

NOTE DU SECRETARIAT

1. En octobre 1949, le Comité des problèmes agricoles créa le Groupe de travail de la normalisation des denrées périssables.¹
2. Le Groupe de travail a pour mandat de "définir des normes communes pour les denrées périssables" et "d'étudier les mesures à prendre sur le plan international pour généraliser l'emploi des normes et des contrôles".
3. Il est à noter que les normes établies par le Groupe de travail ne visent que la marchandise livrée au trafic entre pays européens et à destination de ces pays et qu'elles sont appliquées au stade de l'expédition, donc par les services compétents des pays exportateurs. Les normes pour les espèces individuelles de fruits et légumes sont élaborées dans le cadre d'un protocole, adopté dans sa forme actuelle en 1953 et révisé à la dix-septième session du Groupe de travail en 1964, qui contient des dispositions générales pour ce genre de marchandises.
4. Au cours de sa douzième session, tenue à Genève du 12 au 15 juin 1961, le Groupe de travail a décidé que les normes qu'il avait définitivement approuvées devraient dorénavant être désignées comme "normes européennes" recommandées par le Groupe de travail de la normalisation des denrées périssables.
5. La norme qui figure dans le présent document a été adoptée sous sa forme définitive à la trente-deuxième session du Groupe de travail; le Secrétariat a été chargé de l'envoyer, pour acceptation officielle, aux gouvernements des Etats membres de la Commission économique pour l'Europe.

¹ A sa vingt-septième session, le Comité des problèmes agricoles a décidé de changer le nom du Groupe de travail comme suit : "le Groupe de travail de la normalisation des produits périssables" (ECE/AGRI/20, par. 43).

NORME CEE-ONU

concernant la commercialisation et le contrôle
de la qualité commerciale des

CERTAINS PRODUITS D'OEUFS DE POULE DESTINES A L'INDUSTRIE ALIMENTAIRE

livrés au trafic international entre les pays membres
de la CEE-ONU et à destination de ces pays

I. CHAMP D'APPLICATION

La présente norme est applicable aux ovoproduits ci-après destinés à l'industrie alimentaire et à la consommation humaine et qui sont commercialisés en tant que "QUALITE CEE-ONU" : oeufs entiers, jaunes d'oeufs, blancs d'oeufs. Ces produits peuvent être à l'état séché, liquide ou congelé.

II. DEFINITIONS UTILISEES DANS LA NORME

Ovoproduits :

produits mentionnés à la section I, propres à la consommation humaine et composés des constituants des oeufs de poule en coquille cassés. Les ovoproduits peuvent contenir certains additifs alimentaires autorisés nécessaires pour leur fabrication.

Oeuf entier :

produit homogène obtenu à partir du contenu complet d'oeufs de poule en coquille cassés conformément aux bonnes pratiques de fabrication. De petites quantités de blanc d'oeuf ou de jaune d'oeuf peuvent être ajoutées à l'oeuf entier afin de normaliser le produit pour le rendre conforme aux critères de composition indiqués à la section III.

Jaune d'oeuf :

produit homogène obtenu par séparation du jaune des oeufs de poule en coquille cassés, conformément aux bonnes pratiques de fabrication. De petites quantités de blanc d'oeuf peuvent être ajoutées au jaune d'oeuf afin de normaliser le produit.

Blanc d'oeuf :

produit homogène obtenu par séparation du blanc d'oeuf de poule en coquille cassés, conformément aux bonnes pratiques de fabrication.

Ovoproduit liquide :

produit liquide obtenu à partir d'oeufs entiers, de jaune d'oeuf ou de blanc d'oeuf sans addition ni extraction d'eau.

Ovoproduit congelé :

produit obtenu à partir d'un ovoproduit liquide qui a été congelé ou surgelé et maintenu dans cet état-

Ovoproduit séché :

produit obtenu à partir d'un ovoproduit liquide dont l'eau a été extraite par dessiccation pour obtenir un produit pulvérulent ou granulé.

CONCENTRATED EGG PRODUCT

BLENDED EGG PRODUCT

Lot ou série de marchandises :

quantité définie d'ovoproduits obtenus dans des conditions présumées uniformes, c'est-à-dire entre deux interruptions planifiées de la production.

Additif alimentaire :

toute substance ainsi définie par la Commission du Codex Alimentarius (Manuel de procédure de la Commission du Codex Alimentarius, 5ème édition, 1981, p.29 de l'anglais).

III. DISPOSITIONS CONCERNANT LA QUALITE

i) **Généralités**

La présente norme a pour objet de définir les impératifs de qualité auxquels le produit doit satisfaire à tous les stades de la commercialisation qui suivent la préparation et l'emballage, mais la norme ne s'applique pas aux produits vendus au détail.

ii) **Critères généraux de qualité**

Les ovoproduits doivent être homogènes, propres à la consommation humaine, pratiquement exempts de fragments de coquille et exempts de substances étrangères. La saveur, la couleur et l'odeur des ovoproduits doivent être naturelles et caractéristiques de chaque produit. Dans le cas des ovoproduits séchés, ces produits doivent être faciles à reconstituer.

iii) **Matières premières**

Les seules matières premières autorisées pour la partie oeuf des ovoproduits sont :

- a) Les oeufs de poule en coquille remplissant les conditions énoncées :
1. dans la norme CEE-ONU No 42 concernant la commercialisation et le contrôle de la qualité des oeufs en coquille pour consommation directe livrés au trafic entre les pays européens et à destination de ces pays.
 2. dans la norme CEE-ONU No 43 concernant la commercialisation et le contrôle de la qualité des oeufs en coquille destinés au traitement industriel et livrés au trafic entre les pays européens et à destination de ces pays.
- b) Le contenu des oeufs de poule en coquille qui satisfont aux normes CEE-ONU ci-dessus, mais qui ont leurs coquilles fêlées pour autant qu'ils soient cassés et traités le plus tôt possible. ²
- c) Les ovoproduits qui satisfont aux exigences spécifiées dans la présente norme.
- d) Les ovoproduits qui satisfont aux exigences de la présente norme autres que les critères de composition concernant la teneur en matières grasses et la teneur en oeuf sec, spécifiés à l'alinéa iv) de la section III de la présente norme.
- e) Les ovoproduits non pasteurisés qui satisfont par ailleurs aux exigences spécifiées aux alinéas c) et d) peuvent être importés et utilisés uniquement sous l'autorité et la surveillance de l'organisme officiel, compétent en la matière.
- f) Les matières premières autorisées ne comprennent pas :
- les ovoproduits obtenus par broyage d'oeufs en coquille ^{3 4}

² La législation de la République fédérale d'Allemagne interdit l'utilisation d'oeufs à coquille fêlée dont la membrane a été déchirée si le contenu de l'oeuf n'a pas été extrait immédiatement après la rupture de la membrane.

³ La législation de la République fédérale d'Allemagne interdit l'utilisation d'oeufs à coquille fêlée dont la membrane a été déchirée si le contenu de l'oeuf n'a pas été extrait immédiatement après la rupture de la membrane.

- le blanc d'oeuf extrait des coquilles par séparation centrifuge. ⁴

iv) **Critères de composition**

Les ovoproduits doivent satisfaire aux spécifications ci-après. Seule la partie oeuf des ovoproduits est prise en compte pour le calcul des pourcentages indiquant la composition.

PRODUIT	TENEUR EN OEUF SEC (minimum en %)	TENEUR EN MATIERES GRASSES (minimum en %)	ACIDES GRAS LIBRES (maximum en %)*
Oeufs entiers liquides et congelés	23.5	9.8	-
Jaune d'oeuf liquide et congelé	43.0	26.0	-
Blanc d'oeuf liquide et congelé	10.5	-	-
Oeufs entiers séchés 95.0	39.0	3.5	
Jaune d'oeuf séché	95.0	56.0	3.5
Blanc d'oeuf séché en plateau	84.0	-	-
Blanc d'oeuf séché par pulvérisation	92.0	-	-

* Pourcentage maximal d'acides gras libres (exprimé en quantité d'acide oléique) par rapport à la teneur du produit en matières grasses.

⁴ Réserve du Royaume-Uni qui estime que les matières premières obtenues par broyage d'oeufs en coquille et séparation centrifuge devraient être autorisées par la norme.

Les ovoproduits doivent satisfaire aux spécifications ci-après. Seule la partie oeuf des ovoproduits est prise en compte pour le calcul des pourcentages indiquant la composition.

v) **Traitement des ovoproduits**

- a) La pasteurisation des ovoproduits doit être conforme à la section 4.4.4.5 du Code d'usages applicables en matière d'hygiène aux ovoproduits adopté par la Commission mixte FAO/OMS du Codex Alimentarius. Les ovoproduits doivent être traités dans un établissement agréé par l'organe officiel compétent.
- b) Les ovoproduits peuvent être désués ou leur pH peut être modifié.

vi) **Critères microbiologiques** ⁵

Outre les conditions nationales, l'état microbiologique des ovoproduits doit être conforme aux prescriptions minimales suivantes :

Les salmonella :

- a) Aucune salmonella ne doit être trouvée dans l'un quelconque des dix échantillons examinés lorsque le test est effectué selon la méthode décrite ($n = 10, c = 0, m = 0$). ⁶
- b) Dans les produits destinés à des fins diététiques particulières, aucune salmonella ne doit être trouvée dans l'un quelconque des 30 échantillons examinés ($n = 30, c = 0, m = 0$). ⁶

Bactéries aérobies mésoophiles

Il ne doit pas être trouvé plus d'un million de bactéries aérobies mésophiles par gramme dans l'un quelconque des cinq échantillons examinés lorsque le test est effectué selon la méthode décrite, ou plus de 50 000 par gramme dans trois ou plus

⁵ Code d'usages international recommandé en matière d'hygiène pour les produits à base d'oeufs (Additif 1-1978 CAC/RCP 15-1976), Section 5, plan d'échantillonnage et limites microbiologiques (par. 4 et 4.1 seulement).

⁶ n = Nombre d'échantillons à examiner.
m = Valeur à partir de laquelle ou au-dessous de laquelle il n'y a pas lieu de s'inquiéter.
M = Valeur au-dessus de laquelle le lot est jeté.
c = Nombre maximum d'échantillons ayant des valeurs situées entre m et N acceptables pour le lot.

Ces critères sont utilisés pour décrire trois types de catégories. M n'est pas applicable dans les cas où il y a deux catégories.

des cinq échantillons examinés ($n = 5$, $c = 2$, $m = 5 \times 10^4$, $M = 10^6$).⁷

Bactéries coliformes

Bactéries coliformes ne doit pas être trouvé plus d'un million de bactéries coliform Rg par gramme dans l'un quelconque des cinq échantillons examinés lorsque le test est effectué selon la méthode décrite, ou plus de 50 000 par gramme dans trois ou plus de cinq échantillons examinés ($n = 5$, $c = 2$, $m = 10$, $M = 10^3$).⁷

IV. DISPOSITIONS CONCERNANT LES ADDITIFS ALIMENTAIRES

L'utilisation d'additifs alimentaires doit être conforme à la législation du pays importateur.⁸

-
- ⁷ n = Nombre d'échantillons à examiner.
 m = Valeur à partir de laquelle ou au-dessous de laquelle il n'y a pas lieu de s'inquiéter.
 M = Valeur au-dessus de laquelle le lot est jeté.
 c = Nombre maximum d'échantillons ayant des valeurs situées entre m et M acceptables pour le lot.

Ces critères sont utilisés pour décrire trois types de catégories. M n'est pas applicable dans les cas où il y a deux catégories.

⁸ Dans l'application de cette disposition, les gouvernements doivent se référer aux Recommandations du Codex Alimentarius.

V. DISPOSITIONS CONCERNANT LES CONTAMINANTS

Les ovoproduits ne doivent pas contenir de contaminants tels que traces de pesticides, antibiotiques, hormones ou métaux lourds en quantités supérieures à celles qui sont spécifiées dans la législation du pays importateur.⁹

VI. DISPOSITIONS CONCERNANT L'HYGIENE

- i) Les conditions d'hygiène requises pour la fabrication des ovoproduits et pour les locaux, le matériel et le personnel utilisés ou affectés à cette fabrication doivent être celles qui sont spécifiées dans le Code d'usages applicables en matière d'hygiène aux ovoproduits, adopté par la Commission mixte FAO/ONS du Codex Alimentarius.
 - ii) En outre, les ovoproduits doivent satisfaire aux essais appropriés spécifiés à l'alinéa i) de la section IX de la présente norme.
 - iii) Les matières premières autorisées à l'alinéa iii) b) de la section III de la présente norme qui ne sont pas préparées dans une entreprise spécialisée dans le traitement des ovoproduits doivent être préparées conformément aux prescriptions contenues dans le Code d'usages international recommandé en matière d'hygiène pour les produits à base d'oeufs (CAC/RCP 15-1976, Commission du Codex Alimentarius ALINORM 85/13).
-

VII. DISPOSITIONS CONCERNANT L'EMBALLAGE, LE TRANSPORT. LE STOCKAGE

- i) Les emballages des ovoproduits doivent protéger suffisamment le produit et prévenir toute contamination. Le matériau d'emballage ne doit communiquer ni goût, ni odeur, ni couleur à l'ovoproduit, et doit être conforme à la législation du pays importateur.
 - ii) Le transport des ovoproduits se fait conformément aux prescriptions du Code d'usages applicables en matière d'hygiène aux produits à base d'oeufs, adopté par la Commission mixte FAO/ONS du Codex Alimentarius. En outre, le transport des ovoproduits congelés doit se faire conformément aux dispositions de l'Accord relatif aux transports internationaux de denrées périssables et aux engins spéciaux à utiliser pour ces transports (ATP).
 - iii) Le stockage des ovoproduits doit être conforme aux prescriptions du Code d'usages
-

⁹ Dans l'application de cette disposition, les gouvernements doivent se référer aux Recommandations du Codex Alimentarius.

applicables en matière d'hygiène aux ovoproduits, adopté par la Commission mixte
FAO/ONS du Codex Alimentarius.

VIII. DISPOSITIONS CONCERNANT LE MARQUAGE

A. Marquage des emballages

Les emballages contenant des ovoproduits doivent porter les indications suivantes en caractères bien visibles, nettement lisibles et indélébiles :

- i) La description appropriée du produit, comme il est indiqué ci-dessous :
 - a) oeufs entiers liquides
 - b) oeufs entiers congelés
 - c) oeufs entiers séchés
 - d) jaune d'oeuf liquide
 - e) jaune d'oeuf congelé
 - f) jaune d'oeuf séché
 - g) blanc d'oeuf liquide
 - h) blanc d'oeuf congelé
 - i) blanc d'oeuf séché en plateau
 - j) blanc d'oeuf séché en poudre.
 - (K)
 - (L)
 - (M)
- ii) Les mentions ci-après, selon qu'il conviendra :
 - a) la mention "pasteurisé" ou la mention "soumis à un traitement thermique" lorsque le blanc d'oeuf a été soumis à ce traitement
 - b) la mention "désucré" lorsque le produit a été désucré
 - c) la mention "acidifié" lorsque le produit a été traité par cette méthode.
- iii) Lorsque les produits sont commercialisés en tant que qualité CEE-ONU, ils doivent porter l'indication "QUALITE CEE-ONU".
- iv) La liste des [ingrédients, y compris les] additifs alimentaires présents dans le produit, par ordre décroissant de poids, sauf lorsqu'aucun additif alimentaire n'a été utilisé.
- v) Le nom ou l'appellation commerciale et l'adresse du fabricant, de l'emballleur, du distributeur, de l'exportateur, de l'importateur ou du vendeur.
- vi) L'identification de l'établissement de traitement de l'ovoproduit et le numéro du lot de la marchandise, chaque lot recevant un numéro d'ordre.
- vii) Le pays d'origine, lorsque son omission risque d'induire le consommateur en erreur.

Lorsque les ovoproduits ont été soumis dans un autre pays à un traitement qui en change la nature, ce pays est considéré comme le pays d'origine aux fins de la présente disposition.

- viii) Le poids net en unités SI (Système international) ou en unités avoirdupois.
- ix) Le marquage de la date : soit la date de fabrication, soit la date limite de conservation minimale (à utiliser de préférence avant le ...).
- X)

B. Marquage des récipients de vrac

Lorsque les ovoproduits liquides sont commercialisés en citernes, bidons ou autres récipients de vrac, les renseignements mentionnés aux sections i) à v), viii) et ix) ci-dessus peuvent figurer dans les documents d'accompagnement. Les renseignements mentionnés à la section vi) ci-dessus doivent figurer sur le récipient.

IX. DISPOSITIONS CONCERNANT LES METHODES D'ANALYSE

- i) La pasteurisation des ovoproduits doit être vérifiée par un test approprié. Lorsqu'on a recours au test de l'alpha-amylase, il doit être effectué conformément aux prescriptions du Code d'usages applicables en matière d'hygiène aux ovoproduits adopté par la Commission mixte FAO/OMS du Codex Alimentarius.

ANNEXE

METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE

I. PREPARATION DE L'ECHANTILLON DESTINE A L'ANALYSE

1.1. Observations générales

L'échantillon doit être rendu homogène avant l'analyse et conservé au frais dans un bocal hermétiquement clos.

On laisse se décongeler tous les échantillons ou on les réchauffe dans un bain-marie à une température inférieure à 50°C; ils sont homogénéisés et traités comme des échantillons liquides dans toutes les analyses.

Dans le cas des produits séchés, on prépare l'échantillon à analyser en le faisant passer trois fois dans un tamis ayant des mailles de 1 mm environ de côté, pour réduire les agglomérats éventuels.

2. REACTIFS

2.1 Eau

2.1.1 Lorsqu'il est dit d'utiliser de l'eau pour dissoudre, diluer ou laver, on utilisera de l'eau distillée ou de l'eau d'une pureté au moins équivalente.

2.1.2 Lorsqu'il est question de "dissolution", de "solution" ou de "dilution" sans autre indication, il s'agit d'une dissolution, d'une solution ou d'une dilution à l'eau.

2.2 Produits chimiques

Sauf indication contraire, tous les produits chimiques utilisés comme réactifs d'analyse doivent être d'une qualité reconnue à cet effet.

3. APPAREILS

3.1 Listes d'appareils

Les listes d'appareils ne font état que d'appareils à usage spécialisé ou possédant des caractéristiques particulières.

3.2 Balance analytique

Une balance analytique s'entend d'une balance sensible au moins au 1^{er} dixième de mg.

4. EXPRESSION DES RESULTATS

4.1 Nombre de chiffres significatifs

Le résultat ne doit pas contenir plus de chiffres significatifs que ne le justifie la précision de la méthode d'analyse utilisée.

5. RAPPORT D'ESSAI

Le rapport d'essai doit donner toutes les informations nécessaires pour une identification complète de l'échantillon.

II. ECHANTILLONNAGE

1. Echantillonnage d'oeufs entiers, de jaunes et de blancs d'oeufs liquides

1.1 Echantillons prélevés dans les cuves de traitement

Les échantillons destinés à l'analyse chimique sont prélevés aux robinets de prise d'échantillon des cuves de traitement ou à la surface de celles-ci.

Il importe de veiller à ce que le robinet de prise d'échantillon ait été bien nettoyé et à ce qu'au moins 10 litres du produit aient été soutirés avant de prélever l'échantillon. Le contenu de la cuve doit être très soigneusement mélangé immédiatement avant le prélèvement de l'échantillon.

1.2 Echantillons provenant de bidons, de récipients mobiles, de camions-citernes, etc.

Prélever les échantillons en puisant dans le récipient, dont le contenu aura été bien mélangé, à l'aide d'un putoir bien propre.

2. Echantillonnage des oeufs entiers congelés, du jaune d'oeuf congelé et du blanc d'oeuf congelé

Oeufs congelés - se procurer un ou plusieurs conteneurs représentatifs. En examiner le contenu du point de vue de l'odeur et de l'aspect (le meilleur moyen de déterminer l'état du contenu consiste à percer l'échantillon à l'aide d'un foret jusque dans sa partie centrale,

puis à noter l'odeur à mesure que l'on retire l'instrument. S'il est impossible de se procurer des conteneurs individuels, différents prélèvements pourront être effectués dans chaque conteneur). Enfoncer diagonalement le foret dans le conteneur en trois points bien éloignés, situés à une distance de 2 à 5 cm du bord, jusqu'à l'autre extrémité et aussi près que possible du fond. Envelopper les morceaux prélevés hermétiquement dans un pot d'échantillon qui sera entièrement rempli, de façon à éviter une déshydratation partielle de l'échantillon. Fermer hermétiquement le pot et le ranger dans un compartiment à glace ou dans du CO₂ solide. Avant d'analyser l'échantillon, le réchauffer dans un bain d'eau maintenu à une température de 50 et bien l'agiter.¹⁰

3. **Echantillonnage d'oeufs entiers, de jaunes et de blancs d'oeufs séchés**

3.1 **Prélèvement à la sortie du séchoir par pulvérisation**

Tenir un récipient propre (d'environ 500 ml) au-dessous de l'orifice et le laisser se remplir.

3.2 **Prélèvement dans des Poches. etc.**

Transférer l'échantillon dans un récipient propre (d'environ 500 ml) au moyen d'une spatule ou d'une cuiller propres.

¹⁰ Méthodes d'analyses officielles de l'AOAC (Association official Analytical Chemists), par W. Horowitz, 3ème édition, document publié en 1980 par l'AOAC (Washington).

METHODE No 1 - DETERMINATION DE LA TENEUR EN MATIERES SECHES (ETUVE SOUS VIDE, A 99 ° C)

1. PORTEE ET CHAMP D'APPLICATION

Cette méthode permet de déterminer la teneur totale en matières sèches des produits :

- d'oeufs entiers liquides
- de jaunes d'oeufs liquides
- de blancs d'oeufs liquides
- d'oeufs entiers congelés
- de jaunes d'oeufs congelés
- de blancs d'oeufs congelés
- d'oeufs entiers séchés
- de jaunes d'oeufs séchés
- de blancs d'oeufs séchés
- LIQUID BLENDED
- FROZEN BLENDED
- DRIED BLENDED

2. DEFINITION

La teneur totale en matières sèches est celle qui est déterminée par la méthode indiquée.

3. PRINCIPE

On détermine la teneur totale en matières sèches en séchant l'échantillon sous vide dans une étuve où la pression est inférieure à 2,2 kPa et où la température est de 99 + 1 °C.

4. APPAREILS

- 4.1 **Boîte métallique à peser,**
à fond plat, résistant à l'attaque des échantillons et aux conditions de l'essai.
- 4.2 **Etuve de séchage sous vide,**
à réglage thermostatique à 99 + 1 °C, équipée d'un thermomètre et d'un manomètre.
- 4.3 **Dessiccateur,**
contenant du gel de silice récemment activé, ou un produit siccatif

équivalent, et pourvu d'un indicateur d'hygrométrie.

4.4 **Bain-marie,**
bouillant.

4.5 **Balance analytique**

5. MODE OPERATOIRE

5.1 Sécher dans l'étuve (4.2) à $99 \pm 1^\circ\text{C}$, une boîte à peser et son couvercle (4.1) jusqu'à un poids constant.

5.2 Laisser refroidir la boîte et son couvercle dans le dessiccateur (4.3) jusqu'à la température ambiante et peser au dixième de mg le plus proche.

5.3 Peser exactement dans la boîte environ 5 g d'échantillon de produit d'oeufs liquide ou congelé ou environ 2 g d'échantillon de produit d'oeufs sec. Placer la boîte à la surface d'un bain-marie bouillant (4.4) jusqu'à évaporation de presque toute l'eau contenue dans les échantillons.

5.4 replacer le couvercle sur la boîte sans la fermer entièrement, la mettre dans l'étuve sous vide pendant 5 heures environ à $99 \pm 1^\circ\text{C}$. Laisser pénétrer de l'air sec dans l'étuve pour y rétablir la pression atmosphérique, bien assujettir le couvercle et transférer la boîte dans le dessiccateur. Laisser refroidir jusqu'à la température ambiante et peser.

5.5 Répéter l'opération 5.4, mais avec séchage à intervalles de 2 heures, jusqu'à obtention d'un poids constant.

6. EXPRESSION DES RESULTATS

6.1 Formule et méthode de calcul

La teneur totale en matière sèches, exprimée en pourcentage du poids de l'échantillon, est donnée par la formule :

$$\frac{m_1}{m_0} \times 100$$

où :

m_0 = la masse en g de la quantité testée

m_1 = la masse en g de la quantité testée après séchage et obtention d'un poids constant.

6.2 Répétabilité

La différence entre les résultats de deux dosages réalisés simultanément ou

à un intervalle très rapproché par le même analyste sur le même échantillon ne doit pas dépasser 0,1 g de matières dèches pour 100 g d'échantillon.

7. NOTES

- 7.1 Cette méthode est la même, dans son principe, que celle qui est indiquée dans "The Official Methods of Analysis of the Association of Analytical Chemists", 12ème ed. (1975), sections 17.006 et 17.007.

METHODE No 2 - ■ ■ ■ DETERMINATION DE LA TENEUR EN MATIERES GRASSE

1. PORTEE ET CHAMP D'APPLICATION

Cette méthode permet de déterminer la teneur en matières grasses des produits

- d'oeufs entiers liquides
- de jaunes d'oeufs liquides
- d'oeufs entiers congelés

- de jaunes d'oeufs congelés
- d'oeufs entiers séchés
- d jaunes d'oeufs séchés
- LIQUID BLENDED
- FROZEN BLENDED
- DRIED BLENDED

2. DEFINITION

La teneur en matières grasses des ovoproduits est celle qui est déterminée par la méthode indiquée.

3. PRINCIPE

L'échantillon est hydrolysé à l'acide chlorhydrique et les matières grasses en sont extraites au moyen d'éther de pétrole, puis récupérées et calculées en pourcentage du poids de l'échantillon initial.

Les échantillons contenant du sel et du sucre ajoutés subissent un nouveau traitement par le procédé Soxhlet d'extraction des résidus acides de l'hydrolyse.

4. REACTIFS

- 4.1 **Acide chlorhydrique**
concentré (36,5 à 38 %HC1).
- 4.2 **Ether ethylique**
- 4.3 **Ether de pétrole**
à point d'ébullition compris entre 30 et 60 °C.

5. APPAREILS

- 5.1 **Tube extracteur de Mojonnier**
- 5.2 **Bain-marie,**
à réglage thermostatique pour des températures de 70 à 100 °C.

- 5.3 **Étuve,**
à réglage thermostatique pour une température de 100 ± 1 °C.
- 5.4 **Appareils Soxhlet,**
pourvu de cartouches appropriées.
- 5.5 **Balance analytique**

6. MODE OPERATOIRE

- 6.1 Peser exactement environ 2 g de produit de jaunes d'oeufs liquides ou congelés, 3 g de produit d'oeufs entiers liquides ou gelés, ou un gramme de produit de jaunes d'oeufs séchés ou de produits d'oeufs entiers, dans un tube extracteur de matières grasses de Mojonnier (5.1), par différence. Ajouter lentement, en agitant vigoureusement 10 ml d'acide chlorhydrique (4.1) et, dans le cas des produits séchés, environ 2 ml d'eau, en faisant descendre vers le fond du tube les fragments du produit adhérant à sa paroi.
- 6.2 Placer le tube contenant l'échantillon dans un bain-marie (5.1) à une température de 70°C, porter à ébullition et maintenir à ébullition trente minutes. Agiter le tube avec précaution toutes les cinq minutes pendant cette période. Après trente minutes, retirer le tube, y ajouter de l'eau de façon à remplir presque complètement sa partie inférieure et laisser refroidir à la température de la pièce.
- 6.3 Ajouter 25 ml d'éther éthylique (4.2) au tube contenant l'échantillon traité et mélanger. Ajouter ensuite 25 ml d'éther de pétrole (4.3), mélanger et laisser reposer jusqu'à ce que la couche de solvant se soit dissipée.
- 6.4 Transférer la plus grande quantité possible de la solution de matière grasse dans l'éther dans une fiole de 125 ml sèche et propre, préalablement pesée et contenant des granules anti-turbulence. Avant de peser la fiole, la sécher et la placer pour faire contrepoids avec une fiole témoin analogue dans une étuve (5.3) à 100°C et laisser reposer à l'air jusqu'à obtention d'un poids constant.
- 6.5 Réextraire deux fois le liquide restant dans le tube, mais en utilisant chaque fois 15 ml d'éther. Bien agiter le tube après chaque addition. Laisser les solutions s'éclaircir et transférer dans une fiole, comme précédemment, la solution de matière grasse dans l'éther.
- 6.6 Faire évaporer l'éther de la fiole en plaçant celle-ci avec précaution dans un bain-marie bouillant. Dessécher les matières grasses en plaçant la fiole dans l'étuve (5.3) chauffée à 100°C jusqu'à obtention d'un poids constant (prolongement au bœgl de 90 min. environ). Retirer la fiole et le témoin de l'étuve et laisser refroidir jusqu'à obtention d'un poids constant à la température de l'air ambiant (à noter qu'en raison de la dimension de la fiole et de la nature des matières testées, le risque d'erreur est moindre avec le

refroidissement à l'air qu'avec le refroidissement en dessiccateur). Rectifier le poids obtenu par une mesure en blanc avec les réactifs utilisés.

7. EXPRESSION DES RESULTATS

7.1 Formule et méthode de calcul

La teneur en matières grasses, en pourcentage de la masse de l'échantillon, est donnée par la formule suivante :

$$\frac{m_1}{m_0} \times 100$$

où

m_0 = la masse, en g, de la portion de l'ovoproduit à l'essai (6.1)

m_1 = la masse, en g, des matières grasses obtenues après extraction et correction par une mesure en blanc.

7.2 Répétabilité

La différence entre les résultats de deux dosages réalisés simultanément ou à un intervalle très rapproché sur un même échantillon par le même analyste ne doit pas dépasser 0,3 8 de matières grasses pour 100 g d'échantillon.

8. NOTES

8.1 On détermine, par le même procédé, la teneur en matières grasses d'un ovoproduit contenant du sel et du sucre, mais les matières grasses sont de nouveau extraites de la solution acide obtenue après la troisième extraction par le procédé suivant :

8.1.1 Filtrer au papier-filtre la couche aqueuse subsistant après l'extraction et laver ce papier-filtre à l'eau chaude jusqu'à ce que le lavage n'affecte pas la couleur bleue du papier tournesol; Placer le papier-filtre sur un verre de montre ou dans une boîte de Petri et sécher pendant une heure à l'étuve (5.3) à 100°C. Laisser refroidir et introduire le papier dans une cartouche d'extraction d'un appareil Soxhlet (5.4), en utilisant une pince pour manipuler le papier-filtre. Eliminer du verre de montre ou de la boîte de Petri toute trace de matières grasses par extraction à l'aide d'un morceau d'ouate imbibé d'éther de pétrole (4.3) et mettre ce morceau d'ouate dans la cartouche. Nettoyer la cartouche dans le tube à extraction.

8.1.2 Ajouter le solvant d'extraction (4.3) au Soxhlet et poursuivre l'extraction pendant quatre heures en plaçant la fiole d'extraction sur un bain de sable ou un bain-marie, ou sur un dispositif d'extraction et

le traiter comme il est dit en 6.6.

8.1.3 Ajouter le poids de matières grasses obtenu après l'opération 8.1.2 au poids obtenu après l'opération 6.6 pour obtenir un poids rectifié m, masse en g des matières grasses obtenue après extraction.

8.2 Cette méthode est la même, dans son principe, que celle qui est exposée dans "The Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists", 12^{ème} éd., 1975, sections 17.012 et 17.013.

La suite du procédé d'extraction Soxhlet (8.1) est la même, dans son principe, que celle qui est exposée dans le document CAC/RM 55-1976, Détermination des matières grasses dans les aliments pour nourrissons et enfants; méthode No I.



METHODE No 3 - EPREUVE A L'ALPHA-ANALYSE

1. PORTEE ET CHAMP D'APPLICATION

Cette méthode sert à déterminer l'efficacité de la pasteurisation des produits :

- d'oeufs entiers liquides
- de jaunes d'oeufs liquides
- d'oeufs entiers congelés
- de jaunes d'oeufs congelés
- d'oeufs entiers séchés
- de jaunes d'oeufs séchés.
- LIQUID BLENDED
- FROZEN BLENDED
- DRIED

2. DEFINITION

L'efficacité de la pasteurisation est déterminée par l'absence ou la présence d'alpha-amylase active que la méthode indiquée permet de mettre en évidence.

3. PRINCIPE

La présence d'alpha-amylase active (que l'on trouve dans les ovoproduits non soumis à un traitement thermique ou insuffisamment pasteurisés) est révélée par son aptitude à décomposer l'amidon ajouté de sorte qu'elle empêche la formation d'un composé d'iodure d'amidon si l'on ajoute ensuite une solution d'iode.

4. REACTIFS, APPAREILS, MODE OPERATOIRE ET INTERPRETATION

La méthode à employer est celle qui a été finalement adoptée par la Commission du Codex Alimentarius pour le Code d'usages applicables en matière d'hygiène aux ovoproduits, CAC/RCP 15-1976, Annexe I.

■ ■ ■

METHODE No 4 - ACIDES GRAS LIBRES (EXPRIMER EN QUANTITE D'ACIDE OLEIQUE)

1. PORTEE ET CHAMP D'APPLICATION

Cette méthode permet de déterminer l'acidité de l'extrait à l'éther éthylique, exprimée en quantité d'acide en ce qui concerne les produits :

- d'oeufs entiers séchés
- de jaunes d'oeufs séchés.
- DRIED BLENDED

2. DEFINITION

Teneur en acides gras libres : acidité de l'extrait contenu dans l'éther éthylique telle qu'elle est déterminée par la méthode indiquée.

3. PRINCIPE

L'échantillon est extrait à l'éther éthylique. L'éther est évaporé et le résidu extrait est dissous dans du toluène. La teneur en acides gras libres est déterminée au contact d'une solution-étalon d'hydroxyde de sodium dans de l'éthanol, la phénolphtaléine étant utilisée comme indicateur.

4. REACTIFS

4.1 Ether éthylique

4.2 Toluène

Employer la meilleure qualité. S'il n'est pas neutre, en doser 50 ml au contact de 0,05 mol/l d'hydroxyde de sodium en solution dans l'éthanol et rectifier en conséquence les résultats suivants.

4.3 Phénolphtaléine

1 % m/v dans l'éthanol.

4.4 Solution d'hydroxyde de sodium dans de l'éthanol

0,05 mol/l : dissoudre un morceau de sodium métal - d'environ 1 ml en volume - dans 800 ml d'alcool absolu (éthanol). Ajouter de cette solution à 10 ml d'acide chlorhydrique à 0,1 mol/l jusqu'à virage, en utilisant la phénolphthaléine comme indicateur. Calculer le volume d'éthanol à ajouter à la solution pour obtenir 0,05 mol/l. Etalonner au contact d'acide chlorhydrique à 0,1 mol/l chaque jour où la solution est utilisée.

5. APPAREILS

5.1 **Fiole d'Erlenmeyer,**
à bec.

5.2 **Bain-marie,**
bouillant.

5.3 **Balance analytique**

5.4 **Étuve,**
à réglage thermostatique à 100 + 1 °C.

6. MODE OPERATOIRE

6.1 Peser exactement un échantillon d'environ 2 g d'oeuf séché dans une fiole Erlenmeyer à bec (5.1), ajouter 30 ml d'éther éthylique (4.1) et bien mélanger. Laisser déposer, puis décanté dans une autre fiole au moyen d'un petit papier filtre. Répéter l'extraction trois fois en utilisant, chaque fois, 20 ml d'éther éthylique.

6.2 Faire évaporer l'éther dans un bain-marie bouillant (6.2) et sécher ensuite l'extrait pendant 15 minutes dans une étuve (5.4) à 100 °C. Refroidir l'extrait, ajouter 30 ml de toluène (4.2), 3 à 4 gouttes de solution-étalon d'hydroxyde de sodium dans de l'éthanol (4.4). La réaction est terminée quand la couleur jaune vire à l'orange.

7. EXPRESSION DES RESULTATS

7.1 Formule et méthode de calcul

La teneur en acides gras libres de l'échantillon, exprimée en quantité d'acide oléique, est donnée par la formule suivante :

$$\frac{V_1 \times 2.81}{2m_0}$$

où

V_1 = le volume, en ml, de la solution-étalon à 0,05 ml/l d'hydroxyde de

sodium dans l'éthanol utilisée,

m_0 = la masse, en g, de l'échantillon prélevé.

La teneur en acides gras libres, calculée en quantité d'acide oléique et exprimée pour la partie matières grasses de l'ovoproduit est donnée par la formule suivante :

$$\frac{V_1}{2m_0} \times 2.81 \times \frac{100}{\% \text{ matières grasses}}$$

où

V_1 et m_0 ont les mêmes valeurs que ci-dessus

"% matières grasses" est le pourcentage de matières grasses que contient l'ovoproduit tel qu'il a été déterminé par la méthode No 2.

7.2 Répétabilité

La différence entre les résultats de deux dosages réalisés simultanément ou à un intervalle très rapproché par le même analyste sur un même échantillon ne doit pas dépasser 0,3 g d'acides gras libres pour 100 g de matières grasses de l'échantillon.

8. NOTES

- 8.1 L'addition de sel ou de sucre à l'ovoproduit ne devrait pas effectuer ce dosage.
- 8.2 Cette méthode est la même, dans son principe, que celle qui est exposée dans "The Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists", 12^{ème} éd. (1975), sections 17.033 et 17.034.

■ ■ ■

METHODE No 5 - CORPS ETRANGERS (Méthode provisoire ¹¹)

Pour déterminer la présence de fragments de coquilles ou d'autres impuretés, introduire 100 g du produit à analyser dans un cylindre gradué d'une capacité de 1 000 ml, ajouter de l'eau distillée jusqu'au repère correspondant à 1 000 ml, mélanger avec soin et passer à travers un filtre à mailles de 1 mm d'ouverture. Après filtrage, on ne doit

¹¹ Cette méthode a été provisoirement acceptée par le groupe d'experts, en attendant l'élaboration d'une méthode permettant de détecter la présence de particules de moins de 1 mm.

observer aucun fragment sur la toile.

Les ovoproduits séchés doivent être reconstitués avant l'analyse.
