

2000

1^{er} trimestre 2000

N°32

LA LETTRE
DE
CECALAIT



2000



2000

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 10 mars 2000

Equipe rédactionnelle : A. BAPTISTE; H. DAMOUR, Ph. TROSSAT

Relecture par : P.J. BROUTIN, P. ROLLIER, J. TROLARD et les auteurs

SOMMAIRE

Evaluation : le ChemSpec 150

Validations AFNOR


Renforcement de la recherche – développement à CECALAIT

Nouveautés dans la réglementation

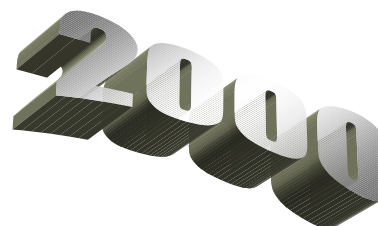
Du côté de la biblio...

Normes et projets de normes parus récemment

Rendez-vous



2000



2000

Evaluation : le ChemSpec 150

Le CHEMSPEC 150 de la société Bentley est un analyseur automatique d'urée dans le lait. En fait, il dose, par une réaction colorimétrique, l'ammoniaque formé à la suite de l'hydrolyse enzymatique de l'urée par l'uréase, ainsi que l'ammoniaque initialement présent, pour donner finalement un résultat par différence des deux valeurs. Les caractéristiques analytiques et instrumentales de cet appareil ont été évaluées par CECALAIT. Sa stabilité, son traçage, sa linéarité, sa répétabilité et sa justesse sont apparues satisfaisantes, permettant une utilisation en routine, à une cadence élevée. En revanche, comme pour la plupart des méthodes automatisées, il est important de calibrer l'appareil avec des témoins munis du même conservateur que les échantillons dosés.

Environ 95% de l'azote présent dans le lait est protéique. Les variations de la teneur de l'azote non protéique s'expliquent, en grande partie, par celles de son composant majoritaire : l'urée, qui peut en représenter près de la moitié. Sa teneur dépend étroitement de l'équilibre alimentaire des animaux. Ainsi, des teneurs anormalement basses ou élevées (< 18 mg/dl ou > 27 mg/dl) indiquent un déséquilibre de la nutrition azotée (cf Lettre de CECALAIT n°15). De même, un taux d'urée élevé peut être associé à des troubles de la qualité fromagère des laits. C'est dire que doser l'urée du lait intéresse à la fois les producteurs et les transformateurs...Or, parmi les méthodes de dosage disponibles, à savoir des méthodes colorimétriques, la méthode enzymatique (méthode de référence française), la spectroscopie infra-rouge et la pH-métrie, seules quelques unes sont automatisées ou automatisables (cf Lettre de CECALAIT n° 19) et susceptibles, donc, de convenir à une utilisation en routine, à grande cadence.

Il y a quelques années, les premiers appareils automatiques de dosage de l'urée -par pH-métrie différentielle, cf La Lettre de CECALAIT n° 23- sont apparus sur le marché. Leurs potentialités semblaient intéressantes, à la fois pour éviter les difficultés pratiques des méthodes enzymatiques - préparation des échantillons, nombre de réactifs, absence d'automatisation...- et pour proposer une alternative acceptable à la détection par spectrophotométrie. Depuis sont apparus d'autres appareils poursuivant les mêmes objectifs, dont le CHEMSPEC 150, fabriqué par la société Bentley Instruments (Etats-Unis) et commercialisé en France par la société Tripette & Renaud. CECALAIT en a récemment évalué les caractéristiques analytiques.

L'APPAREIL

Le CHEMSPEC 150 est un analyseur automatique d'urée dans le lait. Il est entièrement piloté par un micro-ordinateur qui gère les analyses et le calibrage. Sa cadence analytique est de 150 échantillons par heure.

Son fonctionnement repose sur la succession de réactions suivante :

- uréase
- hydrolyse enzymatique : urée $\xrightarrow{\text{uréase}}$ ammoniaque + gaz carbonique
- formation d'un complexe coloré « ammoniaque – colorant » en présence d'un activateur (méthode de BERTHELOT modifiée)
- détection colorimétrique de l'intensité du complexe vert formé.

Pour chaque échantillon, l'instrument détermine également la teneur en ammoniaque initialement présente dans le lait en procédant aux mêmes analyses, mais en l'absence d'uréase. Cette valeur est ensuite soustraite du résultat, obtenu en présence d'uréase. La valeur obtenue alors correspond uniquement à la teneur en urée du lait.

LES ESSAIS

Les essais d'évaluation ont été menés au laboratoire de physico-chimie de CECALAIT de février à avril 1999, avec utilisation du même lot de réactifs.

Ils ont porté sur les points suivants:

- Evaluation de la stabilité de l'appareil
- Evaluation de la contamination entre échantillons
- Evaluation de la linéarité
- Evaluation de l'influence du conservateur
- Evaluation de la répétabilité
- Evaluation de la justesse

Les critères d'appréciation de ces différents paramètres se réfèrent aux normes FIL 141 B "Guide pour l'utilisation des appareils de dosage par absorption dans le moyen infra - rouge", et NF V 04 217 (AFNOR): « Détermination de la teneur en urée du lait ».

① STABILITE

Ce point a été étudié par l'analyse en mode automatique et en double, de 3 laits, couvrant la gamme de mesure normale en urée, toutes les 15 minutes au cours d'une demi-journée de travail, soient 18 cycles de mesure au total. La répétabilité et la reproductibilité

(écart type, absolu et relatif, et écart maximal dans 95 % des cas) ont alors été calculées pour chaque échantillon.

Les résultats montrent que les valeurs moyennes journalières d'écart type de reproductibilité relatif (SR %) observées, ie de **1,69%** à **3,53%** suivant le taux, sont inférieures à la valeur de reproductibilité de la méthode de référence (NF V 04 217), soit **SR % = 6,2 %**.

En outre, les valeurs de reproductibilité ainsi obtenues sont du même ordre que celles de la répétabilité sur cet essai. Cela indique une variance entre tests limitée, donc une stabilité analytique satisfaisante : l'intervalle de confiance relatif moyen est de l'ordre de **± 2%**.

② CONTAMINATION ENTRE ECHANTILLONS

Ce critère a été évalué en mode d'analyse automatique, par l'analyse d'un même lait individuel de vache et d'eau distillée selon la séquence : LAIT - LAIT - EAU – EAU, répétée vingt fois.

Le taux de contamination (Tc%) a été estimé par la formule:

$$Tc\% = [(S(Eau 1) - S (Eau 2)) / (S (Lait 2) - S (Eau 2))] \times 100$$

Dans les conditions de réglage du système fluidique préconisées par le constructeur, le système CHEMSPEC 150 donne lieu à des contaminations entre échantillons successifs de l'ordre de **0,28 %** à **0,52 %**.

Ce taux satisfait la limite d'acceptabilité de 1 % appliquée par ailleurs aux méthodes rapides de détermination de la richesse du lait pour le paiement et le contrôle laitier.

③ INFLUENCE DU CONSERVATEUR

L'essai, réalisé sur 38 laits individuels de vache, provenant de 2 élevages différents, a comparé les réponses obtenues :

- d'une part sur du lait cru,
- d'autre part sur du lait additionné de Bronopol à 0,02 %.

Les laits ont été répartis en flacons après 4 heures passés entre 10 et 15 °C, en l'absence de conservateur, puis stockés à 4°C pendant 24 heures avant d'être analysés sur l'instrument. Pour chaque lait, les échantillons avec ou sans conservateur, ont été analysés à la suite, afin d'éviter d'inclure une éventuelle dérive dans les différences constatées.

Les résultats obtenus montrent une différence statistiquement significative au seuil de 1 % entre le lait conservé avec du bronopol et le lait sans conservateur. Toutefois, celle-ci reste faible de l'ordre de -0,5 mg / dl (-1,4 % relatif).

En fait, comme pour toute autre méthode de routine, pour éliminer l'influence du conservateur, il faudra prendre ce facteur en compte dès le départ, pour le calibrage. Les échantillons servant au

calibrage devront ainsi être traités avec le même conservateur et selon les mêmes modalités que les échantillons de routine.

④ LINEARITE

Ce paramètre a été évalué par l'analyse en mode manuel, sans agitateur, en triple dans l'ordre croissant des taux d'urée, d'une gamme de 11 solutions aux taux régulièrement répartis de 0 à 100 mg urée/ dl.

La linéarité a été étudiée par régression linéaire. Sur l'ensemble de la gamme testée, on observe une distribution aléatoire des écarts autour de la droite de régression. Les résultats de la régression entre 0 et 100 mg / dl donnent un écart type résiduel de régression de l'ordre de 0,6 mg urée / dl qui correspond à la somme des erreurs aléatoires théoriquement escomptée de la méthode. L'appareil est donc linéaire dans une plage englobant la plage de calibrage 0-100 mg urée/dl.

⑤ REPETABILITE

Elle a été évaluée :

- d'une part à partir de 150 laits individuels de vache, dont 15 supplémentés avec de l'urée en solution de manière à augmenter leur teneur de 30 mg / dl environ,
- d'autre part, à partir de 50 laits de troupeau.

L'ensemble de ces laits, conservés avec du bronopol à la concentration finale de 0,02 %, a ainsi couvert une plage de taux allant de 1,2 à 61,2 mg d'urée / dl.

Les dosages ont été effectués en mode automatique, sur rampes comme lors d'analyses de routine, en doublant chaque série d'environ 20 échantillons.

La stabilité de la réponse instrumentale a été contrôlée par l'analyse d'un lait témoin entre chaque répétition de série.

Les résultats sont consignés dans le tableau 1 ci-dessous

tableau 1 : répétabilité du ChemSpec 150

Table 1 : repeatability of the ChemSpec 150

avec / with

n : nombre d'échantillons / number of samples

Sx : écart type de série / standard deviation among sets of about 20 samples – each set is analyzed twice -

Sr : écart type de répétabilité / standard deviation of repeatability

Sr% : écart type de répétabilité relatif / relative standard deviation of repeatability

r : écart maximum entre doubles / maximum deviation between doubles

Entre () les résultats obtenus après élimination de deux valeurs aberrantes / between () results got after elimination of outliers

	Laits individuels (mg urée/dl)	Laits individuels + laits supplémentés (mg urée/dl)	Laits de troupeaux (mg urée/dl)
n	135	150 (148)	50
Moyenne	16.16	19.44 (19.05)	22.16
Sx	8.39	12.83 (12.46)	7.04
Sr	0.457	0.686 (0.580)	0.642
Sr %	2.82 %	3.52 % (3.04 %)	2.90 %
r	1.27	1.90 (1.61)	1.78

Les écarts types de répétabilité varient ainsi de 0,457 à 0,580 mg / dl, de 2,82 à 3,04 % en écart relatif, suivant les types de laits testés. Ils sont très largement dans les spécifications du constructeur (Sr < 1 mg / dl).

⑥ JUSTESSE

La justesse a été évaluée :

- d'une part, à l'aide de 102 laits individuels de vache,
- d'autre part, à l'aide de 50 laits de troupeaux ,

dans les mêmes conditions de conservation qu'au point ⑤ et avec des taux similaires.

Les dosages ont été effectués en mode automatique, sur rampes comme lors d'analyses de routine, en doublant chaque série d'environ 20 échantillons.

L'instrument a été calibré à l'aide d'un lait « étalon » fourni par la société BENTLEY, dont la valeur de référence (31,75 mg/dl de lait) avait été obtenue selon la méthode de pH-métrie différentielle. Une régression linéaire simple forcée par zéro a permis de calculer la pente de régression qui a été introduite manuellement dans le programme de calibrage de l'instrument (pente obtenue = 2,76889).

Les analyses de référence ont été réalisées conformément à la norme NF V 04 217. L'ammoniaque, puis l'ammoniaque et l'urée ont été dosées ainsi en double, pour chaque échantillon. La valeur de référence utilisée a été donnée par soustraction des moyennes des ces deux valeurs. Deux solutions aqueuses de valeurs nominales 20 et 60 mg/dl ont permis de contrôler et d'ajuster la méthode.

La justesse a été appréciée au moyen des :

- moyennes des écarts,
- écarts types des écarts,
- écarts types résiduels,
- équations des régressions linéaires estimées,

en prenant en variable expliquée Y, la méthode de référence et en variable explicative X, le CHEMSPEC.

Les figures 1 et 2, ci-dessous, montrent les résultats obtenus sur laits individuels et sur laits de troupeaux.

Figure 1 : justesse du ChemSpec sur laits individuels

Figure 1 : accuracy of the ChemSpec on individual milk

X-axis : urea values determined with the ChemSpec (mg urea/dl)

Y-axis : urea values determined with the reference enzymatic method (mg urea/dl)

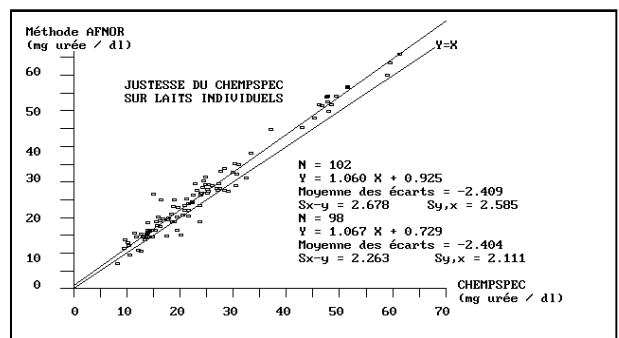
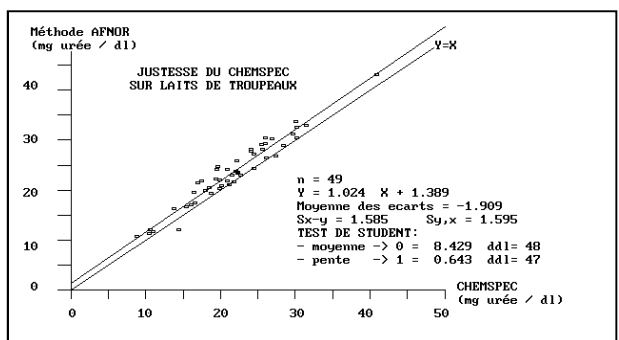


Figure 2 : justesse du ChemSpec sur laits de troupeaux

Figure 2 : accuracy of the ChemSpec on herd milks



X-axis see fig. 1

Y-axis

↳ Les biais moyens à la référence sont respectivement de :

- -2,4 mg/dl pour les laits individuels,
- -1,9 mg/dl pour les laits de troupeaux.

↳ Les écarts types résiduels de régression sont respectivement de:

- 2,59 mg / dl, soit une précision d'estimation d'environ ± 4.220 mg/dl, pour les laits individuels,

- 1,60 mg/dl pour les laits de troupeaux.

L'écart observé, par rapport à la méthode, enzymatique, V 04-217, est sans doute lié au calibrage du ChemSpec 150 avec un lait étalon dont la valeur a été obtenue par la méthode de pH-métrie différentielle (lait étalon BENTLEY).

CONCLUSION

Le CHEMSPEC 150 a été soumis à l'évaluation de la conformité de ses performances par rapport :

- d'une part, aux valeurs annoncées par le fabricant BENTLEY Instruments,
- d'autre part, aux valeurs limites d'acceptabilité appliquées aux méthodes rapides de détermination de la richesse du lait pour le paiement et le contrôle laitier.

Il a donné satisfaction sur les différents points testés : stabilité instrumentale, traçage, linéarité, répétabilité et justesse. Les caractéristiques de linéarité, préalable indispensable au calibrage,

sont notamment apparues satisfaisantes sur les plages de taux usuellement rencontrées en lait de troupeaux ou en lait individuel de vache.

BIBLIOGRAPHIE

- ♦ TROSSAT Ph. Rapport d'évaluation du CHEMSPEC 150. CECALAIT, 1999, 8 pages.
- ♦ FIL 141B :1996 : Lait entier. Détermination des teneurs en matière grasse laitière, protéines et lactose. Guide pour l'utilisation des appareils de dosage par absorption dans le moyen infra – rouge
- ♦ NF V 04 217, décembre 1992 : Lait et produits laitiers. Détermination de la teneur en ammoniac et en urée. Méthode enzymatique.
- ♦ Intérêt des dosages d'urée dans le lait pour l'élevage et la transformation. La Lettre de CECALAIT, 1995, n° 15
- ♦ Méthodes de détermination de la teneur en urée dans le lait. La Lettre de CECALAIT, 1996, n° 19
- ♦ Détermination de la teneur en urée par pH-métrie différentielle à l'aide du CL 10. La Lettre de CECALAIT, 1997, n° 23

Validations AFNOR

Il n'y a pas eu de nouvelle validation. En revanche, les attestations de validation sous presse lors de notre dernier numéro sont parues et nous pouvons donc vous fournir quelques détails supplémentaires sur :

➤ le système BAX™ *Salmonella* de la société QUALICON (n° d'attestation QUA-18/1-11/99). Il s'agit d'un kit pratique de détection, applicable à tous les produits alimentaires. Il est basé sur l'utilisation de la réaction PCR (polymerase chain reaction), qui amplifie rapidement et spécifiquement un fragment d'ADN donné. Le fragment cible est ici spécifique de *Salmonella*, stable et non affecté par le milieu de culture.

Le protocole expérimental se décompose en trois étapes : un préenrichissement standard, l'étape d'amplification et la phase de détection. Les résultats sont disponibles 7h environ après l'étape de préenrichissement contre 3 à 7 jours pour la méthode de référence. En principe, la confirmation des résultats positifs n'est pas nécessaire. Elle est cependant recommandée dans le cadre d'expertises ou d'études épidémiologiques. Dans ce cas, le délai d'obtention des résultats en est bien sûr fortement rallongé.

La sensibilité et la spécificité de la méthode sont bonnes. De même, ses performances de justesse -déterminées par rapport à la méthode de référence- et de fidélité sont satisfaisantes. Il faut souligner toutefois que, comme dans toutes les applications de la PCR, les utilisateurs sont soumis à une très grande rigueur dans leurs manipulations.

➤ les tests VIDAS immuno-concentration *Salmonella* (ICS-SLM) et ICS-boîte de la société BIOMERIEUX (n° d'attestation BIO 12/6 – 03/99 et BIO 12/7 – 03/99). Applicables à tous les produits d'alimentation humaine, ils se basent tous deux sur une capture immunologique automatisée, et sur un procédé de relargage spécifique permettant de concentrer les *Salmonella* à partir du bouillon de préenrichissement. Leur détection se fait alors, par immunoessai, respectivement par ensemencement sur un milieu sélectif.

En réduisant notablement les temps de manipulation par rapport à la méthode de référence, ces tests permettent d'obtenir un résultat négatif en 1 jour (ICS-SLM) ou 2 à 4 jours (ICS-boîte) contre 5 à 7 jours. Pour les résultats positifs, il faut en revanche, compter de 3 à 6 jours.

La sensibilité et la spécificité de ces tests sont satisfaisantes ; ainsi aucune réaction croisée n'a été mise en évidence. De même, leurs performances de justesse, déterminées par rapport à la méthode de référence, et de fidélité apparaissent satisfaisantes.

➤ le Petrifilm™ haute sensibilité coliformes (PHSCC) de la société 3M (n° d'attestation 3M 01/7 – 03/99). Ce test s'applique à tous les produits d'alimentation humaine pour y dénombrer les coliformes totaux gazogènes. Il est basé sur le principe habituel des Petrifilm, mais permet l'inoculation de 5 mL de suspension au lieu de 1 mL, d'où une meilleure sensibilité. La méthode est linéaire et ses performances de répétabilité et de justesse, par rapport à la méthode de référence, sont satisfaisantes.

Renforcement de la recherche - développement à CECALAIT

A la création de CECALAIT, ses membres fondateurs - CNIEL, Institut de l'Elevage, INRA * - avaient envisagé deux missions principales :

- fournir à la filière laitière un ensemble de services visant à améliorer la fiabilité des analyses laitières : fourniture d'échantillons à teneur garantie, organisation d'essais interlaboratoires, formations, documentation...etc
- être un moteur en matière d'action de recherche et de développement des techniques analytiques mises en œuvre dans le monde laitier.

Depuis sa création, CECALAIT s'est employé à développer la production de services, compte tenu des carences en ce domaine et de la très forte demande des laboratoires laitiers.

L'ensemble du travail ainsi réalisé permet maintenant de répondre de manière satisfaisante aux souhaits exprimés par la filière laitière en matière analytique.

Après cette première étape répondant aux besoins urgents, le Conseil d'Administration a décidé de donner à CECALAIT les moyens de renforcer, en partenariat avec l'INRA, les actions liées à la recherche et au développement des techniques analytiques destinées à mieux caractériser le lait et les produits laitiers. C'est pourquoi un département « Recherche, développement et actions internationales » a été créé au sein de CECALAIT. De même, le Conseil d'Administration a également souhaité renforcer la présence et la participation de CECALAIT au plan international, notamment dans des instances comme la FIL.

* CNIEL : Centre National Interprofessionnel de l'Economie Laitière
INRA : Institut National de la Recherche Agronomique

Nouveautés dans la réglementation

FRANCE

Arrêté du 28 juillet 1999, modifiant l'arrêté du 5/9/1989 relatif à l'emploi de **préparations enzymatiques dans la fabrication de certaines denrées et boissons destinées à l'alimentation humaine**. (JO France du 22/8/1999). Ce texte rajoute à la liste des préparations enzymatiques autorisées en fabrication alimentaire, notamment, une lipase (provenant de *Candida rugosa*) et une exopeptidase (provenant d'*Aspergillus melleus*). Elles sont destinées à la production de préparations aromatisantes à partir de matières premières laitières.

Arrêté du 8 septembre 1999, pris pour l'application de l'article 11 du décret n° 73-138 du 12 février 1973 modifié portant application de la loi du 1/8/1905 sur le fraudes et falsifications en ce qui concerne les procédés et les produits utilisés pour le **nettoyage des matériaux et objets destinés à entrer en contact avec des denrées, produits et boissons pour l'alimentation de l'homme et des animaux**. (JO France du 27/11/1999). Ce texte dresse la liste de tous les constituants autorisés dans ces produits de nettoyage, avec, le cas échéant leurs critères de pureté, leurs concentrations maximales et minimales dans le produit final et leurs conditions d'utilisation.

Arrêté du 22 septembre 1999, modifiant l'arrêté du 2/10/1997 modifié, relatif aux **additifs pouvant être employés dans la fabrication des denrées destinées à l'alimentation humaine** (JO France du 26/11/1999). Ce texte enlève notamment la crème stérilisée et la crème allégée de la

liste des aliments où aucun additif n'est autorisé. Son annexe modifie en outre la volumineuse annexe du texte d'origine, qui donne la liste de tous les additifs autorisés, avec leurs caractéristiques.

Arrêté du 28 décembre 1999, relatif au **retrait de la consommation humaine des denrées alimentaires d'origine animale contaminées par des résidus de pesticides**. (JO France du 12/1/2000). Ce texte reprend les indications de la directive 1999/71 du 14/7/1999 en rajoutant l'azoxystrobine à la liste des résidus de pesticides donnée par l'annexe II, partie B de l'arrêté du 5/12/1994. Cette liste fixe la teneur maximale en résidus au delà de laquelle les aliments concernés doivent être retirés de la consommation humaine. Dans le cas de ce pesticide, la limite est fixée à 0,01 mg/kg de lait, à 0,05 mg/kg pour les autres aliments d'origine animale concernés par l'arrêté.

EUROPE COMMUNAUTAIRE

➤ Comme à l'accoutumée, le 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 a vu paraître un grand nombre de textes modificatifs.

Les annexes I, II et III ont ainsi été modifiées par les règlements 2593/1999 et 2728/1999 des 8 et 20/12/1999 (JOCE L 315 du 9/12/1999 & L 328 du 22/12/1999).

Les annexes I et II ont été modifiées par le règlement 2757/1999 du 22/12/1999 (JOCE L 331 du 23/12/1999)

L'annexe II a été modifiée par le règlement 2758/1999 du 22/12/1999 (JOCE L 331 du 23/12/1999)

Ces textes stipulent une LMR de 50 µg/kg de lait et de 100 µg/kg de lait, respectivement pour les antibiotiques « novobiocine » et « céfalexine » ; de 0,3 µg/kg de lait pour la betaméthasone (glucocorticoïde) ; de 40 µg/kg de lait et de 15 µg/kg de lait, respectivement pour les anti-inflammatoires « flunixin » et « meloxicam », de 1 µg/kg de lait pour le carazolol (médicament du système nerveux).

Ils stipulent également les LMRs provisoires suivantes pour le lait : antibiotiques « tilmicosine » et « céfalonium » : respectivement 40 µg/kg et 10 µg/kg .

Quant à la liste des substances non soumises à LMR, elle est complétée principalement par des substances utilisées dans les médicaments homéopathiques.

Directive 1999/91/CE de la Commission du 23/11/1999 portant modification de la directive 90/128/CE concernant les matériaux et objets en matière plastique destinés à entrer en contact avec les denrées alimentaires. (JOCE L 310 du 23/11/1999). Ce texte modifie les listes des matières plastiques autorisées à entrer en contact avec les aliments par des rajouts, des suppressions ou des changements dans les restrictions ou spécifications qui leur sont imposées.

Règlement n° 49/2000 de la Commission du 10/1/1999, modifiant le règlement n° 1139/98 du Conseil concernant la mention obligatoire dans l'étiquetage de certaines denrées alimentaires produites à partir d'organismes génétiquement modifiés,

d'informations autres que celles prévues par la directive 79/112/CEE (JOCE L 6 du 11/1/2000) . Ce texte fixe à 1% le niveau de tolérance pour la présence accidentelle de matériel issu d'organismes génétiquement modifiés. Au delà de ce seuil, il est obligatoire d'en mentionner la présence sur l'étiquetage.

Règlement n° 50/2000 de la Commission du 10/1/1999, concernant l'étiquetage des denrées et ingrédients alimentaires contenant des additifs et arômes génétiquement modifiés ou produits à partir d'organismes génétiquement modifiés (JOCE L 6 du 11/1/2000). Ce texte étend l'obligation de mentionner la présence de matériel issu d'organismes génétiquement modifiés, aux additifs et arômes utilisés comme ingrédients dans les aliments.



à signaler également

Livre blanc sur la sécurité alimentaire.

Commission Européenne. Bruxelles : 12/1/2000, DOC/00/1, COM (1999) 719, 32 pages.

Ce document est le fruit des réflexions de la Commission sur la sécurité alimentaire en Europe. Il propose un plan d'action sur trois ans pour améliorer et rendre plus cohérente la législation, pour encourager son application dans les différents Etats membres, pour renforcer, harmoniser et coordonner les procédures de contrôle, pour améliorer l'information des consommateurs et de façon générale, aboutir à une plus grande transparence à tous les niveaux de la politique de sécurité alimentaire. Cet ensemble de mesures doit accompagner la mise en place d'une Autorité Alimentaire Européenne indépendante, qui est au cœur des propositions de ce livre blanc. Une période de consultation est ouverte d'ici à la fin du mois d'avril : toutes les parties intéressées –états membres, états candidats à l'adhésion, public- sont invitées à présenter leurs commentaires sur ce document et notamment sur le chapitre proposant de créer l'Autorité.

Du côté 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.

➤ A signaler également la parution de :

- **Animal Production Service, FAO Animal Production and Health Division.** Manual on the use of the LP-system in milk handling and preservation. 1998, 31 pages. *ISBN 92-5-104254-3*
Il s'agit du compte-rendu d'un programme international (FAO, OMS,

FIL, université d'Uppsala en Suède)...pour promouvoir l'utilisation du système lactoperoxydase pour la conservation du lait, dans 80 pays à travers le monde.

- **CHAVERON H.** Introduction à la toxicologie nutritionnelle. Editions Tec & Doc. Paris : Lavoisier, 1999, 224 pages.
Cet ouvrage présente l'analyse des mécanismes d'action des toxiques contenus ou transmis par les aliments et donne les monographies des principales molécules toxiques.

- les amines biogènes dans les aliments. Editions Yves Dacosta : Paris, 1999, 211 pages

• **MOSSOBA, M.M.** (Ed.) Spectral methods in food analysis. New-York : Marcel Dekker Inc., 1999, ISBN 0-8247-0223-9

Il s'agit d'un ouvrage de revue en 9 chapitres sur l'ensemble des techniques spectrométriques applicables à l'analyse alimentaire, de l'infrarouge à la spectrométrie de masse couplée à la chromatographie en passant par la résonance magnétique nucléaire !

• **RYSER E.T. ; MARTH E.H.** (Eds). *Listeria*, listeriosis and food safety. New-York : Marcel Dekker Inc., 1999, ISBN 0-8247-0235-2

Il s'agit d'un ouvrage de revue sur la question, où plusieurs chapitres sont notamment consacrés aux différentes méthodes de détection, d'isolement, de dénombrement ...des *Listeria*.

• un dossier consacré aux biocapteurs dans la revue **Analisis**, 1999, vol. 27, n° 7

Normes et projets de normes parus récemment

(reçus entre Décembre 1999 et Mars 2000)

NORMES FIL

FIL 73B :1998. LAIT ET PRODUITS LAITIERS. Dénombrement des coliformes.

Cette norme provisoire est la révision du texte paru en 1985. Elle décrit, de même, une technique par comptage des colonies et une technique NPP, toutes deux à 30°C, sans revivification préalable.

FIL 83A :1998. LAIT ET PRODUITS LAITIERS. Détection de la thermonucléase produite par les staphylocoques coagulase positive. Il s'agit de la révision de la norme provisoire parue en 1978.

FIL 181 :1998. PRODUITS LAITIERS SECS. Dénombrement de *Bacillus cereus*: technique NPP. Il s'agit d'une nouvelle norme provisoire.

NB: nous n'avons que peu de détails sur ces trois normes, parues uniquement en anglais pour l'heure, car la FIL n'en a quasiment pas encore commencé la diffusion publique. Nous vous fournirons de plus amples informations dès que possible.

NORMES EUROPEENNES ET FRANCAISES

NF EN ISO 1854, décembre 1999, AFNOR V 04-293 (ICS 67.100.30 –fromage-) FROMAGE DE SERUM. Détermination de la teneur en matière grasse. Méthode gravimétrique de référence.

NF EN ISO 2450, décembre 1999, AFNOR V 04-261 (ICS 67.100.99 –autres produits laitiers-) CREME. Détermination de la teneur en matière grasse. Méthode gravimétrique de référence.

NF EN ISO 7208, février 2000, AFNOR V 04-365 (ICS 67.100.01 – lait et produits laitiers en général-). LAIT ECREME, SERUM ET BAEURRE. Détermination de la teneur en matière grasse. Méthode gravimétrique de référence.

Pour ces trois normes, les différences par rapport aux versions précédentes, respectivement parues en 1989, 1988 et 1985, sont liées à l'adoption des textes en tant que normes européennes reprenant intégralement les normes ISO correspondantes, dans leur

version la plus récente, et sont donc principalement d'ordre rédactionnel. Une modification significative apparaît cependant sur le plan de la méthodologie : la **possibilité d'utiliser du pentane en lieu et place de l'éther de pétrole.**



Nous avons reçu à présent les textes des normes **NF EN ISO 6888-1 & -2, nov. 1999, (AFNOR V 08-014 -1 & -2)**, consacrées au dénombrement des staphylocoques à coagulase positive (*Staphylococcus aureus* et autres espèces) et signalées dans le n° 31 de La Lettre de CECALAIT.

Partie 1 : Technique utilisant le milieu gélosé de Baird-Parker. A la différence de la version précédente, ce texte laisse la température d'incubation (35 ou 37°C) au choix des parties intéressées. Le mode de calcul du nombre de staphylocoques présents dans les boîtes et dans la prise d'essai est également modifié.

Partie 2 : Technique utilisant le milieu gélosé au plasma de lapin et au fibrinogène, était déjà parue dans les textes normatifs internationaux, mais n'existait qu'en méthode de routine dans la normalisation française. (V 08-057-2)

NORMES FRANCAISES

B 35-523, décembre 1999 (ICS 67.260 –installation et matériel pour l'industrie alimentaire-, 71.040.20 –verrerie de laboratoire et appareils connexes-). VERRERIE DE LABORATOIRE. Pipettes à lait de 11 mL. Ce texte remplace la norme de même numéro de décembre 1990, pour tenir compte de la révision de la norme B 35-521 sur les butyromètres à lait (septembre 1997). Les spécifications géométriques de la pipette y sont cependant quasi identiques, à l'exception de la longueur du réservoir passant d'environ 80 mm à environ 85 mm.

FD V 01-000, décembre 1999 (ICS 67.040 –produits agro-alimentaires en général- et 01.040.67 –technologies agro-alimentaires : vocabulaires). ANALYSE DES PRODUITS AGRICOLES ET ALIMENTAIRES. Terminologie. Ce document définit les termes nécessaires à la rédaction et /ou l'application des normes des méthodes d'analyse des produits agro-alimentaires. On y trouve donc les définitions de termes ou d'expressions relatifs aux

méthodes, aux différents types d'échantillons, aux caractéristiques des méthodes d'analyse, aux études inter-laboratoires, aux matériaux de référence, à l'étalonnage et aux étalons.

FD X 07-021, octobre 1999 (ICS 03.120.30 –*application des méthodes statistiques*, 17.020 –*métrologie et mesurage en général*)
NORMES FONDAMENTALES. Métrologie et applications de la statistique : aide à la démarche pour l'estimation et l'utilisation de l'incertitude des mesures et des résultats d'essais. Ce texte complète l'approche donnée par « le guide pour l'expression de l'incertitude des mesures et des résultats d'essais » (norme NF ENV 13005 ou X 07-020) en établissant le lien avec la série de normes ISO 5725 (1 à 6), consacrées à l'exactitude des résultats et méthodes de mesure. Il fourmille d'exemples issus de domaines divers.

PROJETS DE NORMES AFNOR, SOUMIS A ENQUETE

Projet B 35-355, février 2000. Verrerie de laboratoire. Butyromètres à lait écrémé, double volume.

Projet NF EN 13704, T 72-233, décembre 1999. Désinfectants chimiques – Essais quantitatifs de suspension pour l'évaluation de

l'activité sporicide des désinfectants chimiques utilisés dans le domaine de l'agro-alimentaire, dans l'industrie, dans les domaines domestiques et en collectivité. Méthode d'essai et prescriptions (phase 2, étape 1).

Projet EN ISO 16140 (Projet V 08-103), janvier 2000 Microbiologie des aliments. Protocole pour la validation des méthodes alternatives. Ce texte s'inscrit dans le cadre du programme Microval. Les méthodes validées seront alors utilisables dans le cadre de contrôles officiels et leurs résultats seront reconnus internationalement.

Projet V 03-200-1, mars 2000. Produits alimentaires. Détection des organismes génétiquement modifiés – partie 1 : lignes directrices.

Projet V 08-105, février 2000. Microbiologie des aliments. Principes de base de l'impédancemétrie appliquée aux examens microbiologiques.

➤ à signaler également la parution fin 1999 d'un recueil de normes, en 2 volumes, consacré aux **ingrédients et additifs alimentaires**.

RENDEZ-VOUS

➤ RAPPELS

28 - 31 MARS 2000
CNIT PARIS LA DEFENSE
4^e Forum du laboratoire

30 MARS – 2 avril 2000
WADAHN HOTEL, VINSTRA, NORVEGE
« Milk protein Conference » : structure et fonction, nutrition et santé

3 – 7 avril 2000
LJUBLJANA, SLOVENIE
Semaine Analytique FIL/ISO/AOAC
+ Symposium sur la "Sécurité des produits laitiers"

13 – 14 avril 2000
NICOSIE, CHYPRE
Symposium sur les stratégies de développement pour le secteur laitier ovin et caprin

8 - 10 mai 2000
VELDHOVEN, PAYS-BAS
Euroresidue IV
Conférence internationale sur les résidus de drogues vétérinaires dans l'alimentation

MCI
19, rue d'Athènes
75009 PARIS

Dpt of Food Science
PO 5036 NLH 1432 AAS

FIL Secrétariat
41, square Vergote
B-1030 BRUXELLES
BELGIQUE

Mr G. Psathas
39, Dem. Severis Ave.
PO Box 22418
1521, NICOSIE
CHYPRE
ou
FIL

EuroResidue Foundation
Dr L. A Van Ginkel
c/o RIVM
PO Box 1
NL-3720 BA BILTHOVEN PAYS-BAS

tel : +33 (0)1.44.53.72.20°
télécopie : +33 (0)1.44.53.72.22
mel : mci-congres@wanadoo.fr

tel : +47 64.94.85.50
télécopie : +47 64.94.37.89

Tel : 32/2.733.1690
Fax : 32/2.733.04.13
mel : info@fil-idf.org
<http://www.fil-idf.org>

télécopie : +357/2.667313
mel : cmio@cytanet.com.cy

tél : +31 30 274 2613
télécopie : +31 30 274 4403
mel : euroresidue@rivm.nl
Internet : <http://www.rikilt.dlo.nl/euroresidue/>

11 – 14 juin 2000

STRESA, ITALIE

Séminaire FIL sur l'immunologie des glandes mammaires chez les ruminants

New Team

Via Ghiretti, 2
43100 PARMAS
ITALIE

ou

FIL

tél : +39 0521.29.39.13

télécopie : +39.0521.29.40.36

mel : newteam@paramiol.it

<http://www.newteam.it>

26 - 27 juin 2000

NANTES, FRANCE, FOODSIM 2000

1ere Conférence Internationale sur la simulation dans l'industrie alimentaire et biologique

Society for Computer Simulation International

tél : +33 (0)2.51.78.54.54

télécopie : +33 (0)251.78.54.55

mel : ICSFBI@enitiaa.nantes.fr

28 - 30 juin 2000

MELBOURNE, AUSTRALIE

Dairy Ingredients Science 2000

OzAccom Conference Services

PO Box 164
Fortitude Valley
QLD Australie 4006

ou

DIAA National Office

Kristine MANSER

Level 6, 84 William Street

Melbourne VIC Australie 3000

tél : +61 (0)7 3854 1611

télécopie : +61 (0)7 3854 1507

mel : ozaccom@ozaccom.com.au

tél : +61 (0)3 9670 0422

télécopie : +61 (0)3 9642 8144

mel : diaa@dairy.com.au

AUTRES MANIFESTATIONS FIL

16 – 20 SEPTEMBRE 2000

DRESDE, ALLEMAGNE

84^e sessions annuelles de la FIL

FIL

AUTRES MANIFESTATIONS

16 mars 2000

PARIS LA DEFENSE

Journée d'information AFNOR sur l'évaluation sensorielle

Evelyne THOMANN

AFNOR Tour Europe

PARIS LA DEFENSE

tél : 33/(0)1.42.91.59.36

fax : 33/(0)1.42.91.57.56

mel : evelyne.thomann@email.afnor.fr

<http://www.afnor.fr>

27 – 29 mars 2000

PARIS

La gestion du risque : environnement, sécurité sanitaire, financement.

5^e Assises Nationales Qualibio

QUALIBIO

tél : 33/(0)2.99.78.40.40

12 – 14 avril 2000

PORTO, PORTUGAL

Des nutritionnistes rencontrent des spécialistes de la science et de la technologie alimentaire.

NMFST Conference Secretariat

Philippa ORME

12 Church street, West Hanney,

Nr Wantage

OXON OX12 0LN

ROYAUME – UNI

tél : 44/(0)1235868811

fax : 44/(0)1235868811

mel : p.orme@dial.pipex.com

<http://www.elsevier.nl/locate/nmfst2000>

24 – 28 juillet 2000

BALTIMORE, MD, USA

Rencontres annuelles ADSA – ASAS

American Dairy Science Association / American Society of Animal Science

2000 ADSA/ASAS Joint meeting

111 North Dunlap Avenue

Savoy

IL 61874 USA

tél : 1/217.3563182

fax : 1/217.3984119

mel : adsa@assoqh.org

asas@assoqh.org

6 – 9 août 2000

ATLANTA, USA

87^e Rencontres annuelles IAMFES

International Association of Milk, Food and Environmental Sanitarians

IAMFES

6200 Aurora Ave Suite 200W

DES MOINES IA 50322-2863

ETATS-UNIS

Tel : +1/515.2763344

Télécopie : +1/515.276.8655

mel : iamfes@iamfes.org

<http://www.iamfes.org>

10 – 14 septembre 2000

PHILADELPHIE, USA

114^e rencontres annuelles de l'AOAC
International

Association of Official Analytical Chemists

FIL

A nouveau, les circonstances nous obligent à différer la parution du résumé de l'intervention de M. TROSSAT lors de l'Assemblée Générale de CECALAIT : influence de l'alcool isoamylique sur le dosage de la matière grasse du lait par la méthode Gerber. C'est promis : il sera au rendez-vous du prochain numéro de La Lettre de CECALAIT (n° 33, à paraître au 2^e trimestre 2000). Nous vous remercions de votre compréhension et de votre patience.

La Lettre de CECALAIT est éditée par CECALAIT, BP 89, 39801 POLIGNY CEDEX
CECALAIT : association. Président : Joachim TROLARD ; Vice-Président : Ewald VAN BAAR ;
Trésorier : Pierre PARGUEL ; Directeur : Hugues DAMOUR
Directeur de la publication : Joachim TROLARD
Responsable de la rédaction : Annette BAPTISTE
Impression : CECALAIT, BP 89, 39801 POLIGNY CEDEX
1^{er} trimestre 2000
Dépôt légal : à parution
ISSN : en cours