

# COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS



Organisation des Nations Unies  
pour l'alimentation  
et l'agriculture



Organisation  
mondiale de la Santé

F

Viale delle Terme di Caracalla, 00153 Rome, Italie - Tél: (+39) 06 57051 - Courrier électronique: [codex@fao.org](mailto:codex@fao.org) - [www.codexalimentarius.org](http://www.codexalimentarius.org)

Point 4 de l'ordre du jour

CX/MAS 17/38/4

Mars 2017

## PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES

### COMITÉ DU CODEX SUR LES MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE

Trente-huitième session  
Budapest (Hongrie), 8-12 mai 2017

#### ORIENTATIONS SUR LA DÉMARCHE-CRITÈRES POUR LES MÉTHODES QUI UTILISENT UNE «SOMME DE COMPOSANTS»

(préparé par le groupe de travail électronique dirigé par le Royaume-Uni)

1. La délégation du Royaume-Uni, qui préside le groupe de travail électronique ainsi que le groupe de travail physique, a présenté les rapports de ces deux groupes lors de la trente-septième session du Comité sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (CCMAS). Elle a rappelé qu'à l'issue de sa trente-sixième session, le Comité a décidé de poursuivre les travaux conformément au mandat détaillé dans le document CX/MAS 16/37/5, paragraphe 4. Le groupe de travail physique avait examiné des exemples et conclu qu'il n'y avait pas de mécanisme unique pour déterminer des critères de performance numériques pour les méthodes et que les critères de performance devraient être examinés au cas par cas.
2. La délégation a également noté que les procédures figurant actuellement dans le Manuel de procédure s'appliquent seulement aux analytes uniques, et qu'un amendement serait nécessaire pour indiquer que le processus ne convenait pas toujours pour une «somme de composants».
3. La délégation a fait savoir que le groupe de travail physique avait examiné le rapport du groupe de travail électronique et avait débattu de la voie à suivre. Elle a précisé que le document ne traitait pas les facteurs d'équivalence de toxicité (TEF), la pondération des analytes ou les situations où les limites maximales comprennent à la fois une analyse à composant unique et une analyse à plusieurs composants et que le groupe de travail physique était d'avis qu'au cas où le travail serait poursuivi, les exemples où les critères de performance ont déjà été établis devraient être intégrés.
4. La délégation a conclu que le Comité devrait formuler des orientations quant à l'opportunité de poursuivre le travail, et dans l'affirmative, sous quelle forme, c'est-à-dire quel type de document faudrait-il élaborer.
5. Chacun s'est accordé à reconnaître qu'il fallait poursuivre les travaux car il était clair que les procédures actuelles n'étaient pas nécessairement adaptées au but poursuivi. Un débat a suivi visant à établir s'il fallait préparer une procédure interne à l'usage du Codex, ou si le Codex devait donner une indication aux gouvernements.
6. L'idée d'amender le Manuel de procédure a également été appuyée, notamment pour préciser que les procédures ne convenaient pas toujours pour une «somme de composants». Des préoccupations ont été exprimées concernant la complexité de la question et le fait que le document obtenu pourrait ne pas être approprié pour être intégré dans le Manuel de procédure.
7. Le Secrétariat a précisé que si la procédure était élaborée pour être utilisée par le CCMAS et les autres comités du Codex, il s'agirait alors d'une question de procédure, et que dans ce cas, il ne serait pas approprié de l'utiliser comme document externe au Codex. Cela n'empêcherait pas les gouvernements de consulter la procédure du Codex. Le Comité devrait poursuivre le travail, et il sera décidé par la suite comment pouvoir l'utiliser dans le Codex.
8. Le Comité est convenu de modifier la section du Manuel de procédure sur les *Critères généraux régissant le choix des méthodes d'analyse* et de l'envoyer à la trentième session du Comité sur les principes généraux pour confirmation et adoption par la trente-neuvième session de la Commission.
9. Le Comité a noté que les comités du Codex devraient demander au CCMAS des orientations lorsqu'ils veulent définir des critères numériques pour les méthodes qui reposent sur une somme de composants.

10. Le Comité est convenu de reconstituer le groupe de travail électronique dirigé par le Royaume-Uni et travaillant en anglais. Ce groupe a été reconstitué avec le mandat suivant:

- i. élaborer un document sous la forme d'orientations aux comités du Codex et au CCMAS;
- ii. se concentrer sur les méthodes d'analyse chimiques uniquement;
- iii. en prenant comme point de départ le document CX/MAS 16/37/5, poursuivre l'élaboration des orientations sur la question de savoir comment les LM et les méthodes d'analyse qui comprennent une somme de composants pourraient être éventuellement converties en critères de performance de méthodes;
- iv. noter que ce document d'orientation, à utiliser au cas par cas, contiendra un certain nombre des approches potentielles disponibles;
- v. inclure des exemples où ces approches ont été déjà appliquées avec succès, y compris des méthodes avec TEQ/TEF, une pondération des analytes et des cas où une LM comprend aussi bien un analyte unique qu'une somme de composants;
- vi. voir s'il existe des exemples pratiques de sommes de composants en dehors du cadre du Codex.

11. La décision sur la manière de poursuivre ce travail sera prise lors de la session prochaine du Comité.

12. La présidence britannique du groupe de travail électronique a rédigé une ébauche entre le milieu et la fin de 2016, et l'a communiquée aux membres du groupe début 2017 afin de recueillir leurs observations. Plusieurs délégations ont formulé des commentaires, dont une bonne partie ont été pris en compte dans le document révisé disponible à l'Annexe I. Le groupe de travail électronique compte plus de 45 participants. La liste des participants et leur affiliation figurent à l'Annexe II du présent document.

13. Aucune délégation n'a exprimé de désaccord à l'égard des recommandations proposées, mais plusieurs observations ont été soulevées pendant le processus de consultation. Ces observations, récapitulées ci-après, doivent être examinées, débattues, et, s'il y a lieu, prises en compte dans une version révisée du document:

- i.) Une délégation a suggéré que le document devrait logiquement intégrer le Manuel de procédure, mais qu'il faudrait alors en réduire la longueur, car il fait actuellement six pages.
- ii.) Une autre délégation a indiqué que les exemples de l'Annexe A reposaient sur l'hypothèse d'un ratio de composants fixe et ne s'appliquaient pas aux cas où les analytes d'intérêt étaient présents dans des ratios variables.
- iii.) Une délégation a fait valoir qu'un facteur important de l'application de la démarche-critères était la capacité de l'autorité compétente (gouvernement, comité s'occupant de produits) à spécifier la fourchette de concentrations de chaque analyte.

### **Recommandations**

14. Étant donné la complexité des questions relatives aux démarches-critères pour les méthodes qui utilisent une somme des composants, il convient d'évaluer l'approche adoptée pour chaque méthode au cas par cas. Par conséquent, le Comité est invité:

- i.) à examiner le projet de document d'orientation sur les démarches-critères fourni en Annexe I; et
- ii.) à envisager les prochaines mesures à prendre par le groupe de travail électronique dans la poursuite de ces travaux, si besoin est.

## Annexe I

**PROJET DE DOCUMENT D'ORIENTATION SUR LES DÉMARCHES-CRITÈRES POUR  
LES MÉTHODES QUI UTILISENT UNE «SOMME DE COMPOSANTS»****INTRODUCTION**

1. Le Manuel de procédure de la Commission du Codex Alimentarius définit les *Critères généraux régissant le choix des méthodes d'analyse*. Les méthodes sont évaluées en fonction des caractéristiques suivantes: sélectivité, exactitude, précision, limite de détection, sensibilité, utilité pratique et applicabilité. Le Manuel permet également d'établir des critères supplémentaires, selon ce qui convient, et offre des orientations dans le choix des différentes méthodes. En outre, il permet d'employer la «démarche-critères» à la place du processus d'approbation d'une méthode spécifique (ibid). Avec la démarche-critères, il est possible de déterminer une série de critères (valeurs numériques) qu'une méthode doit satisfaire pour être applicable (c'est-à-dire «adaptée au but poursuivi») à une norme spécifique. La démarche-critères est applicable aux méthodes de Type II et de Type III entièrement validées, à l'exception de méthodes telles que l'amplification en chaîne par polymérase ou le test ELISA, mais elle n'est pas applicable aux méthodes de Type I. En l'état, la démarche-critères exige des données relatives à l'applicabilité, la fourchette minimale applicable, les limites de détection et de quantification, la précision (assortie de critères sur l'écart type relatif de la reproductibilité), la récupération et la justesse.

2. Le Manuel de procédure fournit deux approches pour établir des critères. La première s'appuie sur la limite spécifiée (maximale ou minimale) pour déterminer des critères numériques visant les caractéristiques mentionnées précédemment, tandis que la seconde repose sur la conversion d'une méthode spécifique afin d'obtenir des critères numériques. Il faut qu'une méthode soit validée et adaptée à l'analyte et au produit visés, cependant il n'est pas spécifiquement exigé qu'une méthode soit approuvée avant d'être «convertie» en critères.

3. Bien que le Manuel de procédure ne le précise pas explicitement, les *Critères généraux régissant le choix des méthodes d'analyse* ont été conçus pour les déterminations relatives à un analyte isolé et non pour les déterminations qui reposent sur une somme de composants. Autrement dit, ces critères généraux portent sur les méthodes qui mesurent la concentration d'un analyte spécifique et où la détermination se fait par rapport à une spécification. Il est donc possible que l'approche détaillée dans le Manuel de procédure actuel ne convienne pas aux déterminations qui utilisent une somme de composants.

**GÉNÉRALITÉS**

4. Il existe de nombreuses façons de convertir les méthodes et les limites maximales reposant sur des sommes de composants en critères de performance de méthodes. L'Annexe A présente deux approches à titre d'exemple, mais d'autres approches sont possibles. Les approches adoptées doivent être élaborées et choisies au cas par cas en fonction de divers facteurs. On examinera notamment si:

- le coefficient de pondération est le même pour tous les composants;
- l'abondance naturelle de certains composants est connue (par exemple, les fumonisines B1 et B2 sont déterminées ensemble; le ratio typique de B1:B2 dans les échantillons contaminés naturellement est égal à 5:2 mais la LM est fixée pour la valeur totale B1 + B2);
- les valeurs mesurées pour chaque composant sont corrélées ou non. Une corrélation (par exemple due à la mesure de plusieurs composants sur un même instrument au même moment) peut avoir des conséquences importantes sur la précision des valeurs cumulées par rapport à la précision obtenue quand les valeurs mesurées sont indépendantes;
- les LM ou les méthodes font appel à des équivalents de toxicité (TEQ) ou à des facteurs d'équivalence de toxicité (TEF); ou
- la LM porte aussi bien sur un analyte unique que sur une somme de composants.

5. Il n'est pas surprenant qu'il n'existe actuellement aucun mécanisme unique permettant de convertir les limites maximales qui portent sur une somme de composants en critères de performance d'une méthode. À mesure que l'approche relative aux «sommés de composants» entre dans l'élaboration et l'évaluation des futures méthodes, le Codex pourrait rencontrer moins de problèmes de conformité à l'avenir. D'autre part, grâce à l'amélioration des capacités des technologies d'analyse, il pourrait devenir possible d'identifier et de mesurer des quantités plus faibles des différents composants individuels visés par une disposition relative à un produit, là où ce n'était pas le cas auparavant. Une autre approche consisterait à s'appuyer sur des composants individuels en tant que «marqueurs» du «total des composants», comme c'est le cas du

benzo[a]pyrène pour les hydrocarbures aromatiques polycycliques dans l'eau de boisson. En vue d'obtenir le meilleur résultat, il faudra peut-être combiner certaines options relatives aux critères pour une «somme de composants» du Codex ainsi que les examens menés par les comités s'occupant de produits en cas de spécifications standard sur une «somme de composants».

6. Plusieurs méthodes visant des analytes multiples sont en train d'être normalisées par divers organismes compétents sur la base d'une détermination de substances isolées et/ou de groupes de substances au cours d'une procédure d'analyse unique. Par exemple, le comité technique «CEN/TC327 - Aliments des animaux - Méthodes d'échantillonnage et d'analyse» est en train d'élaborer une spécification technique qui détaille une démarche-critères visant les méthodes d'analyse des mycotoxines en vue d'étayer les travaux de normalisation du groupe de travail 5 (Toxines naturelles). Par ailleurs, le groupe de travail CEN/TC 327/WG 4 élabore actuellement une spécification technique sur les critères de performance des méthodes d'analyse validées par un laboratoire unique et par un essai circulaire portant sur la détermination des métaux lourds.

### FACTEURS D'ÉQUIVALENCE DE TOXICITÉ

7. S'agissant de certains produits ou analytes, les spécifications appliquent une méthode unique pour déterminer les concentrations respectives de plusieurs analytes avant de convertir ces concentrations en «équivalent de toxicité» à l'aide d'un facteur d'équivalence de toxicité (TEF); la spécification correspond alors à une limite fondée sur la somme des équivalents. Cette approche est illustrée par la détermination du groupe des saxitoxines dans la *Norme pour les mollusques bivalves vivants et crus* (CODEX STAN 292-2008). La spécification concerne la concentration d'équivalents de saxitoxines, obtenus à partir de 12 saxitoxines congénères dont les résultats respectifs sont multipliés par un TEF puis additionnés. Les TEF sont utilisés dans d'autres déterminations, par exemple les dioxines dans les PCB de type dioxine. La démarche-critères qui figure actuellement dans le Manuel de procédure ne s'applique pas aux spécifications qui ont recours aux TEF ou à la somme d'équivalents de toxicité.

8. L'utilisation d'un TEF pour déterminer un «équivalent de toxicité» nécessite un calcul, et si ce calcul fait partie de la méthode, alors historiquement, le Comité sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage considère qu'il s'agit d'une méthode de Type I. Même si la procédure analytique de détermination de la valeur est rationnelle (de Type II ou III) avant la conversion, la détermination finale ressort au Type I car il s'agit d'un calcul empirique. Une autre option consisterait à intégrer les TEF dans la norme plutôt que dans la méthode.

### CONCLUSION

1. Il existe de nombreuses manières de convertir les méthodes et les limites maximales qui reposent sur des sommes de composants en critères de performance de méthodes. Cela étant, l'opération doit être effectuée soigneusement par des analystes qui comprennent parfaitement la méthodologie employée et procèdent au cas par cas.
2. Si les méthodes analytiques qui utilisent l'addition de composants ont fait l'objet d'un essai collectif sur la base d'une «somme de composants», alors elles peuvent être directement converties en critères.
3. S'agissant des LM qui reposent sur des TEQ/TEF ou d'autres mesures de l'activité toxicologique, il est recommandé de ne pas convertir les limites elles-mêmes en critères de performance de la méthode. Dans ces cas-là, la seconde approche décrite dans le Manuel de procédure (conversion d'une méthode spécifique afin d'obtenir des critères numériques) peut être appropriée: il s'agit de déterminer des critères numériques en utilisant les données de performance de la méthode brutes (c'est-à-dire non converties en TEQ), en supposant que la méthode a été validée comme il convient. C'est l'approche qui a été adoptée pour amender la *Norme pour les mollusques bivalves vivants et crus* (CODEX STAN 292-2008), pour laquelle des critères de performance numériques non pondérés (donc sans application de TEF) ont été établis à partir des différentes méthodes approuvées.
4. S'agissant des dispositions qui stipulent des LM à la fois pour des substances isolées et pour une somme de composants (par exemple CODEX STAN 33-1981 *Norme pour les huiles d'olive et les huiles de grignons d'olive*), une combinaison d'approches peut se révéler appropriée. À titre d'exemple, on peut adopter des approches du Manuel de procédure pour les substances isolées, et une approche fondée sur une somme de composants pour les LM qui procèdent par addition de composants.

### RÉFÉRENCES

- i.) CODEX STAN 292-2008: *Norme pour les mollusques bivalves vivants et crus*
- ii.) CODEX STAN 33-1981: *Norme pour les huiles d'olive et les huiles de grignons d'olive*

**ANNEXE A - EXEMPLES D'APPROCHES****APPROCHE 1: LA LM EST UNE SOMME DE COMPOSANTS DE MÊME PONDÉRATION**

Cette approche s'applique aux analyses portant sur plusieurs analytes où tous les composants ont le même coefficient de pondération, où  $n$  est le nombre de composants/analytes. Les critères pour les analytes multiples (et les analytes isolés, où  $n = 1$ ) correspondent alors aux résultats du Tableau 1.

**Tableau 1: Directives pour obtenir des critères numériques si la LM est une somme de composants de même pondération**

<b>Applicabilité:</b>	La méthode doit être applicable pour la disposition, le produit et les limites (minimales et/ou maximales) qui sont spécifiés. La fourchette minimale applicable de la méthode dépend de la limite (LM) spécifiée à évaluer, et peut être exprimée par l'écart type de la reproductibilité ( $s_R$ ) ou par la LD et la LQ.			
<b>Fourchette minimale applicable pour <u>les composants individuels</u><sup>1</sup>:</b>	Si $LM / n \geq 0,1$ mg/kg, $[LM / n - 3 s_R, LM + 3 s_R]$ Si $LM / n < 0,1$ mg/kg, $[LM / n - 2 s_R, LM + 2 s_R]$ NB: La limite supérieure de la fourchette va au-delà de la LM pour les composants individuels.			
<b>Limite de détection (LD) pour <u>les composants individuels</u>:</b>	Si $LM / n \geq 0,1$ mg/kg, $LD \leq LM / n \cdot 1/10$			
<b>Limite de quantification (LQ) pour <u>les composants individuels</u>:</b>	Si $LM / n < 0,1$ mg/kg, $LD \leq LM / n \cdot 1/5$ Si $LM / n \geq 0,1$ mg/kg, $LQ \leq LM / n \cdot 1/5$ Si $LM / n < 0,1$ mg/kg, $LQ \leq LM / n \cdot 2/5$			
<b>Précision pour <u>les composants individuels</u>:</b>	Si $LM / n \geq 0,1$ mg/kg, $HorRat \leq 2$ Si $LM / n < 0,1$ mg/kg, $ETR_R < [44 \%$ ].			
<b>Récupération (R) pour <u>les composants individuels</u>:</b>	$ETR_R =$ écart type relatif de la reproductibilité.			
	<b>Concentration</b>	<b>Ratio</b>	<b>Unité</b>	<b>Récupération (%)</b>
	100	1	100 % (100 g/100 g)	98 – 102
	$\geq 10$	$10^{-1}$	$\geq 10$ % (10 g/100 g)	98 – 102
	$\geq 1$	$10^{-2}$	$\geq 1$ % (1 g/100 g)	97 – 103
	$\geq 0,1$	$10^{-3}$	$\geq 0,1$ % (1 mg/g)	95 – 103
	0,01	$10^{-4}$	100 mg/kg	90 – 107
	0,001	$10^{-5}$	10 mg/kg	80 – 110
	0,0001	$10^{-6}$	1 mg/kg	80 – 110
	0,00001	$10^{-7}$	100 $\mu$ g/kg	80 – 110
	0,000001	$10^{-8}$	10 $\mu$ g/kg	60 – 115
	0,0000001	$10^{-9}$	1 $\mu$ g/kg	40 – 120
<b>Justesse:</b>	D'autres directives sont disponibles concernant les fourchettes de récupération attendues dans certains domaines analytiques. Quand il est attesté que les récupérations dépendent de la matrice, d'autres obligations spécifiées peuvent s'appliquer. Il faudrait de préférence employer du matériau de référence certifié pour évaluer la justesse.			

<sup>1</sup> S'applique aux analyses portant sur plusieurs analytes où tous les composants ont le même coefficient de pondération, avec  $n =$  nombre de composants/analytes.

**Exemple élaboré**

Considérons une substance X composée de 4 analytes  $x_1$ ,  $x_2$ ,  $x_3$  et  $x_4$  dans une matrice Y.

La LM (pour  $x_1 + x_2 + x_3 + x_4$ ) vaut 20  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ,

sachant qu'il y a 4 analytes,  $n = 4$ ,

$LM / n = 20 / 4 \mu\text{g}/\text{kg} = 5 \mu\text{g}/\text{kg}$

La feuille de calcul Excel disponible à l'adresse <http://www.nmkl.org/index.php/en/> sous l'intitulé «*how to get method criteria based on ML*» (rubrique Publications) permet d'aboutir aux résultats suivants:

**Fourchette minimale applicable pour les composants individuels:** 0,003\* – 0,029\*\* mg/kg = 3 – 29  $\mu\text{g}/\text{kg}$

\*correspondant à  $LM / n = 5 \mu\text{g}/\text{kg}$

\*\*correspondant à  $LM = 20 \mu\text{g}/\text{kg}$

**Limite de détection (LD) pour les composants individuels:** 1  $\mu\text{g}/\text{kg}$

**Limite de quantification (LQ) pour les composants individuels:** 2  $\mu\text{g}/\text{kg}$

**Précision pour les composants individuels:**  $ETR_R \leq 44 \%$

**Récupération (R):** 40-120 %

**Questions à examiner**

1. Il importe de souligner que la LM réelle (permettant d'établir la conformité) demeure inchangée tout au long du processus détaillé ci-dessus.
2. Le concept de fourchette minimale applicable est clair et peut servir à vérifier la conformité à l'égard d'une spécification. Toutefois, cette fourchette pourrait être mal interprétée s'agissant de contaminants alimentaires pour lesquels les résultats d'analyse servent à évaluer l'exposition aux substances analysées et le risque pour le consommateur (par exemple mycotoxines ou PCB de type dioxine). Dans ce cas, les mesures de concentrations faibles situées à la limite de quantification technique ou au-dessus sont importantes, en particulier pour les analytes les plus toxiques de la somme à déterminer.
3. Dans ce cadre, les critères relatifs à la LD et la LQ se révèlent trop stricts, surtout quand  $n$  est élevé (par exemple  $n \gg 5$ ). Le cas échéant, les analystes qui élaborent les critères de performance des méthodes doivent examiner comment traiter les méthodes qui utilisent une somme de composants multiples (par exemple stéroïdes et HAP), mais dans lesquelles il est probable que seuls quelques-uns de ces composants soient réellement présents. Dans cette situation, les limites de détermination et de quantification calculées peuvent être beaucoup trop strictes dans la pratique, et il peut être préférable d'adopter une autre approche. On peut alors faire correspondre  $n$  au nombre d'analytes d'«intérêt» plutôt qu'au nombre total de composants, par exemple.

## APPROCHE 2: LA LM EST UNE SOMME DE COMPOSANTS DONT CERTAINS PRÉSENTENT NATURELLEMENT UNE ABONDANCE OU UN RATIO CONNUS.

Cette approche concerne les analyses portant sur plusieurs analytes dont certains présentent naturellement une abondance/un ratio connu, où  $f$  est le facteur du ratio. Les critères pour les analytes multiples (et les analytes isolés, où  $f = 1$ ) correspondent alors aux résultats du Tableau 2.

**Tableau 2: Directives pour obtenir des critères numériques lorsque la LM est une somme de composants dont certains présentent naturellement une abondance/un ratio connus.**

<b>Applicabilité:</b>	La méthode doit être applicable pour la disposition, le produit et les limites (minimales et/ou maximales) qui sont spécifiés. La fourchette minimale applicable de la méthode dépend de la limite spécifiée (LM) à évaluer, et peut être exprimée par l'écart type de la reproductibilité ( $s_R$ ) ou par la LD et la LQ.			
<b>Fourchette minimale applicable pour <u>les composants individuels</u>:</b>	Si $LM \cdot f \geq 0,1$ mg/kg, $[LM \cdot f - 3 s_R, LM + 3 s_R]$ Si $LM \cdot f < 0,1$ mg/kg, $[LM \cdot f - 2 s_R, LM + 2 s_R]$ $s_R$ = écart type de la reproductibilité			
<b>Limite de détection (LD) pour <u>les composants individuels</u>:</b>	Si $LM \cdot f \geq 0,1$ mg/kg, $LD \leq LM \cdot f \cdot 1/10$ Si $LM \cdot f < 0,1$ mg/kg, $LD \leq LM \cdot f \cdot 1/5$			
<b>Limite de quantification (LQ) pour <u>les composants individuels</u>:</b>	Si $LM \cdot f \geq 0,1$ mg/kg, $LQ \leq LM \cdot f \cdot 1/5$ Si $LM \cdot f < 0,1$ mg/kg, $LQ \leq LM \cdot f \cdot 2/5$			
<b>Précision pour <u>les composants individuels</u>:</b>	Si $LM \cdot f \geq 0,1$ mg/kg, $HorRat \leq 2$ Si $LM \cdot f < 0,1$ mg/kg, $ETR_R < [44 \%]$ $ETR_R$ = écart type relatif de la reproductibilité.			
<b>Récupération (R) pour <u>les composants individuels</u>:</b>	<b>Concentration</b>	<b>Ratio</b>	<b>Unité</b>	<b>Récupération (%)</b>
	100	1	100 % (100 g/100 g)	98 – 102
	$\geq 10$	$10^{-1}$	$\geq 10$ % (10 g/100 g)	98 – 102
	$\geq 1$	$10^{-2}$	$\geq 1$ % (1 g/100 g)	97 – 103
	$\geq 0,1$	$10^{-3}$	$\geq 0,1$ % (1 mg/g)	95 – 103
	0,01	$10^{-4}$	100 mg/kg	90 – 107
	0,001	$10^{-5}$	10 mg/kg	80 – 110
	0,0001	$10^{-6}$	1 mg/kg	80 – 110
	0,00001	$10^{-7}$	100 $\mu$ g/kg	80 – 110
	0,000001	$10^{-8}$	10 $\mu$ g/kg	60 – 115
	0,0000001	$10^{-9}$	1 $\mu$ g/kg	40 – 120
<b>Justesse:</b>	D'autres directives sont disponibles concernant les fourchettes de récupération attendues pour certains domaines analytiques. Quand il est attesté que les récupérations dépendent de la matrice, d'autres exigences spécifiées peuvent s'appliquer. Il faudrait de préférence employer du matériau de référence certifié pour évaluer la justesse.			

**Exemple élaboré**

Considérons une substance X composée des analytes  $x_1$  et  $x_2$  dans une matrice Y. On sait que les analytes  $x_1$  et  $x_2$  sont typiquement présents avec un ratio de 5:3 dans les échantillons contaminés naturellement.

Sachant que  $LM = 5\,000\ \mu\text{g}/\text{kg}$ ,

et que les 2 analytes sont habituellement présents avec un ratio de 5:3

$$f_1 = 5/8 = 0,625 \text{ et}$$

$$f_2 = 3/8 = 0,375$$

Pour l'analyte  $x_1$

$$LM \cdot f_1 = 5\,000 \cdot 0,625\ \mu\text{g}/\text{kg} = 3\,125\ \mu\text{g}/\text{kg}$$

Pour l'analyte  $x_2$

$$LM \cdot f_2 = 5\,000 \cdot 0,375\ \mu\text{g}/\text{kg} = 1\,875\ \mu\text{g}/\text{kg}$$

La feuille de calcul Excel disponible à l'adresse <http://www.nmkl.org/index.php/en/> sous l'intitulé «*how to get method criteria based on ML*» (rubrique Publications) permet d'aboutir aux résultats suivants:

**Analyte  $x_1$** 

**Fourchette minimale applicable pour l'analyte**

**$x_1$ :**

$$1,862^* - 6,883^{**}\ \text{mg}/\text{kg} = 1\,860 - 6\,880\ \mu\text{g}/\text{kg}$$

\*correspondant à  $LM \cdot f = 3\,125\ \mu\text{g}/\text{kg}$

\*\*correspondant à  $LM = 5\,000\ \mu\text{g}/\text{kg}$

**Limite de détection (LD) de l'analyte  $x_1$ :**

$$313\ \mu\text{g}/\text{kg}$$

**Limite de quantification (LQ) de l'analyte  $x_1$ :**

$$625\ \mu\text{g}/\text{kg}$$

**Précision de l'analyte  $x_1$ :**

$$ETR_R \leq 27\ \%$$

**Récupération (R) de l'analyte  $x_1$ :**

$$80 - 110\ \%$$

**Analyte  $x_2$** 

**Fourchette minimale applicable pour l'analyte**

**$x_2$ :**

$$1,056^* - 6,883^{**}\ \text{mg}/\text{kg} = 1\,060 - 6\,880\ \mu\text{g}/\text{kg}$$

\*correspondant à  $LM \cdot f = 1\,875\ \mu\text{g}/\text{kg}$

\*\*correspondant à  $LM = 5\,000\ \mu\text{g}/\text{kg}$

**Limite de détection (LD) de l'analyte  $x_2$ :**

$$188\ \mu\text{g}/\text{kg}$$

**Limite de quantification (LQ) de l'analyte  $x_2$ :**

$$375\ \mu\text{g}/\text{kg}$$

**Précision de l'analyte  $x_2$ :**

$$ETR_R \leq 29\ \%$$

**Récupération (R) de l'analyte  $x_2$ :**

$$80 - 110\ \%$$

**Questions à examiner**

Il importe de souligner que la LM réelle (permettant d'établir la conformité) demeure inchangée tout au long du processus détaillé ci-dessus.



## LISTE DES PARTICIPANTS

NOM	PAYS / ORGANISME	Adresse électronique
M. Andrew Damant	Royaume-Uni	andrew.damant@foodstandards.gsi.gov.uk
Mme Chelvi Leonard	Royaume-Uni	chelvi.leonard@foodstandards.gsi.gov.uk
Mme Selvarani Elahi	Royaume-Uni	selvarani.elahi@lgcgroup.com
M. Duncan Arthur	Royaume-Uni	DuncanArthur@PublicAnalystServices.co.uk
Mme Anne Bridges	AACCI	annebridges001@earthlink.net
M. Paul Wehling	AACCI	paul.wehling@genmills.com
Mme Katrin Franks	Allemagne	katrin.franks@bvl.bund.de
M. Richard Coghlan	Australie	Richard.Coghlan@measurement.gov.au
Codex Australia	Australie	codex.contact@daff.gov.au
Mme Lígia Schreiner	Bésil	ligia.schreiner@anvisa.gov.br
Mme Barbara Lee	Canada	Barbara.Lee@hc-sc.gc.ca
M. Pedro A. Burdaspal	Espagne	pburdaspal@msssi.es
M. Patrick Gray	États-Unis d'Amérique	patrick.gray@fda.hhs.gov
Mme Marie Maratos	États-Unis d'Amérique	marie.maratos@fsis.usda.gov
M. Gregory Noonan	États-Unis d'Amérique	gregory.noonan@fda.hhs.gov
M. Tim D. Norden	États-Unis d'Amérique	tim.d.norden@usda.gov
M. Steve Ellison	Eurachem	Stephen.Ellison@lgcgroup.com
M. Pertti Koivisto	Finlande	pertti.koivisto@evira.fi
M. Jean-Luc Deborde	France	jean-luc.deborde@scl.finances.gouv.fr
M. Roger Wood	ICUMSA	roger.shirley@btinternet.com
M. Anoop A. Krishnan	Inde	eia-kolkatalab@eicindia.gov.in
M. Rajesh Nair	Inde	rajeshnair@nddb.coop
M. KK Sharma	Inde	kksaicrp@yahoo.co.in
Codex India	Inde	codex-india@nic.in
M. Alireza Hasani Bafarani	Iran	ar.hasani@gmail.com
Mme Akram sadat Fayazi	Iran	Mehramir2001@Yahoo.com
M. Mohammad Hanif ManaFi	Iran	mk.manafi@yahoo.com
Mme Ita Kinahan	Irlande	ikinahan@statelab.ie
M. Hidetaka Kobayashi	Japon	hidetaka_kobayashi@nm.maff.go.jp
M. Hiromoto Watanabe	Japon	codex_maff@nm.maff.go.jp
Mme Yukiko Yamada	Japon	codexj@mhlw.go.jp
M. George Kiminza	Japon	yukiko_yamada@nm.maff.go.jp
M. Martin Masibo	Kenya	kiminzag@kebs.org
M. Max Siteta Mutuku	Kenya	masibom@kebs.org
M. Onesmus Mwaniki	Kenya	maxwexm@yahoo.com
M. Cesar Omar Gálvez González	Kenya	omwaniki@kephis.org
Mme Jessica Gutierrez Zavala	Mexique	cgalvez@cofepris.gob.mx
M. Stig Valdersnes	Mexique	jgutierrez@cofepris.gob.mx
Point de contact du Codex en Norvège	Norvège	stig.valdersnes@nifes.no
Mme Susan Morris	Norvège	codex@mattulsynet.no
M. Henk van der Schee	Nouvelle-Zélande	susan.morris@mpi.govt.nz
M. Richard Cantrill	Pays-Bas	h.a.vanderschee@nvw.nl
M. Joakim Engman	Société américaine des chimistes de l'huile	richard.cantrill@aocs.org
Mme Chanchai Jaengsawang	Suède	joakim.engman@slv.se
M. Manat Larpphon	Thaïlande	chanchai84@outlook.com
Mme Paveena Pinkaew	Thaïlande	mlarpphon@yahoo.com
Mme María Borthagaray	Thaïlande	ppinkaew@hotmail.com
Mme Laura Flores	Uruguay	mbortha@latu.org.uy
Mme Macarena Simoens	Uruguay	lflores@latu.org.uy
	Uruguay	msimoens@latu.org.uy