN ISO 8261 (V 04-018) d'octobre 2001, cf ci-dessus.

**projet NF ISO 7932/A1 (AFNOR V 08-023/A1) mars 2002. MICROBIOLOGIE** Directives générales pour le dénombrement de *Bacillus cereus*. Méthode par comptage des colonies à 30°C. Amendement 1. Inclusion de données de fidélité et limitation des essais de confirmation.

**projet NF ISO 10723 (AFNOR V 08-027) mars 2002. MICROBIOLOGIE DES ALIMENTS** Méthode horizontale pour la recherche de *Yersinia enterocolitica* présumés pathogènes.

**projet NF ISO 7251 (AFNOR V 08-020) février 2002. MICROBIOLOGIE DES ALIMENTS** Méthode horizontale pour le dénombrement d'*Escherichia coli* présumés. Technique du nombre le plus probable.

## ➤ à signaler également

### 🔗 normes ISO

- **ISO 14156:2001, décembre 2001** Lait et produits laitiers. Méthode d'extraction des lipides et des composés liposolubles
- **ISO 14673-1/-2/-3:2001, novembre 2001** Lait et produits laitiers. Détermination des teneurs en nitrates et en nitrites.  
Partie 1. Méthode par réduction au cadmium et spectrométrie  
Partie 2. Méthode par analyse d'écoulement segmentée (méthode de routine)  
Partie 3. Méthode par réduction au cadmium et d'analyse par injection avec dialyse en ligne (méthode de routine)
- **ISO 15161:2001, novembre 2001** Lignes directrices relatives à l'application de l'ISO 9001:2000 aux industries de l'alimentaire et des boissons.

Nous vous fournirons de plus amples détails sur ces textes ultérieurement, si l'AFNOR les reprend à son compte.

### 🔗 différents projets de normes liés à l'analyse sensorielle

- **projet NF ISO 13302, (AFNOR V 09-009), février 2002.** Analyse sensorielle. Méthode pour évaluer les modifications de la flaveur des aliments causés par l'emballage
- **projet NF ISO 4121, (AFNOR V 09-015), mars 2002.** Analyse sensorielle. Lignes directrices pour l'utilisation d'échelles de réponses quantitatives

### 🔗 un recueil de normes AFNOR

- **Analyse sensorielle.** Il s'agit de la 6<sup>e</sup> édition de cet ouvrage. 575 pages, ISBN : 2-12-190863-3 (ref AFNOR 319 08 63)

## ➤ Annulations de normes

Les normes suivantes ont été annulées dans le courant de l'année 2001.

- **V 04-016, août 1985 :** Lait. Dénombrement des micro-organismes. Technique par comptage des colonies à 30°C
- **V 04-017, août 1991.** lait et produits laitiers. Dénombrement microbiologique par comptage des colonies sur boîte de Petri.

## Du côté de la biblio

**V**ous 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.

### ➤ A signaler également la parution de

- **MARTH E. H., STEELE J.H. (Eds).** Applied dairy microbiology, 2<sup>nd</sup> edition. Marcel Dekker Inc. : New York, 2001, 736 pages, ISBN 0-8247-0536-X.

- un tour d'horizon des méthodes rapides les plus récentes dans l'article "**Méthodes rapides : à vos marques, prêts ? Analysez !**" (de N. CLAPHAM) dans le n° 1174 de la revue PROCESS, P. 71-75.

- un suivi des évolutions les plus récentes dans les méthodes immuno-enzymologiques dans l'article "**L'immuno-enzymologie : aussi rapide que la biologie moléculaire**" (de H.L. MEYER) dans le n° 614 de la revue RLF, P. 28-31.

- des précisions sur la mise en place du nouveau protocole de détection des antibiotiques, dans le cadre du paiement du lait dans l'article "**Détection des antibiotiques : l'interprofession fait évoluer la méthode**" dans le n° 615 de la revue RLF, P. 28-31.

- un numéro spécial sur **les méthodes PLS** dans la revue Chemometrics and intelligent laboratory systems, 2001, V. 58 n° 2.

- un article sur les **lipides et la saveur des produits laitiers** dans <http://www.johnlibby-eurotext.fr/articles/ocl/4/4/301-11/index.htm>

- les actes du séminaire tenu du 16 au 19 mai 2001, à Bruxelles (Belgique) « **Exopolysaccharides from lactic acid bacteria**», dans la revue International Dairy Journal, 2001, V. 11, n° 9.

## Validations AFNOR

**A**FNOR Certification nous a fourni sa dernière liste de méthodes alternatives d'analyses validées, en date du 14 décembre 2001.

### 🔗 NOUVELLE VALIDATION

Rappelons que les validations sont accordées pour 4 années, à l'issue desquelles, si les fabricant et/ou distributeur le souhaitent, il faut entamer les procédures et études en vue de la reconduction de la validation.

La nouvelle méthode validée est :

- **CHROMAGAR LISTERIA™**, validée le 13 décembre 2001, (n° d'attestation CHR-21/1-12/01), un milieu pour la détection rapide des *Listeria* dans tous les produits d'alimentation humaine et tous les prélèvements d'environnement.

Nous vous fournirons des informations plus détaillées dès la parution de l'attestation de validation correspondante.

### 🔗 RECONDUCTION DE VALIDATIONS

Plusieurs validations de méthodes ont été reconduites pour une période de 4 ans.

Il s'agit de plusieurs tests 3M PETRIFILM :

- tests **Petrifilm** pour la numération rapide de la flore totale, respectivement des *Enterobacteriaceae* (n° d'attestations respectifs 3M-01/1-09/89 et 3M-01/6-09/97), tous deux validés jusqu'au 10 septembre 2005, pour tous les produits d'alimentation humaine.

- différents **Petrifilm P2000** de numération rapide des coliformes, à savoir :
  - ♦ lecture à 14 h (n° d'attestation 3M-01/5-03/97),
  - ♦ lecture à 24 h des colonies gazogènes et non gazogènes (n° d'attestation 3M-01/5-03/97B),
  - ♦ lecture à 24 h des coliformes gazogènes (n° d'attestation 3M-01/5-03/97C).

Tous trois ont été validés jusqu'au 18 mars 2005, pour tous les produits d'alimentation humaine.

### 🔗 PROLONGATIONS DE VALIDATIONS

Dans l'attente de l'examen de leur dossier, la validation des méthodes suivantes a été prolongée de quelques mois jusqu'au 31 mars 2002 :

- kit **LOCATE**, test de détection des salmonelles (*n° d'attestation RPD-09/1-11/93*).
- milieu **Rapid'E. coli 2**, pour la numération rapide des *E. coli* β-glucuronidase positifs (*n° d'attestation SDP-07/1-07/93*).
- **PROBELIA *Listeria monocytogenes***, test de détection de *Listeria monocytogenes* (*n° d'attestation SDP-07/3-01/98*).
- **MASTAZYME *SALMONELLA***, test de détection des salmonelles (*n° d'attestation MAS-17/1-03/98*).

#### 🔗 FIN DE VALIDATION

Il n'a pas été sollicité de reconduction de validation pour les tests suivants :

- test **3M Petrifim *E. coli* et coliformes**, pour la numération rapide des *E. coli* β-glucuronidase positifs (*n° d'attestation 3M-01/4-09/92*).
- test **TRANSIA Plate *Salmonella***, test de détection des salmonelles (*n° d'attestation TRA 02/4-11/93*).

#### 🔗 DES DETAILS SUPPLEMENTAIRES

Le texte de l'attestation de validation des **DYNABEADS anti *Listeria*** (signalé dans la Lettre de CECALAIT n° 38) vient de

paraître. Rappelons que ce test, de la société Dynal Biotech a été validé le 27 septembre 2001 (*n° d'attestation DYN-16/3-09/01*), pour tous les produits d'alimentation humaine.

Il s'agit de billes de polystyrène, magnétiques, liées de façon covalente à une combinaison d'anticorps purifiés. Elles sont utilisées directement après la phase d'enrichissement prévue dans la norme NF EN ISO 11290-1. Elles permettent alors de concentrer les *Listeria* éventuellement présentes dans l'échantillon par séparation immunomagnétique. Les complexes billes-*Listeria* sont ensuite étalés sur les milieux sélectifs habituels et incubés de 24 à 48h. La confirmation des colonies suspectes par des tests biochimiques et/ou sérologiques reste cependant nécessaire.

Au total, la méthode permet d'obtenir des résultats négatifs en 3 à 6j et des résultats positifs en 4 à 6j contre 5 à 8j avec la méthode de référence. L'étude de validation a montré que la spécificité, les limites de détection, la justesse et la fidélité de cette méthode rapide sont satisfaisantes.

Les textes des attestations de validation sont disponibles auprès de AFNOR Certification

(11, av. Francis de Pressensé 93571 LA PLAINE SAINT DENIS CEDEX, tel : 01.41.62.83.09, fax : 01.49.17.90.40)

## RENDEZ-VOUS / FORTHCOMING EVENTS

### ➡ RAPPELS / REMINDER

26-27 mars 2002  
**26-27 march 2002**  
NANCY (FRANCE)

AGORAL 2002 : prévision, analyse et gestion du risque alimentaire  
AGORAL 2002 : anticipating, analysing and managing food hazard

22-26 avril 2002  
**22-26 april 2002**  
TOLEDO (ESPAGNE)  
**SPAIN**

FIL – IDF Analytical week and symposium "laboratories in transition"

3- 5 juin 2002  
**3 - 5 June 2002**  
KOLDING (DANEMARK)  
**DENMARK**

IDF Symposium on New Developments in Technology of Fermented Milk Products

### RENSEIGNEMENTS / CONTACT

**AGORAL**  
1, avenue des olympiades  
91744 MASSY CEDEX

Tel : +33 (0)1 69 93 50 81  
Fax : +33 (0)1 69 93 50 44  
e-mail : [agoral@ensia.inra.fr](mailto:agoral@ensia.inra.fr)  
<http://www.agoral.org>

**FIL- IDF Secretariat**  
41, square Vergote  
B-1030 BRUSSELS  
BELGIUM

Tel : 32/2.733.1690  
Fax : 32/2.733.04.13  
e-mail : [CBrooks@fil-idf.org](mailto:CBrooks@fil-idf.org)  
[www.idf-wds2001.org](http://www.idf-wds2001.org)

[www.fmp2002.dk](http://www.fmp2002.dk)

### ➡ AUTRES MANIFESTATIONS / OTHER EVENTS

25-28 février 2002

Anne LE GLOANNEC

Tel : 01 49.09.60.40

PARIS, parc EXPO, Porte de Versailles  
Salon du Fromage

[www.salon.agriculture.com](http://www.salon.agriculture.com)

13-14 mars 2002  
**13-14 march 2002**  
AVIGNON (FRANCE)  
SECUR'FOOD 2002

ADHESION & ASSOCIES  
71, rue des tilleuls  
92771 BOULOGNE CEDEX

Tel : 33/(0)141.86.41.86  
Fax : 33/(0)1.41.03.86.26  
e-mail : securfood@adhes.com  
[www.adhes.com](http://www.adhes.com)

26-29 mars 2002  
PARIS (FRANCE)  
Forum LABO 2002  
& Forum LABO BIOTECH

MCI  
19, rue d'Athènes  
75009 PARIS

Tel : 33/(0)1.44.53.72.20  
fax : 33/(0)1 44 53 72 20  
[salons@mci-salons.fr](mailto:salons@mci-salons.fr)  
[www.forumlabo.com](http://www.forumlabo.com)

23-26 avril 2002  
**23-26 april 2002**  
MÜNCHEN (ALLEMAGNE)  
**GERMANY**  
ANALYTICA 2002

DH Communication

Tel : 33/(0)1.42.73.26.97

29 - 31 mai 2002  
**29 - 31 May 2002**  
SAINT BRIEUC - PLOUFRAGAN, FRANCE  
International Symposium on *Salmonella* and  
Salmonellosis  
IAFP 89<sup>th</sup> Annual meeting

ISPAIA  
Zoopôle Développement  
BP 7  
22440 PLOUFRAGAN  
FRANCE

Tel : +33/(0)2 96 78 61 30  
Fax : +33/(0)2 96 78 61 31  
e-mail : salmonella2002@zoopole.asso.fr  
<http://www.zoopole.com/ispaia/i3s.htm>

30 juin - 3 juillet 2002  
**30 June - 7 July 2002**  
SAN DIEGO, USA  
89<sup>e</sup> rencontres annuelles de l'IAFP  
IAFP 89<sup>th</sup> Annual meeting  
(*International Association for Food Protection*)

IAFP  
6200 Aurora Avenue  
Suite 200W  
DES MOINES  
IA 50322-2863  
USA

Tel : +1/ 515 276 33440  
Fax : +1/515.276.8655  
e-mail : [info@foodprotection.org](mailto:info@foodprotection.org)  
<http://www.foodprotection.org>

10 - 12 juillet 2002  
**10 - 12 July 2002**  
MELBOURNE, AUSTRALIA  
Cheese Science 2002

Kristine MANSER  
DIAA Federal Secretary  
6<sup>th</sup> floor, 84 William Street  
Melbourne  
Victoria 3000  
AUSTRALIA

tel : 61/3.9670 0422  
fax : 61/3.9642 8144  
e-mail : [diaa@dairy.com.au](mailto:diaa@dairy.com.au)

21 - 25 juillet 2002  
**21 - 25 July 2002**  
QUEBEC, CANADA  
Rencontres annuelles de l'ADSA  
ADSA annual meeting  
(*American Dairy Science Association*)

ADSA  
1111 North Dunlap Avenue  
Savoy  
Illinois 61874  
USA

Tel : +1/ 217 356 3182  
e-mail : [adsa@assocheq.org](mailto:adsa@assocheq.org)  
<http://www.adsa.org>

## Brèves...

➤ Le premier Forum mondial sur la sécurité sanitaire des aliments s'est achevé après 3j de travaux, fin janvier à MARRAKECH au Maroc. Réunis à l'initiative de l'Organisation mondiale de la Santé (OMS) et de l'Organisation des Nations unies pour l'alimentation et l'agriculture (FAO), les participants ont conclu au "nécessaire renforcement du respect et du contrôle des standards internationaux". (source AP)

➤ Le laboratoire de spectrométrie de masse de l'université de Liège (Belgique) a mis au point une méthode rapide de

préparation d'échantillons pour mesurer le taux de dioxines dans le lait maternel. (source : Agence pour la Diffusion de l'Information Technologique, ADIT, <http://www.adit.fr>, voir aussi <http://www.ulg.ac.be/le15jour/>)

➤ La Food Standard Agency britannique ouvre une consultation sur la stratégie à élaborer pour le contrôle de *Mycobacterium avium* subsp. Paratuberculosis (MAP) dans le lait. (sur <http://www.foodstandards.gov.uk/consultation/map.htm>)

**AVIS DU 3 JANVIER 2002, RELATIF AUX APPAREILS D'ANALYSE UTILISES DANS LE CADRE DU  
PAIEMENT DU LAIT EN FONCTION DE SA COMPOSITION ET DE SA QUALITE**

type d'analyse		fabricant ou distributeur	désignation de l'appareil	date de l'autorisation
détermination de la composition		FOSS ELECTRIC	Milkoscan 4000	5/2/1996
			Milkoscan 203B	27/7/1982
			Milkoscan 300	23/3/1977
			Milkoscan 605 (A ou B)	30/9/1985
			Milkoscan 255 (A ou B)	5/2/1996
			Milkoscan 6000	23/11/2000
		BERWIND	Multispec A et B	27/7/1982
		PERSTOP	Galaxy MI 600	16/7/1991
		HUMEAU	ATL 33	15/3/1999
		GROSSERON	CECIL 2031	15/3/1999
			CECIL 2041	22/2/2001
		BENTLEY INSTRUMENTS	B 2000	23/11/2000
			B 150	30/11/2001
dénombrement des germes totaux	compteurs directs	BENTLEY INSTRUMENTS	Bactocount IBC	30/11/2001
		FOSS ELECTRIC	Bactoscan I et 8000	22/1/1986
			Bactoscan FC	7/12/1998
		BIOCOM	Cobra 2024	15/5/1991
			lecteur Asterias	7/9/1998
	compteurs de colonies	FOSS ELECTRIC	Biomatic	30/9/1985
		UTC	Seuc CC Z 80	27/7/1982
		AES	EC1	23/11/2000
	dénombrement des leucocytes	FOSS ELECTRIC	Fossomatic 180 – 215 – 250 – 360	24/5/1995
			Fossomatic 400	22/1/1997
Fossomatic 5000			19/6/1996	
BENTLEY - AEGYS		Somacount 150 – 300 - 500	8/3/1995	
ANADIS INSTRUMENTS		SCC 500	26/3/1997	
lecteur automatique de butyromètres		SIDENA	Butyna	13/1/1997

 nouveautés

Nous en parlions depuis longtemps, mais maintenant c'est fait ! Nous sommes installés dans nos nouveaux locaux depuis le mois de décembre 2001.

Notre nouvelle adresse : CECALAIT, rue de Versailles BP 129 39802 POLIGNY CEDEX  
Les numéros de téléphone et de télécopie restent **les mêmes**

Voici une liste (partielle) de nos nouveaux courriels (adresses e-mail), n'hésitez pas à nous demander les autres adresses en cas de besoin :

[ph.trossat@cecalait.fr](mailto:ph.trossat@cecalait.fr)

[a.baptiste@cecalait.fr](mailto:a.baptiste@cecalait.fr)

[secretariat@cecalait.fr](mailto:secretariat@cecalait.fr)

We have been talking about our new place for a long time...Finally, we moved in december 2001.

Our new address : CECALAIT, rue de Versailles BP 129 39802 POLIGNY CEDEX FRANCE  
Phone and fax numbers remain **unchanged**

Here are some of our new e-mail addresses, please do not hesitate to ask us the e-mail of other persons of the staff, if you need them :

[ph.trossat@cecalait.fr](mailto:ph.trossat@cecalait.fr)

[a.baptiste@cecalait.fr](mailto:a.baptiste@cecalait.fr)

[secretariat@cecalait.fr](mailto:secretariat@cecalait.fr)

La Lettre de CECALAIT est éditée par CECALAIT, BP 129, 39802 POLIGNY CEDEX  
CECALAIT : association. Président : Laurent DEVELET ; Vice-Président : Michel PLACE;  
Trésorier : Jean SEEGERS ; Secrétaire : Yolande NOEL ; Directeur : Hugues DAMOUR  
Directeur de la publication : Laurent DEVELET  
Responsable de la rédaction : Annette BAPTISTE  
Impression : CECALAIT, BP 129, 39802 POLIGNY CEDEX  
4e trimestre 2001  
Dépôt légal : à parution  
ISSN 1298-6976