

F

commission du codex alimentarius



ORGANISATION DES NATIONS
UNIES POUR L'ALIMENTATION
ET L'AGRICULTURE

ORGANISATION
MONDIALE
DE LA SANTÉ



BUREAU CONJOINT: Viale delle Terme di Caracalla 00100 ROME Tél: +39 06 57051 www.codexalimentarius.net Email: codex@fao.org Facsimile: 39 06 5705 4593

ALINORM 04/27/23

PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES

COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS

Vingt-septième session
Genève (Suisse), 28 juin – 3 juillet 2004

**RAPPORT DE LA VINGT-CINQUIÈME SESSION DU COMITÉ DU CODEX SUR
LES MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE**

Budapest (Hongrie)
8 - 12 Mars 2004

Note: Le présent document inclut la lettre circulaire CL 2004/8-MAS

commission du codex alimentarius



ORGANISATION DES NATIONS
UNIES POUR L'ALIMENTATION
ET L'AGRICULTURE

ORGANISATION
MONDIALE
DE LA SANTÉ



BUREAU CONJOINT: Viale delle Terme di Caracalla 00100 ROME Tél: +39 06 57051 www.codexalimentarius.net Email: codex@fao.org Facsimile: 39 06 5705 4593

CX 4/50.2

**CL2004/8-MAS
Mars 2004**

- AUX:** - Points de contact du Codex
- Organisations internationales intéressées
- DU:** - Secrétaire, Commission du Codex Alimentarius, Programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires, FAO, 00100 Rome (Italie)
- OBJET:** **Distribution du Rapport de la vingt-cinquième session du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (ALINORM 04/27/23)**

A. QUESTIONS SOUMISES À LA COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS POUR ADOPTION À SA VINGT-SEPTIÈME SESSION

Amendements proposées au Manuel de procédure

1. Inclusion des *Critères généraux pour le choix des méthodes d'analyse validées dans un seul laboratoire* (par. 18, Annexe II)
2. Amendements à la *Terminologie analytique utilisée par le Codex* (par. 66-72, Annexe II)

Méthodes d'analyse et d'échantillonnage

3. Méthodes d'analyse dans des normes sur les produits à différentes étapes de la procédure (par. 78-101, Annexe VI – Sections A à D)
4. Méthodes d'analyse générales pour les additifs et les contaminants (par. 102-106, Annexe VI – Section E)

Projet de Directives à l'étape 8

5. Projet de directives générales sur l'échantillonnage (par. 25, Annexe III)
6. Projet de directives sur l'incertitude des mesures (par. 37, Annexe IV)

Les gouvernements souhaitant proposer des amendements ou formuler des observations sur les documents susmentionnés doivent écrire conformément au Guide concernant l'examen des normes à l'étape 8 (Manuel de procédure de la Commission du Codex Alimentarius) au Secrétaire, Programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires, FAO, Viale delle Terme di Caracalla, 00100 Rome (Italie) **avant le 15 mai 2004.**

Avant-projet de directives à l'étape 5

7. Avant-projet de directives sur l'évaluation des méthodes d'analyse acceptables (par. 54, Annexe V)

Les gouvernements souhaitant formuler des observations sur les incidences que l'avant-projet d'amendement pourrait avoir sur leurs intérêts économiques doivent s'adresser par écrit, conformément à la procédure d'élaboration des normes mondiales à l'étape 5, au Secrétaire, Commission du Codex Alimentarius, Programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires, FAO, Viale delle Terme di Caracalla, 00100 Rome (Italie) **avant le 15 mai 2004.**

B. DEMANDE D'OBSERVATIONS ET D'INFORMATIONS

8. L'utilisation des résultats analytiques : Plans d'échantillonnage, Relations entre les résultats analytiques, l'incertitude des mesures, les taux de récupération et les dispositions des Normes du Codex (par. 135, Annexe VII)

Les gouvernements et les organisations internationales souhaitant soumettre des observations sont invités à écrire au Secrétaire, Programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires, FAO, Viale delle Terme di Caracalla, 00100 Rome (Italie), avec copie au Docteur Mária Váradi, Central Food Research Institute (KÉKI), H-1022 Budapest, Herman Ottó út 15 (Télécopie n°: +361.212.9853 et 361.355.8929; Email: m.varadi@mail.cfri.hu) **avant le 15 septembre 2004.**

9. Méthodes pour la détermination des dioxines et composés analogues (par. 119)

Les gouvernements et les organisations internationales sont invitées à présenter de propositions et informations sur les méthodes utilisées actuellement pour la détermination des dioxines et composés analogues à la délégation de l'Allemagne, Dr. Hermann Broll, Bundesinstitut for Risikobewertung, Postfach 33 00 13, 14191 Berlin (Allemagne), fax +49 1 888 412-3635, e-mail: h.broll@bfr.bund.de avec une copie au Secrétaire, Programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires, FAO, Viale delle Terme di Caracalla, 00100 Rome (Italie), **avant le 15 septembre 2004.**

RÉSUMÉ ET CONCLUSIONS

À sa vingt-cinquième session, le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage est parvenu aux conclusions ci-après:

Questions soumises à la Commission pour examen:

Le Comité:

- est convenu de proposer l'inclusion d'une nouvelle section intitulée *Critères généraux pour le choix des méthodes d'analyse validées dans un seul laboratoire* dans le Manuel de procédure et l'amendement de certaines définitions à la *Terminologie Analytique Utilisée par le Codex* (par. 18 et 72, Annexe II);
- a approuvé plusieurs méthodes d'analyse prescrites dans des normes de produits à différentes étapes de la procédure; et a modifié plusieurs méthodes pour les additifs et les contaminants (par. 77-106, Annexe VI);
- a avancé à l'étape 8 le Projet de directives générales sur l'échantillonnage (par. 25, Annexe III);
- a porté à l'étape 8 le Projet de directives générales sur l'incertitude des mesures (par. 37, Annexe IV);
- a avancé à l'étape 5 l'Avant-projet de directives sur l'évaluation des méthodes d'analyse acceptables (par. 54, Annexe V);

Autres questions intéressant la Commission

Le Comité:

- est convenu de demander des observations sur l'Utilisation des résultats analytiques (pour inclusion dans le Manuel de Procédure) pour examen à la prochaine session (par. 135, Annexe VII);
- est convenu de renvoyer à l'étape 2/3 l'Avant-projet de Directives pour régler les litiges concernant les résultats analytiques (tests) (par. 58);
- est convenu de renvoyer à l'étape 2/3 le document sur l'approche de l'aptitude aux fins recherchées (par. 65);
- est convenu de poursuivre l'examen de la *Terminologie Analytique Utilisée par le Codex* actuelle (par. 76);
- est convenu de considérer les critères pour les méthodes d'analyse pour les aliments dérivés des biotechnologies (par. 117) et les méthodes pour la détermination des dioxines et composés analogues (par. 119).

TABLE DES MATIÈRES		<u>Paragraphe</u>
Ouverture de la session.		1-2
Adoption de l'Ordre du jour		3
Questions soumises par la Commission du Codex Alimentarius et par les autres Comités du Codex		4-18
Projet de directives générales sur échantillonnage		19-25
Projet de Directives sur l'incertitude des mesures		26-38
Critères d'évaluation des méthodes d'analyse acceptables aux fins du Codex		39-54
A) Avant-projet de Directives pour régler les litiges concernant les résultats analytiques (tests)		55-58
B) Considération de l'approche de l'aptitude aux fins recherchées		59-65
Examen de la Terminologie Analytique Utilisée par le Codex		66-76
Approbation des dispositions relatives aux méthodes d'analyse figurant dans les Normes Codex.		77-106
Critères pour les Méthodes pour la détection et l'identification des aliments dérivés des biotechnologies: approche générale et critères pour les méthodes		107-117
Méthodes pour la détermination des dioxines et composés analogues		118-119
Rapport de la Réunion inter-agences sur les méthodes d'analyse		120-127
Autres questions et travaux futurs		128-136
Date et lieu de la prochaine session		137

LISTE DES ANNEXES		<u>Page</u>
Annexe I	Liste des Participants	18
Annexe II	Proposition d'amendements au Manuel de Procédure	29
Annexe III	Projet de Directives générales sur l'échantillonnage	31
Annexe IV	Projet de Directives sur l'incertitude des mesures	110
Annexe V	Avant-projet de directives sur l'évaluation des méthodes d'analyse acceptables	112
Annexe VI	Situation en ce qui concerne l'approbation des méthodes d'analyse et d'échantillonnage	122
Annexe VII	Utilisation des résultats analytiques : Plans d'échantillonnage, Relations entre les résultats analytiques, l'Incertitude des mesures, les taux de récupération et les dispositions des Normes du Codex	137

INTRODUCTION

1) Le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage a tenu sa vingt-cinquième session à Budapest, Hongrie, du 8 au 12 mars 2004, à l'aimable invitation du Gouvernement hongrois. M. le Professeur Péter Biacs, Directeur général de l'Office Hongrois de sécurité des aliments, et le Prof. Pal Molnár, Chef du Département pour la qualité des produits alimentaires de l'Institut central de recherches sur les produits alimentaires (KEKI) ont présidé la session. Y ont participé 123 délégués et observateurs représentant 38 états membres, une organisation Membre (CE) et 14 organisations internationales. La liste complète des participants figure à l'Annexe I du présent rapport.

OUVERTURE DE LA SESSION

2) La session a été ouverte par le Dr Ferenc Nyújtó, Secrétaire d'Etat adjoint du Ministère de l'agriculture et du développement régional. Le Dr Nyújtó a salué les participants et a indiqué que cela était un grand honneur pour la Hongrie de pouvoir accueillir depuis de nombreuses années les réunions du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage. Il a souligné l'intérêt accru se manifestant de la part des membres pour le Comité dont les travaux étaient d'une grande importance pour les autres Comités de Codex. Le Dr Nyújtó a mis l'accent sur la promulgation d'une nouvelle Loi concernant les produits alimentaires par le Parlement hongrois l'année dernière qui avait dédié un chapitre spécial au Codex Alimentarius et avait établi le Comité national du Codex. Tout en mettant en relief le rôle joué par les normes du Codex Alimentarius pour assurer la sécurité des produits alimentaires ainsi que leur importance du point de vue de l'harmonisation et du commerce international des produits alimentaires, le Dr Nyújtó a souhaité aux délégués beaucoup de succès au cours de leur travail.

ADOPTION DE L'ORDRE DU JOUR (Point 1 de l'ordre du jour)

3) La délégation de la Communauté Européenne a présenté le CRD 5 sur la division de Compétence entre la Communauté européenne et ses états membres conformément à l'Article II, paragraphe 5 du Règlement intérieur de la Commission du Codex Alimentarius.

4) Le Comité a adopté l'Ordre du jour provisoire tel que présenté dans le document CX/MAS 04/1. Il a été d'accord pour considérer le point 5 et le point 6.b de l'Ordre du jour l'un après l'autre en prenant en compte que les deux points étaient en rapport avec l'évaluation des méthodes d'analyse.

QUESTIONS SOUMISES PAR LA COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS ET LES AUTRES COMITES DU CODEX (Point 2 de l'ordre du jour)¹

5) Le Comité a noté qu'un certain nombre de questions soumises par la 26ème Session de la Commission du Codex Alimentarius (CAC) et d'autres Comités du Codex avaient le but de fournir des informations ou devraient être débattues plus en détail dans le cadre des points pertinents de l'Ordre du jour. Il a également remarqué que certaines questions comme le suivi à donner sur l'évaluation du Codex étaient encore en cours de considération par les autres Comités du Codex. En plus, le Comité a considéré les questions indiquées comme suit

L'utilisation des résultats analytiques : échantillonnage, relations entre les résultats analytiques, l'incertitude des mesures, les taux de récupération et les dispositions des normes du Codex

6) Le Comité a rappelé que le document portant sur les questions mentionnées ci-dessus avait été considéré à sa 24ème session dans le but de formuler des recommandations concernant le renforcement des normes du Codex sur les produits, en particulier lors de la prise de décisions visant à savoir si un lot était en conformité avec les spécifications du Codex. Il a aussi été rappelé que cette question avait été soumise au Comité du Codex pour les Systèmes d'inspection et de certification des importations et exportations des denrées alimentaires (CCFICS) et aux Comités sur les produits en vue de leur considération, pour que des

¹ CX/MAS 04/2, CX/MAS 04/2-Add.1 (Préparé par le Royaume Uni en vue de son étude conjointement avec les Questions provenant d'autres Comités du Codex sur l'Utilisation des résultats analytiques, CRD 5 (Commentaires des Philippines).

commentaires puissent formulés et que ces commentaires avaient été présentés au document CX/MAS 04/2-Add.1.

7) La Délégation du Royaume-Uni a présenté le document et a indiqué qu'il n'y avait pas d'entente commune entre les états membres quant à l'utilisation de l'incertitude et de la valeur de récupération quand il s'agissait de décider si l'échantillon était en conformité ou non. La Délégation a souligné que le document directive sur « l'Utilisation des résultats analytiques : échantillonnage, relations entre les résultats analytiques, l'incertitude des mesures, les taux de récupérations et les dispositions des normes du Codex » (Annexe I au CX/MAS 04/2-Add.1) avait été préparé pour assurer que l'interprétation de l'échantillonnage, de l'incertitude des mesures et de la récupération soit harmonisée dans l'ensemble du Codex et pour permettre une interprétation uniforme des normes du Codex.

8) Plusieurs délégations ont donné leur soutien pour que ce document soit davantage développé compte tenu de ce qu'il concernait des questions essentielles. Cependant elles avaient fait remarquer que le document avait été distribué fort tard, pour cette raison il n'y avait pas assez de temps pour l'étudier avec les experts nationaux, ce qui était pourtant important pour assurer une base scientifique à ce document.

9) Quelques délégations ont attiré l'attention du Comité sur le fait qu'il était nécessaire de mettre au clair à qui les Directives étaient destinées : aux Comités du Codex ou aux gouvernements, en effet, cela était important pour le développement futur du texte. Quant à ce point, il a été mentionné que le Codex avait adopté les Directives UICPA sur la récupération et dans celles-ci on pouvait déjà trouver beaucoup d'indications pour les gouvernements au sujet de la récupération.

10) La Délégation de la Nouvelle-Zélande a indiqué que le document devrait être amélioré en particulier quant à la description des procédures d'échantillonnage et à la base du plan d'échantillonnage ; et que la proposition sur le traitement ou l'application de l'incertitude n'était pas l'unique manière de procéder. Une clarification complémentaire était également nécessaire sur l'interprétation des résultats, pour cette raison, un travail supplémentaire semblait être nécessaire encore pendant la session, notamment en vue de l'amélioration du texte.

11) Il a été proposé de diviser ce document en deux parties : l'une traitant l'échantillonnage et l'autre l'incertitude et la récupération.

12) Quelques délégations ont indiqué que le concept de la récupération était fort complexe, car elle est estimée en chimie analytique quantitative, à l'exception des méthodes de Type I, et que la définition de la récupération devrait être discutée minutieusement pour pouvoir éviter des problèmes dans le futur. Il a été suggéré de clarifier l'utilisation des chiffres significatifs et de mieux séparer l'incertitude provenant de l'échantillonnage celle qui provient de l'analyse, pour éviter toute confusion éventuelle.

13) Le Comité a été d'accord pour convoquer un Groupe de travail *Ad Hoc* sous la Présidence du Royaume Uni² pour rédiger à nouveau les Directives tout en entendant que celles-ci seraient utilisées à l'intention des Comités des produits du Codex. Il s'est aussi mis d'accord pour considérer les Directives à nouveau rédigées au point 12 de l'Ordre du Jour „Questions diverses et travaux futurs” (Voir aussi les par. 128 -135).

Méthodes d'analyse validées par un seul laboratoire

14) Le Comité a rappelé que suite à la demande de sa 24^{ème} session, le Comité du Codex sur les Résidus pesticides (CCPR) avait proposé que les critères de nature générale pour les méthodes de sélection validées par un seul laboratoire soient inclus au Manuel de procédure après les Critères généraux pour reconnaître que la validation inter-laboratoires des méthodes d'analyse n'était pas toujours accessible et applicable à des fins d'analyse multi-résidus.

15) Après une certaine discussion concernant l'applicabilité des critères, le Comité est parvenu à la conclusion que les critères proposés devraient être d'une nature générale et qu'ils devraient être incorporés au Manuel de procédure. Pour cette raison, il a amendé le premier point (i) en supprimant la référence spécifique à la Directive CCPR concernant les bonnes pratiques de laboratoire.

² Autriche, Brésil, Canada, Egypte, Finlande, Allemagne, Japon, Nouvelle Zélande, Pays-Bas, Etats-Unis.

16) Au point (ii), le Comité a supprimé la référence à „l'assurance” dans le système de qualité pour rester cohérent avec la décision de la 24^{ème} session et il a clarifié que l'utilisation de la méthode était intégrée à un système de qualité en conformité avec le document ISO/IEC 17025. Il a également clarifié que les Principes de bonne pratique en laboratoire étaient ceux établis par l'OCDE.

17) Le Comité a modifié le dernier point pour indiquer que la vérification des résultats par d'autres méthodes validées était applicable „là où elles étaient disponibles”.

18) Le Comité a été d'accord pour soumettre les Critères généraux proposés pour la sélection des méthodes d'analyse validées dans un seul laboratoire au Comité sur les principes généraux en vue de son approbation et adoption subséquente par la 27^{ème} session de la Commission et son inclusion au Manuel de procédure du Codex après la section sur les Critères généraux (voir l'Annexe II).

PROJET DE DIRECTIVES GENERALES SUR L'ECHANTILLONNAGE (Point 3 de l'Ordre du jour)³

19) Le Comité a rappelé que le Projet de Directives avait été adopté par la Commission à l'étape 5 et avait été circulé en vue de commentaires à l'étape 6. Le Comité est également convenu à sa dernière session qu'un Groupe de travail *Ad hoc* se réunirait avant la session pour considérer les commentaires et faciliter la discussion à la Session plénière.

20) La Délégation de la France a présenté une version révisée du Projet de Directives préparée par le Groupe de travail (CRD 6) qui a tenu compte de tous les commentaires écrits soumis à la réunion. La plupart des commentaires avaient un caractère rédactionnel et certains amendements essentiels ont été faits dans le texte comme indiqué dans ce qui suit.

21) Section 2.3.2 L'emploi d'agents d'échantillonnage autorisés a été modifié à la lumière des commentaires reçus. En ce qui concerne la Section 2.4 Erreurs d'estimation, il a été convenu que les cas lorsque l'erreur analytique était supérieure à un tiers de l'erreur d'échantillonnage, ne seraient pas couverts par les Directives. Le Groupe de travail a également révisé la section 4.4 Plans d'échantillonnage simples pour un contrôle moyen.

22) Le Comité a été d'accord pour supprimer la référence aux personnes „autorisées” à la section 2.3.2, en effet, il n'était pas clair qui les autoriseraient à effectuer l'échantillonnage et cela pourrait bien créer de confusions. Le Comité a aussi été d'accord pour clarifier que l'effectif du lot étaient définies par le nombre d'unités aux Tableaux 10, 14 et 17.

23) De nombreuses délégations ont donné leur soutien à ce que le Projet de Directives avance à l'étape 8 pour fournir une information aux gouvernements. Certaines délégations, tout en donnant leur appui à l'adoption du document, ont indiqué qu'une étude ultérieure était nécessaire au sujet de l'application du plan d'échantillonnage en cas de produits spécifiques, notamment pour faciliter son utilisation par les gouvernements. Le Comité a été d'accord que les Comités sur les produits soient encouragés à développer des plans d'échantillonnage pour des produits spécifiques là où cela était nécessaire, à savoir sur la base des Directives générales.

24) Le Comité a exprimé ses remerciements à la Délégation de la France et au Groupe de travail pour l'excellent travail fait au cours du développement et de la finalisation de ces Directives qui traitent des questions complexes et qui serviront comme guides importants pour les gouvernements.

Statut du Projet de Directives générales sur l'échantillonnage

25) Le Comité est convenu d'avancer le Projet de Directives à l'étape 8 en vue de son adoption par la 27^{ème} Session de la Commission du Codex Alimentarius (voir l'Annexe III). Il a été convenu que les Directives générales, une fois adoptées, remplaceraient les Plans d'échantillonnage actuels pour les produits alimentaires préemballés (AQL 6.5) (CODEX 233-1969).

³ ALINORM 03/23, Annexe IV, CL 2003/29-MAS, CX/MAS 04/3 (commentaires de la Communauté européenne, Finlande, Hongrie, Japon, Nouvelle Zélande, Etats Unis), CRD 4 (commentaires des Philippines), CRD 6 (la variante révisée a été préparée par le Groupe de travail *Ad Hoc*).

PROJET DE DIRECTIVES SUR L'INCERTITUDE DES MESURES⁴

26) Le Comité a rappelé que le projet de Directives avait été adopté par la Commission à l'étape 5 et circulé pour commentaires à l'étape 6.

27) Le Comité a examiné les Directives section par section et en plus de quelques amendements d'ordre rédactionnel y a introduit les changements suivants.

Commentaires généraux

28) La délégation de la Nouvelle Zélande a attiré l'attention du Comité au fait que le projet de Directives ne fournissait pas suffisamment d'informations sur la façon selon laquelle la mesure de l'incertitude devait être utilisée, en particulier lors de l'évaluation de la conformité. Elle a indiqué que tant l'Incertitude des Mesures que les Plans d'échantillonnage étaient utilisés pour évaluer la conformité aux spécifications des produits, pour cette raison, leurs rôles devaient être mis au clair. C'est à ces fins que la Délégation a proposé des domaines où les Directives devraient être étendues.

Introduction

29) Le Comité a supprimé la référence à la note en bas de page deux, vu que le texte de cette note en bas de page était déjà couvert par le document ISO pertinent.

30) Le Comité a eu une longue discussion concernant le contenu et la place à laquelle on pourrait introduire un amendement proposé par la Délégation du Royaume Uni, à savoir comment les résultats analytiques quantitatifs devaient-ils être exprimés et rapportés par les analystes. Le Comité est convenu d'indiquer que l'échelle de "a ± 2u" représentait un niveau de 95% de confiance/assurance pour être cohérent avec la recommandation se référant au niveau de confiance.

31) Certaines délégations étaient de l'avis que l'amendement avait été formulé comme une recommandation et pour cette raison il s'adapterait mieux à la section des recommandations, alors que d'autres ont avancé l'argument qu'il clarifiait l'expression des résultats analytiques et ainsi elles proposaient de l'inclure dans l'Introduction. Le Comité est convenu que le texte proposé figure comme deuxième alinéa de l'Introduction.

32) Le Comité a clarifié que les Directives n'étaient appliquées que pour l'analyse quantitative et, pour cette raison, une troisième phrase a été ajoutée à ces fins à l'Introduction.

Terminologie

33) Il a été indiqué que l'intention de la troisième note n'était pas claire, pour cette raison elle pourrait être supprimée, bien que la Délégation de l'Irlande ait attiré l'attention du Comité sur le fait que l'utilisation de définitions internationales comme celles présentées dans les documents ISO ne devraient pas être modifiées puisque celles-ci étaient très importantes en vue de l'accréditation des laboratoires.

34) Il a été clarifié que la définition pour l'Incertitude des Mesures était "internationale" au lieu du terme "acceptée" et que les notes faisaient partie de cette définition, pour cette raison des guillemets avaient été mis à la fin de la dernière note.

Recommandations

35) Le Comité a supprimé la première recommandation concernant l'applicabilité des Directives comme cela était déjà évident à partir de l'Introduction que celles-ci devaient être utilisées par les Gouvernements. Les recommandations ont également été réarrangées pour les placer ainsi dans une séquence plus logique.

36) Il a été proposé de suspendre la décision sur les Directives jusqu'à ce que le point concernant l'Utilisation des Résultats Analytiques ait été débattu, vu que celui-ci contenait des recommandations sur la manière selon laquelle la mesure de l'incertitude devait être utilisée. Néanmoins, le Comité a fait remarquer qu'un progrès significatif avait été atteint quant au développement du projet de Directives sur la Mesure de l'Incertitude et que ce dernier représentait un guide de valeur pour les gouvernements. Le Comité a noté que l'autre document se trouvait à une étape fort précoce de développement et qu'il n'était pas suffisamment clair pour le moment quelle serait l'issue de ces discussions (voir les par.128 - 135).

⁴ ALINORM 03/23, Annexe V, CL 2003/29-MAS, CX/MAS 04/4 (Commentaires de la Finlande, de l'Irlande, du Japon et de la Nouvelle-Zélande), CX/MAS 04/4-Add.1 (Commentaires de l'Iran), CRD 4 (Commentaires des Philippines).

Statut du Projet de Directives sur l'Incertitude des Mesures

37) Le Comité a été d'accord pour transmettre les Directives mentionnées comme modifiées pendant la session, à la 27^{ème} Session de la Commission à l'étape 8 en vue leur adoption définitive (voir Annexe IV).

38) La Délégation de la Nouvelle Zélande a exprimé une réserve quant à cette décision.

AVANT-PROJET DE DIRECTIVES SUR L'EVALUATION DES METHODES D'ANALYSE ACCEPTABLES (Point 5 de l'Ordre du jour)⁵

39) Le Comité a rappelé que la dernière session avait considéré l'Avant-projet de Directives destinées aux gouvernements qui proposait deux approches possibles : l'approche traditionnelle qui attribuait des valeurs numériques à des paramètres spécifiques et l'approche dite „aptitude aux fins recherchées”. Le Comité a été d'accord pour circuler l'Avant-Projet de Directives reflétant l'approche traditionnelle en vue de l'obtention de commentaires à l'étape 3 et de rédiger à nouveau le document sur „l'aptitude aux fins recherchées” en considération sous le Point 6b) de l'Ordre du jour. Le Comité a rappelé que les deux documents étaient discutés séparément vu qu'ils ne se trouvaient pas au même niveau de développement, bien qu'au début on ait eu l'intention qu'ils feraient partie des mêmes Directives pour l'évaluation des méthodes d'analyse acceptables. Pour cette raison, le Comité a été d'accord pour discuter le Point 6b) de l'Ordre du jour après le Point 5 (voir les par. 59 à 65).

40) Le Comité a discuté le texte section par section, et y a introduit les amendements suivants.

Champ d'application

41) Le Comité est convenu qu'au paragraphe 3 les laboratoires „devraient” être conformes avec les Directives du Codex CAC/GL 27” (au lieu de „seront”) pour éviter que les directives aient un caractère trop prescriptif.

Critères

42) Le Comité a été d'accord que les méthodes devraient être établies „comme appropriées” par rapport aux critères énumérés, vu qu'il n'était pas nécessaire que toutes les méthodes soient établies conformément à tous les critères, ainsi le troisième tiret les limites de détection/détermination a été modifié en conséquence.

43) En ce qui concerne la précision (voir le cinquième tiret), le Comité a eu un échange de vues sur la nécessité de clarifier le texte et est tombé d'accord pour ne retenir que la référence à la répétabilité intra-laboratoire et la reproductibilité inter-laboratoire, vu que le but de la section était de décrire les exigences pour les méthodes, et non pas d'établir des définitions.

44) Le Comité a aussi noté que le texte initial correspondait à la définition de la „précision” au Manuel de Procédure et il est convenu que la définition devait être modifiée en supprimant la référence aux considérations de l'incertitude des mesures, vu qu'elle créait une certaine confusion. Le Comité a été d'accord pour considérer la modification de la définition sous le Point 7 de l'Ordre du jour qui concernerait la révision de la terminologie.

Exactitude

Estimation

45) Le Comité a été d'accord avec la proposition de la Délégation de l'Irlande selon laquelle le matériel de référence devrait être assorti à une matrice et ce avec un niveau semblable d'analyse, la première phrase a été modifiée en conséquence.

46) Le Comité a été d'accord pour se référer à la valeur "z" plutôt qu'au score "z" afin d'éviter toute confusion avec la terminologie utilisée par l'UICPA et a inséré une référence à Procédure NMKL No. 9 (2001) qui avait développé le calcul de la valeur "z" présentée au document de travail. Une phrase complémentaire a été ajoutée pour clarifier la relation entre la valeur "z", la valeur de référence et l'intervalle de confiance dans la deuxième équation.

⁵ ALINORM 03/23, Annexe VII, CL 2003/29-MAS, CX/MAS 04/5 (commentaires du Brésil), CRD 4 (commentaires des Philippines)

47) La Délégation de la Nouvelle Zélande a exprimé l'opinion que la section ne devrait couvrir que l'estimation et que les biais ne devraient pas être utilisés comme un critère pour accepter ou rejeter une méthode donnée, puisque les biais pouvaient être corrigés. Après discussion, le Comité a ajouté une phrase dans le sens qu'une valeur "z" en-dehors du champ $|z| \leq 2$ indiquait un biais significatif et qu'une correction de biais devait être faite dans un cas pareil.

Limites de détection/détermination

48) La délégation de la République de Corée a exprimé la vue que la référence à l'acronyme "LoQ" pour la Limite de Détermination créait une confusion, en effet; celle-ci devait se référer à la limite de quantification et que ces deux limites n'étaient pas équivalentes selon leurs réglementations nationales. D'autres délégations ont souligné que la "limite de détermination" était équivalente à "la limite de quantification" dans le cadre de leurs règlements nationaux. Pour éviter la confusion, le Comité a donné son accord qu'on évite l'utilisation d'acronymes et qu'on spécifie la limite qui était appliquée le long de la section.

Linéarité

49) Le Comité est convenu que les résultats devaient être proportionnels par rapport à la quantité de l'analyse, vu que le texte en question se référait d'une manière erronée à la "qualité". Comme il avait été noté que le texte reflétait la définition courante de "linéarité" au Manuel de Procédure, le Comité a été d'accord pour faire la correction pertinente lors de la discussion de la terminologie sous le point 7 de l'Ordre du jour.

Caractéristiques de précision

Estimation

50) La Délégation de la Nouvelle Zélande a exprimé son objection quant à l'utilisation d'un critère d'acceptation fondé sur la précision et a proposé de supprimer le texte actuel et de préciser seulement que la répétabilité et la reproductibilité devraient être estimées par des procédures standard, comme le Protocole de 1987 de l'UICPA. La Délégation du Royaume Uni a indiqué que le concept de comparaison devant être retenu spécialement comme un élément de l'approche de critères, était l'établissement de précision et même les méthodes qui avaient été testées en collaboration pouvaient avoir une large caractéristique de précision.

51) La Délégation des Pays-Bas a proposé de supprimer la deuxième phrase du paragraphe indiquant dans quel cas la méthode pouvait être utilisée en tant que méthode validée, à savoir pour rendre le texte moins prescriptif.

52) La Délégation de la Communauté Européenne a donné son soutien au texte actuel, vu qu'il était important de retenir la notion de comparaison des valeurs de répétabilité et de reproductibilité pour décider si des méthodes pouvaient être utilisées en tant que méthodes validées.

53) Le Comité n'a pas pu parvenir à une conclusion au sujet de cette question, et il est convenu qu'il sera nécessaire de la considérer une nouvelle fois à l'occasion de la prochaine session.

Statut de l'Avant-projet de Directives pour l'évaluation des méthodes d'analyse acceptables

54) Le Comité a été d'accord pour faire avancer l'Avant-projet de Directives, comme modifié à la session en cours, en vue de son adoption à l'étape 5 par la 27^{ème} Session de la Commission du Codex Alimentarius (voir l'Annexe V).

CRITERES D'EVALUATION DE METHODES D'ANALYSE ACCEPTABLES

(Point 6 de l'Ordre du jour)

AVANT-PROJET DE DIRECTIVES POUR REGLER LES LITIGES CONCERNANT LES RESULTATS ANALYTIQUES (TESTS) (Point 6a de l'Ordre du jour)

55) Le Comité a rappelé que sa dernière session était convenue que la Délégation de la France développerait un Avant-projet de Directives pour se pencher sur les litiges provenant des différences quant aux résultats de laboratoires et que ce nouveau travail avait été par la suite approuvé par la Commission.

56) La Délégation de la France a informé le Comité qu'elle n'a pas pu préparer le document vu que plusieurs questions y rattachées étaient encore en cours de discussion au sein du Comité et n'avaient pas encore pu être résolues, comme l'échantillonnage, l'incertitude des mesures et l'utilisation des taux de récupération, l'utilisation des chiffres significatifs, l'application des spécifications sur un lot ou l'unité. La Délégation a rappelé qu'elle avait préparé un document à la dernière session basé sur l'ISO 4529:2000 qui comprenait une procédure sur la déclaration de conformité et que celui-ci avait été considéré comme étant trop complexe

pour l'utilisation pratique, alors que les directives devraient suivre dans ce domaine une approche scientifique.

57) Plusieurs délégations ont soutenu le développement du guide destiné aux gouvernements afin de faciliter le règlement des litiges et elles ont souligné que le document devrait être suffisamment pratique pour pouvoir être utilisé par les gouvernements. Le Comité a été d'accord que le document ne s'adresse qu'aux litiges rattachés à la méthodologie analytique et qu'il ne devrait pas considérer les questions d'échantillonnage.

Statut de l'Avant-Projet de Directives pour régler les litiges concernant les résultats analytiques (tests)

58) Le Comité est convenu que la Délégation de la France préparerait une nouvelle version de l'Avant-Projet de Directives pour examen à la prochaine session.

CONSIDERATION DE L'APPROCHE DE "L'APTITUDE AUX FINS RECHERCHEES" DANS EVALUATION DES METHODES D'ANALYSE (Point 6b de l'Ordre du jour)⁶

59) Le Comité a rappelé que la dernière session avait étudié l'Avant-Projet de Directives pour évaluer des méthodes d'analyse acceptables en proposant deux approches possibles : l'approche traditionnelle et l'approche dite „aptitude aux fins recherchées”. Le Comité a été d'accord pour que l'Avant-Projet de Directives appliquant l'approche traditionnelle soit circulé à l'étape 3 (voir le Point 3 de l'Ordre du jour) et que la Délégation du Royaume Uni allait rédiger à nouveau le document sur „l'aptitude aux fins recherchées” avec l'aide d'un groupe de rédaction en vue de sa considération future. Le Comité a rappelé que ces documents n'étaient pas au même niveau de développement, mais au départ on avait eu l'intention qu'ils pourraient faire partie des Directives sur l'évaluation de méthodes d'analyses acceptables. Pour cette raison, le Comité a discuté le Point 6b) de l'Ordre du jour après le Point 5 (voir les par. 39 à 54).

60) La Délégation du Royaume Uni, tout en présentant le document révisé, a indiqué que l'approche de l'aptitude aux fins recherchées avait tenu compte de toutes les valeurs en définissant la fonction d'aptitude en tant que paramètre unique. Le document définissait également la fonction d'incertitude y relative, expliquait comment la fonction de caractéristiques estimées pouvait être construite à partir de la précision, et a présenté quelques exemples sur l'application de cette nouvelle procédure. La Délégation a souligné l'importance de ce que cette question soit considérée au niveau international, vu qu'elle pourrait affecter les règlements et était déjà appliquée ou en développement dans certains domaines de la législation de la CE concernant les produits alimentaires.

61) Le Comité a exprimé son appréciation à la Délégation du Royaume Uni d'avoir rédigé ce document complet qui traitait des questions complexes d'une grande importance pour le travail futur du Comité.

62) La Délégation des Etats-Unis a exprimé la vue qu'il s'agissait d'une approche intéressante et qu'elle n'avait pas en principe d'objection à ce que le document soit élaboré, mais il lui semblait qu'il était prématuré de l'appliquer à des fins de réglementation et qu'une discussion supplémentaire serait nécessaire en la matière.

63) La Délégation de la Nouvelle Zélande a exprimé ses réserves quant à l'approche proposée et s'est référée à ses objections précédentes concernant l'application des critères d'acceptation aux biais et précision. La Délégation a souligné que la fonction d'aptitude était fort arbitraire et qu'elle exigerait une solide base scientifique, en particulier parce qu'il semblait bien qu'elle affecterait les décisions réglementaires. En particulier, l'aptitude aux fins recherchées devrait examiner l'effet exercé par les des biais et l'incertitude des mesures sur les décisions prises en utilisant les résultats engendrés par la méthode des tests. La Délégation a indiqué qu'elle avait effectué des études dans ce domaine et qu'elle était prête à soumettre les résultats de celles-ci au Comité en vue de leur considération future.

64) La Délégation de l'Allemagne a exprimé ses réserves au sujet de cette approche vu que toutes les caractéristiques étaient subsumées, incorporées en une fonction et elle s'est demandée si cette approche reflétait d'une manière adéquate les caractéristiques de la méthode. La Délégation des Pays-Bas a mis en relief les relations existant entre les questions en considération et les recommandations figurant au Projet de Directives sur l'incertitude des mesures et a donné son soutien à ce que l'approche de l'aptitude aux fins recherchées soit encore étudiée, vu son importance.

⁶ CX/MAS 04/7, CRD 4 (commentaires des Philippines), CRD 8 (commentaires des Etats Unis)

65) Le Comité a donné son accord pour que la délégation du Royaume Uni, en coopération avec les délégations intéressées, révise le document pour qu'il puisse être débattu à la prochaine session.

EXAMEN DE LA TERMINOLOGIE ANALYTIQUE UTILISEE PAR LE CODEX DANS LE MANUEL DE PROCEDURE (POINT 7 DE L'ORDRE DU JOUR)⁷

66) Le Comité a rappelé qu'à sa dernière session il y avait eu un accord pour prendre l'initiative d'une révision des Définitions contenues dans le Manuel de Procédure du Codex et que ceci avait été approuvé par la 26ème Session de la Commission en tant que nouveau travail. Il a également été rappelé qu'une Lettre circulaire avait été distribuée qui demandait des commentaires sur la terminologie analytique en vue de son utilisation dans le Codex.

Commentaires généraux

67) Quelques délégations ont souligné la nécessité de ne disposer que d'un seul recueil de définitions harmonisées au Codex et de ne constituer des définitions différentes que dans les cas où cela s'avérerait nécessaire. La terminologie analytique devrait être clairement définie et justifiée, autrement il pourrait avoir une possibilité de parvenir à des données et résultats différents. Il a été indiqué que les définitions internationales incluses dans les documents de l'ISO 17025 ou l'UICPA étaient en cours de révision, pour cette raison, il était indispensable de disposer de référence croisées pour assurer une cohérence. La délégation de la République de Corée a proposé de définir et de décrire la terminologie qui n'est pas encore définie et qui est utilisée pour décrire le sens de certains termes.

Résultats

68) La Délégation de la Nouvelle Zélande a proposé de définir "la Méthode test" ou "la Méthode" vu que cela pourrait simplifier la définition ultérieure des « résultats ». Toutefois, le Comité a fait remarquer que la définition proposée était déjà cohérente avec la définition existant dans d'autres documents internationaux, ainsi elle l'a laissée inchangée.

Spécificité

69) La Délégation de l'Autriche a noté que la définition de la "spécificité" était fort semblable à celle de la "sélectivité" et que son application créait une certaine confusion, en particulier parce que la "spécificité" définie au Codex ne comprenait pas les mots "de comportement semblable" qui étaient pourtant nécessaires pour obtenir et supprimer les effets des substances de matrice. Le Comité a été informé des publications récentes sur l'approche statistique pour l'estimation de la sélectivité, sur la base de la définition de l'UICPA⁸. Comme la "sélectivité" était bien définie par l'UICPA, le Comité a été d'accord pour supprimer la définition de "spécificité" et de ne se référer dans le futur qu'à la "sélectivité" comme définie par l'UICPA.

Précision (en tant que concept) et précision (comme statistique)

70) Le Comité a noté que la section de la précision prêtait plutôt à confusion vu qu'elle contenait deux définitions : une utilisée comme un concept et l'autre en tant que statistique et que la définition sur la statistique contenait une deuxième note qui n'était pas tout à fait correcte. Il a aussi été noté que cette définition devait être harmonisée avec les autres Comités du Codex comme le Comité sur les résidus de pesticides et le Comité sur les résidus de médicaments vétérinaires. Le Comité a été d'accord qu'il ne devait y avoir qu'une seule définition de "la précision" et cette définition devra être celle définie par l'ISO 3534-1.

Exactitude

71) Le Comité a noté qu'il y avait un certain manque de cohérence, de logique entre les définitions de fidélité dans le Codex et celles de l'ISO et a décidé d'inclure la deuxième phrase de la note dans la définition de l'ISO.

72) Les définitions modifiées sont présentées à l'Annexe II.

⁷ CL 2003/43-MAS; CX/MAS 04/8 (Commentaires de Cuba, de la France, de l'Iran, des Etats Unis d'Amérique); CX/MAS 04/8-Add.1 (Commentaires du Japon, de la Nouvelle Zélande); CRD 7 (Commentaires de l'Autriche); CRD 10 (Commentaires du Brésil).

⁸ Anal. Bioanal. Chem (2003), 377: 1060 - 1060

Approche de l'examen de la Terminologie

73) Le Comité a procédé à une discussion sur l'approche de la révision de la terminologie.

74) Afin de simplifier le travail, il a été proposé de n'utiliser que les références et sources provenant des définitions internationales; cependant, le Comité a noté qu'il serait difficile d'accepter ceci, vu que les définitions étaient si importantes qu'elles devraient être complètement épelées dans le Manuel de Procédure.

75) La Délégation de la Finlande a attiré l'attention du Comité au fait qu'il était difficile de procéder avec la révision de définitions supplémentaires sans avoir l'opinion des organisations internationales qui travaillaient dans le domaine de la terminologie. Elle a fait remarquer que cette question avait été considérée à la Réunion Inter-Agences (IAM) avant le CCMAS et elle a proposé qu'un document comprenant la comparaison des définitions soit préparé en vue de sa considération à la prochaine session du Comité. De nombreuses délégations ont donné leur soutien à cette proposition en particulier parce qu'un travail était déjà en cours sur la révision des définitions et qu'il était mené à bien par les organisations internationales pertinentes, et que cela permettrait de faciliter l'harmonisation des définitions aux fins du Codex.

76) Le Comité a été d'accord pour que la Lettre circulaire soit préparée, demandant aux gouvernements membres et aux organisations internationales intéressées de soumettre des suggestions quant aux définitions qui seraient nécessaires aux fins du Codex et également au sujet des définitions actuelles du Codex qui devraient être modifiées. Le Comité est convenu que cette Lettre Circulaire contienne le Recueil préparé l'IAM en 2002 et comprenant toutes les définitions appropriées actuelles développées ou en cours de révision par les organisations internationales pertinentes. Il a aussi donné son accord pour que la Délégation des Etats-Unis, avec l'aide de l'AOAC et d'autres membres et observateurs intéressés⁹, prépare un document à la lumière des commentaires reçus et concernant les questions mentionnées et fournirait une analyse et des recommandations/raisonnement sur les définitions appropriées devant être utilisées aux fins du Codex en vue de sa discussion à la prochaine session du Comité.

APPROBATION DES DISPOSITIONS SUR LES METHODES D'ANALYSE AUX NORMES DU CODEX (Point 8 de l'Ordre du jour)¹⁰

77) Le rapport du Groupe de travail Ad hoc chargé de l'approbation des méthodes d'analyse (CRD 1) a été présenté par son Président, le Dr Roger Wood (Royaume Uni). Le Comité a approuvé les méthodes proposées tout en faisant les amendements et commentaires suivants.

Comité sur les graisses et les huiles

78) L'Observateur de l'AOCS a attiré l'attention du Comité à la proposition provenant du Comité sur les graisses et les huiles dont le but était de biffer l'année de publication dans la référence vu que cela simplifierait le processus de mise à jour et d'approbation. Il a également été noté qu'en vertu de l'ISO/IEC 17025: 1999, il était demandé aux analystes d'utiliser la version la plus actualisée des méthodes d'analyse. Cette proposition a été appuyée par d'autres observateurs qui ont indiqué que lorsque des changements importants avaient été faits au sujet d'une méthode, un nouveau chiffre/numéro était donné à la méthode et que cela permettait d'éviter toute confusion.

79) Plusieurs délégations ont soutenu l'inclusion de l'année de la publication dans la méthode, en effet, cela était une référence importante pour les laboratoires, en particulier à des fins réglementaires. Elles ont exprimé l'opinion qu'il n'était pas possible d'approuver tous les changements futurs qui pourraient se présenter dans une méthode sans être informé de ces changements, et que la liste des méthodes devrait être révisée sur une base régulière pour assurer que toutes les mises à jour avaient été prises en compte. Le Comité a été d'accord pour maintenir l'année de la publication à cette étape et de considérer à nouveau la question à sa prochaine session.

⁹ L'Autriche, le Brésil, la CE, l'AOCS.

¹⁰ CX/MAS 04/9, CX/MAS 04/9-Add.1, CX/MAS 04/9-Add.2 (commentaires du Canada), CRD 1 (rapport du Groupe de travail sur l'approbation), CRD3 (commentaires de l'AAC), CRD 10 (commentaires du Brésil)

Matières grasses tartinables et les mélanges tartinables

80) Le Comité a noté que le niveau de 3 % de matière grasse laitière représentait le facteur de composition essentiel utilisé pour différencier les matières grasses tartinables par rapport aux mélanges tartinables. Le Comité a rappelé que le CCFO avait recommandé de convertir la concentration de l'acide butyrique en une concentration de matière grasse laitière et de rapporter la gamme dans laquelle la concentration de la matière grasse laitière d'un échantillon devrait se trouver dans l'absence d'un seul facteur accordé. Certaines délégations ont souligné que la question du facteur devrait être clarifiée par le CCFO et que la méthode ne pouvait pas être approuvée jusqu'à ce que ce point ait trouvé une solution. Il a été proposé que référence soit faite à la valeur utilisée par l'Organisation mondiale des douanes pour les matières grasses tartinables, mais quelques délégations ont noté qu'une valeur moyenne établie à des fins douanières ne résoudrait pas un problème d'interprétation des résultats analytiques.

81) Le Comité est convenu d'approuver à titre provisoire les méthodes proposées comme Type I, en attendant que le Comité sur les graisses et les huiles définisse un facteur de conversion.

Huiles d'olive et Huiles de grignons d'olive

82) Les Délégations de l'Italie et du Maroc ont exprimé leurs réserves à ce que la méthode ISO 15788-2:2003 soit incluse pour les stigmastadiènes, vu qu'elle n'avait pas été considérée par le Comité sur les graisses et les huiles et n'était pas utilisée dans le cadre du Conseil Oléicole International. Le Comité a été d'accord pour approuver à titre temporaire cette méthode et de la soumettre au CCFO en vue de sa considération. Toutes les autres méthodes ont été approuvées telles que proposées avec des corrections d'ordre rédactionnel proposées par la Délégation de l'Espagne.

Huiles végétales portant un nom spécifique

83) Le Comité a approuvé la liste révisée sur les méthodes comme proposée par le CCFO, y compris la suppression de plusieurs méthodes UICPA qui n'étaient plus disponibles.

Comité sur les poissons et les produits de la pêche

Détermination du contenu en poisson dans les batonnets de poisson congelées

84) La Délégation de l'Indonésie a souligné que des facteurs d'azote provisoires étaient utilisés pour les poissons blancs pour calculer le contenu en poisson provenant des régions tempérées et le Comité a noté que des facteurs additionnels pour d'autres espèces pouvaient être soumis au Comité sur les poissons et les produits de la pêche en vue de leur considération pour affiner davantage la méthodologie. Cette méthode a été approuvée comme elle avait été proposée.

Groupe special intergouvernemental sur les jus de fruits et de légumes

Jus et nectars de fruits

85) Le Comité a noté que le Groupe de travail sur l'approbation avait donné son accord pour considérer en vue de leur approbation les méthodes correspondantes aux ingrédients et additifs ou auxiliaires technologiques, comme énuméré au Projet de norme (Annexe – Section C.1), et que d'autres méthodes énumérées par le Groupe Special en tant que méthodes de qualité ou méthodes d'authenticité ne seront pas considérées en vue de leur approbation mais énumérées séparément.

86) La Délégation du Canada (Mme Carla Barry, Présidente du Groupe de travail sur les méthodes d'analyse du Groupe Special) a rappelé que le Groupe Special avait été d'accord pour définir un recueil complet de méthodes vu qu'elles étaient nécessaires en tant que références au niveau international, or, il n'a pas été possible à cette étape de définir les valeurs pour les paramètres afférents à l'authenticité et à la qualité. Ces valeurs pourraient être établies dans le futur et cela sera facilité par l'harmonisation des méthodes d'analyse. La Délégation a pour cette raison proposé que le Comité approuve les méthodes sur l'authenticité et la qualité (section C.2 du CRD 1). Cette position a été soutenue par la Délégation du Brésil, se référant à ses commentaires écrits et par plusieurs autres délégations.

87) Le Secrétariat a rappelé que les méthodes devraient correspondre à des dispositions spécifiques des normes et que jusqu'à présent le Comité n'avait approuvé que des méthodes pour des analytes ou des propriétés qui avaient été identifiées dans les normes du Codex. Si cette approche était changée pour les jus de fruits, cela pourrait également affecter le processus global de l'approbation.

88) Quelques délégations ont souligné que la disposition figurant dans les *Critères Généraux de la sélection des méthodes d'analyse* sur "la pertinence directe pour la norme du Codex" ne signifiait pas qu'une valeur numérique devait être spécifiée dans la norme. Le Secrétariat s'est référé aux "Recommandations sur une liste récapitulative des informations requises pour l'évaluation des méthodes d'analyse soumises au CCMAS en vue de l'approbation", en particulier au *point 1.1.3. Analyse ou Propriété* et *1.1.4 Spécification ou Limite du Codex* exigeant "la spécification, limite, tolérance ou directive qui est indiquée à la norme et qui démontre la limite entre le matériel acceptable et celui non acceptable" et a noté que la limite devait être définie dans la norme, indifféremment si elle était numérique ou ne l'était pas. Quelques délégations ont exprimé l'opinion que les *Recommandations* n'étaient pas pertinentes vu qu'elles ne faisaient pas partie du Manuel de Procédure et le Comité a été d'accord qu'elles ne devaient pas être prises en compte dans le cas des jus de fruits.

89) Quelques délégations ont proposé de n'approuver les méthodes que de manière temporaire en tant que Type IV pour maintenir les informations de valeur provenant du travail du Groupe Spécial tout en entendant qu'elles seraient approuvées lorsque les dispositions pertinentes auront été complétées. La délégation du Brésil a souligné que toutes les méthodes proposées avaient été validées et pour cette raison elles ne devraient pas être énumérées en tant que Type IV. Pour cette raison, le Comité a donné son accord pour que les méthodes soient énumérées sans indiquer le type avec la mention "approuvée à titre provisoire" en fonction de la fixation des valeurs numériques par le Groupe Spécial.

90) Le Comité a introduit certaines corrections ou méthodes proposées en vue de leur approbation par le Groupe de Travail (section C.1 du CRD 1) et est convenu d'inclure dans la liste les méthodes pour l'ensemble de l'azote et pour la cellobiose. Le Comité a indiqué que la méthode ISO pour la détermination de l'acide ascorbique n'était pas validée et il est convenu qu'elle soit maintenue en tant que Type IV. La délégation de la Suisse a proposé d'inclure la méthode EN 14130 pour la détermination de la vitamine C, mais cela n'a pas été accepté vu que cette méthode n'avait pas été testée dans le cadre d'une collaboration.

91) La délégation du Japon a proposé que l'applicabilité des méthodes pour les additifs qui sont également des composants intrinsèques des jus de fruits et nectars devaient être clarifiées. Le Comité a été d'accord pour que le Groupe Spécial fournisse une clarification en la matière.

Comité sur la Nutrition et les Aliments Diététiques et de Régime

Produits Alimentaires exempts de gluten

92) Le Comité a procédé à une discussion approfondie sur la méthode proposée "Immuno-Essai R5 Mendez basée sur les enzymes" (ELISA) soumise par le CCNFSUDU en vue de la détermination du gluten. L'Observateur du WGPAT (Groupe de Travail Prolamine) a souligné que la méthode AOAC 991.19 était inadéquate en particulier en ce qui concerne la spécificité et la sensibilité et que la nouvelle méthode proposée étaient l'unique qui pouvait déterminer toutes les fractions de gliadine et les peptides gliadines toxiques. La méthode a été testée en collaboration, les résultats ont été publiés dans la littérature scientifique et toutes les informations pertinentes étaient accessibles aux analystes. En outre, seulement le cocktail d'extraction était breveté, mais sa composition était décrite dans la littérature et pouvait être utilisée par les laboratoires. L'Observateur s'est référé aux documents concernant les caractéristiques des méthodes qui avaient été présentées au Groupe de Travail et a proposé d'approuver la méthode vu que celle-ci représentait un progrès significatif permettant de résoudre un problème de santé important.

93) L'Observateur de l'AOAC a indiqué que la méthode colorimétrique AOAC 991.19 avait été approuvée pour action finale en 2001, qu'elle avait été testée en collaboration et qu'elle était publiquement accessible et utilisée systématiquement par les laboratoires.

94) La délégation de la Suède a exprimé sa préoccupation vue le fait que la méthode proposée n'était pas publiquement accessible aux analystes et a proposé d'approuver la méthode AOAC pour la détermination du gluten vu qu'elle a été couramment utilisée dans plusieurs pays pour l'analyse et le contrôle des produits alimentaires sans gluten.

95) La Délégation de la France a mis en relief que la méthode ELISA n'était pas applicable pour certains produits alimentaires et a mis en cause sa pertinence dans une norme couvrant tous les produits alimentaires sans gluten et y a attiré l'attention du Comité de l'AAC CRD 3 en particulier en ce qui concerne son applicabilité quant aux hydrolysats de l'amidon de blé.

96) Quelques délégations ont souligné que la norme ne définissait pas clairement ce qui devait être mesuré puisque la section 6.2 se référait à une limite de réfection de 10 ppm sans préciser si cela s'appliquait au

gluten ou aux gliadines. Le Comité a été d'accord pour demander au CCNFSDU de clarifier l'applicabilité de la méthode et la façon selon laquelle elle était liée aux dispositions concernant "l'exemption de gluten" à la norme.

97) La Délégation de la CE (Institut pour le Matériel et les Mesures de Référence) a informé le Comité sur son travail visant à développer le matériel de référence gliadine européen qui était en cours de certification et a indiqué que l'IRMM prendrait l'initiative d'une comparaison de méthode vers la fin de 2004.

98) L'Observateur de l'AOECS a exprimé l'opinion qu'il était essentiel de disposer d'une méthode de référence pour déterminer le gluten afin d'aborder le problème de santé auquel les patients atteints de cœliaque devaient faire face et a souligné qu'il existait une large variabilité dans les résultats atteints grâce à la méthode AOAC. L'Observateur a rappelé qu'aucune méthode n'avait été établie à la norme présente sur les produits alimentaires exempts de gluten et que la révision de la norme était déjà en cours depuis plusieurs années, vu qu'il n'y avait pas d'accord en ce moment au sujet des niveaux ou de la méthode de détermination.

99) L'Observateur de l'AOCs a proposé que la méthode R5 ELISA soit considérée par une des organisations IAM qui avait développé des méthodes d'analyse pour la présenter en conformité avec un format reconnu sur le plan international, vu que cela faciliterait son étude dans le but d'une approbation par le CCMAS.

100) Quelques délégations ont exprimé le point de vue que la méthode a été acceptable du point de vue scientifique et ont donné leur soutien à son approbation et à son inclusion à la norme concernant les produits alimentaires sans gluten vu que cela représenterait un progrès significatif permettant de traiter les problèmes des malades cœliaques.

101) Le Comité a été d'accord pour informer le Comité sur la Nutrition et des Aliments Diététiques et de Régime au sujet des questions concernant la méthode et pour approuver à titre temporaire la méthode Immuno-Essai R5 Mendez rattachée aux enzymes (ELISA) comme Type IV, étant entendu que la méthode serait traitée à la prochaine session si entre-temps de nouvelles informations pertinentes devenaient disponibles.

Méthodes pour les additifs et les contaminants

102) La Délégation des Pays-Bas a proposé de modifier le type des deux méthodes générales adoptées pour la détermination des métaux lourds, et d'utiliser la deuxième méthode en tant que Type II puisque la digestion à micro-ondes assure de meilleurs résultats que l'incinération sèche. Toutefois, le Comité a fait remarquer que les équipements nécessaires à cette méthode n'étaient pas disponibles dans tous les laboratoires et le Comité a été d'accord pour maintenir pour le moment les types actuels des méthodes. Le Comité est convenu que ces méthodes générales s'appliquait à tous les aliments à l'exception des graisses et des huiles.

103) La Délégation des Pays-Bas a informé le Comité que les méthodes CEN pour les nitrates et les nitrites avaient été publiées en tant que méthodes définitives CEN et le Comité a été d'accord de les approuver comme méthodes du Type III. Il a été noté que la deuxième méthode CEN était identique à la méthode NMKL. La Délégation du Maroc a souligné que lorsque des méthodes spectrométriques étaient utilisées pour la détermination, des interférences de nitrites avec l'acide ascorbique pouvaient se produire et qu'il serait préférable de sélectionner des méthodes électrochimiques qui étaient davantage sélectives.

104) Le Comité a approuvé les autres amendements proposés sur les méthodes pour les additifs et les contaminants afin d'assurer la cohérence entre les méthodes.

105) Le Comité a été d'accord avec la proposition de la Délégation du Royaume Uni, à savoir de prendre l'initiative d'une conversion des méthodes sur les éléments traces en critères en vue de sa considération à la prochaine session dans le cadre du Point de l'Ordre du jour portant sur l'approbation. Le Comité a salué la proposition de l'Observateur du NMKL de travailler dans ce domaine avec les délégations et les organisations internationales intéressées.

106) Le Comité a grandement apprécié l'activité constructive du Dr Wood et du Groupe de Travail afin de faciliter les débats à la Session Plénière et a été d'accord pour le convoquer à nouveau encore avant la prochaine session. Le statut de l'approbation des méthodes d'analyse et d'échantillonnage est présenté à Annexe VI.

CRITERES POUR LES METHODES SUR LA DETECTION ET L'IDENTIFICATION DES ALIMENTS DERIVES DES BIOTECHNOLOGIES – APPROCHE GENERALE ET CRITERES POUR LES METHODES (Point 9 de l'Ordre du jour)¹¹

107) Le Comité a rappelé que la dernière session avait donné son accord pour que les Délégations de l'Allemagne et du Royaume-Uni, en coopération avec un groupe de rédaction, préparent un document révisé qui comprendrait des recommandations sur les mesures de contrôle de qualité en laboratoire et des critères pour des méthodes d'analyse.

108) La Délégation du Royaume-Uni a présenté le document en indiquant que celui-ci comprenait des recommandations sur les critères pour les méthodes d'analyse et les mesures du contrôle de qualité qui devraient être introduites dans les laboratoires qui faisaient des analyses GM en accordant une attention spécifique à la détection des marqueurs ADN basés sur le PCR qui étaient plus généralement utilisés.

109) La Délégation de l'Allemagne s'est référée à la liste des méthodes développée par le Groupe Spécial sur les aliments dérivés des biotechnologies et a souligné l'importance du travail ultérieur sur les directives qui fourniraient aux gouvernements un guide pour sélectionner les méthodes visant la détection des aliments dérivés des biotechnologies.

110) La Délégation des Etats-Unis a accueilli favorablement le document qui offrait une bonne base scientifique pour la discussion future et a attiré l'attention du Comité sur les commentaires figurant au CRD 9. Elle a en particulier fait remarquer que le document développait des critères surtout pour les méthodes à base de l'ADN, mais que des méthodes alternatives fondées sur la détection de protéines devraient également être abordées.

111) La Délégation du Brésil a exprimé la vue que la validation des méthodes immuno-essais devrait être considérée, qu'à l'Annexe 1 il faudrait inclure davantage d'informations sur la description de la méthode, telles que la description complète du primer, le nombre de cycles, la composition des cycles, l'équipement, la longueur de l'amplicon, le type de polymérase, et le matériel de référence.

112) La Délégation du Japon a mis en question l'application des critères présentées dans le document à la détection des OGM bien qu'ils soient applicables aux analyses chimiques

113) La Délégation de la Norvège a proposé de modifier la section sur l'approche modulaire pour refléter qu'elle ne devait pas être utilisée, "sauf le cas où une indépendance entre les modules pouvait être documentée", puisqu'elles ne devaient pas être systématiquement évitées.

114) La Délégation de Cuba a attiré l'attention du Comité aux questions concernant la protection des consommateurs, celles-ci pourraient être abordées par le Groupe Spécial dans le futur et en particulier au niveau de la transgénécité du matériel.

115) Le Comité a discuté s'il fallait prendre l'initiative d'un nouveau travail à l'étape de procédure afin de faire circuler dès que possible - notamment en vue de l'obtention de commentaires - le document figurant à l'Annexe I : *Directives pour la validation et les exigences du contrôle de qualité pour les analyses GMO*.

116) Quelques délégations ont souligné la nécessité de procéder rapidement, vu que les gouvernements avaient besoin d'une orientation sur cette question très importante et complexe. D'autres délégations ont indiqué qu'elles avaient participé au Groupe de travail original, mais il n'y avait pas eu suffisamment de temps pour soumettre des commentaires détaillés et qu'il serait préférable de considérer le texte soigneusement avant de prendre l'initiative de l'élaboration de directives spécifiques.

117) Le Comité a été d'accord pour que le document soit révisé par les Délégations du Royaume-Uni et de l'Allemagne avec l'aide d'un Groupe de rédaction¹² en vue de sa considération à la prochaine session en vue de l'élaboration des Directives.

¹¹ CX/MAS 04/10, CRD 9 (commentaires des Etats-Unis)

¹² Argentine, Australie, Brésil, Canada, Egypte, Communauté Européenne, France, Iran, Irlande, Italie, Japon, Malaisie, Pays-Bas, Norvège, Philippines, Etats-Unis, AOAC, AOCS, BIO, CROPLIFE International, EUROPABIO et l'ISO

METHODES D'ANALYSE POUR LA DETERMINATION DE DIOXINES ET PCBS (Point 10 de l'Ordre du jour)¹³

118) La Délégation de l'Allemagne a exprimé son profond regret que vu l'absence de contributions il n'a pas été possible de préparer une liste des méthodes pour la détermination de dioxines et PCBs en vue de sa considération à la présente session. La Délégation a attiré l'attention du Comité au fait que l'OMS et la CE avaient lancé un projet conjoint concernant les essais rapides sur les dioxines et les composés analogues (voir le CX/MAS 04/INF1) qui fourniraient une contribution additionnelle au cours de la préparation d'une liste plus complète sur les méthodes servant à la détermination des composés mentionnés ci-dessus.

119) Le Comité a été d'accord pour qu'une lettre circulaire soit préparée pour demander des informations sur les méthodes actuelles utilisées pour la détermination des dioxines et des composés analogues. Ces informations devraient être transmises à l'Allemagne qui préparerait un document en vue de sa discussion à la prochaine session du Comité.

RAPPORT DE LA REUNION INTER-AGENCES SUR LES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONAGE (Point 11 de l'Ordre du jour)¹⁴

120) Le Président de la Réunion Inter-Agences (IAM), le Dr Roger Wood a présenté le projet de rapport de la 16ème réunion IAM et a informé le Comité que le CRD 2 était présenté surtout à des fins d'information et il a souligné les importantes questions suivantes qui avaient été débattues à la réunion IAM.

121) Il a été indiqué que la démarche des critères avait été adoptée par la Commission et que les données de validation devraient être rendues disponibles aux clients pour assurer une application réussie de cette approche.

122) Le Dr Wood a attiré l'attention du Comité au problème rattaché à l'application par les laboratoires des essais de capacité et il a noté que les laboratoires de haut niveau pourraient fournir des valeurs de référence en cas d'analyses particulièrement difficiles.

123) Le Comité a été informé sur les progrès réalisés quant au recueil électronique des méthodes analytiques et que les méthodes d'analyse validées devraient être généralement accessibles.

124) En ce qui concerne la question de l'incorporation des changements de méthodes/corrections de méthodes au Codex Alimentarius, il a été indiqué qu'on maintiendrait le système actuel.

125) Le Comité a informé le Comité que le document sur l'harmonisation de la terminologie analytique serait mis à jour et rendu accessible du site Internet.

126) Finalement, le Dr Wood a informé le Comité sur les discussions concernant les Termes de Référence de l'IAM et sur les changements futurs prévus au sein du Secrétariat.

127) Le Comité a exprimé son appréciation à l'IAM et au Dr Wood pour leur travail constructif et leur contribution aux travaux du Comité, et a noté que le rapport final serait rendu accessible du site Internet de l'AOAC.

QUESTIONS DIVERSES ET TRAVAUX FUTURS (Point 12 de l'Ordre du jour)

L'utilisation des résultats analytiques : Plans d'échantillonnage, Relations entre les résultats analytiques, l'Incertitude des mesures, les taux de récupération et les dispositions des Normes du Codex

128) Le Comité a rappelé qu'il avait été d'accord pour considérer au Point 12 de l'Ordre du jour "Questions diverses et travaux futurs" les Directives rédigées à nouveau par le Groupe de travail *Ad Hoc* (voir aussi les par. 6-13).

¹³ CX/MAS 04/INF 1 (Projet de rapport sur le Symposium concernant les essais rapides sur les Dioxines et composés voisins).

¹⁴ CRD 2 (Rapport de la 16ème réunion des organisations internationales travaillant dans le domaine des méthodes d'analyse et d'échantillonnage) (Réunion Inter-Agences).

129) Le Président du Groupe de travail *Ad Hoc* a présenté le document et a indiqué que le texte avait été considérablement révisé et qu'il devait fournir de simples instructions aux Comités de produits au sujet de l'échantillonnage, des relations entre les résultats analytiques, l'incertitude des mesures, les taux de récupération et les dispositions figurant aux normes du Codex.

130) Le Comité a modifié le titre pour refléter l'opinion selon laquelle l'utilisation des résultats analytiques était comme telle non pas reliée à l'échantillonnage, mais plutôt aux plans d'échantillonnage.

131) La Délégation de la Nouvelle Zélande était de l'avis qu'il y avait une contradiction entre les premier et dernier paragraphes de la section sur les questions en cause et que ceci exigeait une nouvelle rédaction supplémentaire aux fins de clarification. Elle a proposé plusieurs amendements essentiels, comme suit. La section sur l'incertitude des mesures n'était pas suffisamment générale, vu qu'il ne s'agissait pas la seule façon de procéder et elle devrait être traitée dans un document séparé. Le plan d'échantillonnage devrait préciser si la spécification était appliquée à la moyenne dans un lot ou à la proportion de non-conformité; des chiffres significatifs ne devraient pas être mentionnés dans le document vu que cette question concernait l'établissement d'un rapport et non pas l'utilisation lors de l'établissement de la conformité.

132) Le Comité a modifié le premier paragraphe des Recommandations pour clarifier que lorsque les Comités chargés des produits discutaient et se mettaient d'accord au sujet d'une spécification, les méthodes analytiques concernées devraient également être indiquées.

133) Diverses opinions ont été exprimées au sujet de la Section portant sur la Récupération. La Délégation d'Irlande a attiré l'attention du Comité sur le fait que la récupération était pertinente à l'analyse organique en particulier lorsque de faibles teneurs étaient analysées et elle a proposé d'amender la phrase de manière que les résultats analytiques soient rapportés en rapport avec la récupération lorsque cela était "pertinent et approprié".

134) Quelques délégations ont proposé de supprimer cette section, alors que d'autres délégations étaient de l'avis que les deux premières phrases de la version précédente du document reflétaient mieux la recommandation concernant la récupération. Le Comité a donné son accord pour modifier cette section, comme proposé par la Délégation d'Irlande et l'a maintenue entre crochets en vue de sa discussion ultérieure.

135) Il a été proposé de soumettre le document au Comité sur les Principes généraux en vue de son approbation et de son adoption subséquentes par la Commission et de son inclusion dans le Manuel de Procédure en tant que guide pour les Comités des produits du Codex. Toutefois, le Comité a noté que bien que le document ait été essentiellement amélioré, il y avait encore plusieurs questions sur lesquelles il fallait se pencher et qu'il était nécessaire de les considérer ultérieurement, pour cette raison il a été décidé de demander des commentaires et de revenir au document à la prochaine session du Comité (voir Annexe VII).

TRAVAUX FUTURS

136) Le Comité a noté qu'en résultat des discussions qui ont eu lieu à la session présente, la prochaine session considérera les questions suivantes :

- Avant-projet de directives pour l'évaluation de méthodes d'analyse acceptables
- Considération de l'approche "Aptitude aux fins recherchées" pour évaluer les méthodes d'analyse
- L'utilisation des résultats analytiques : plans d'échantillonnage, relation entre résultats analytiques, l'incertitude des mesures, les taux de récupération et les dispositions aux normes du Codex
- Avant-projet de directives visant à régler les litiges concernant les résultats analytiques (tests)
- Révision de la terminologie analytique utilisée par le Codex dans le Manuel de procédure
- Approbation des dispositions sur les méthodes d'analyse dans les normes du Codex, y compris la conversion des méthodes sur les éléments traces en critères
- Critères pour les méthodes pour la détection et à l'identification des aliments dérivés des biotechnologies

- Méthodes d'analyse pour la détermination des dioxines et des composés analogues
- Rapport d'une réunion "Inter-Agences" sur les méthodes d'analyse

DATE ET LIEU DE LA PROCHAINE SESSION (Point 13 de l'Ordre du jour)

137) Le Comité a été informé que la 26ème session du Comité se tiendrait à Budapest du 4 au 8 avril 2005. Le lieu exact sera déterminé par le pays hôte et le Secrétariat du Codex.

ETAT D'AVANCEMENT DES TRAVAUX

Sujet	Etape	Mesure à prendre par:	Référence dans ALINORM 04/27/23
Amendements proposés au Manuel de procédure - <i>Critères généraux pour le choix des méthodes d'analyse validées dans un seul laboratoire</i> - <i>Terminologie analytique utilisée par le Codex</i>	(*)	CCGP Gouvernements 27e CCA	par. 18 et 72 Annexe II
Projet de directives générales sur l'échantillonnage	8	Gouvernements 27e CCA	par. 25 Annexe III
Projet de Directives sur l'incertitude des mesures	8	Gouvernements 27e CCA	par. 37 Annexe IV
Avant-projet de Directives sur l'évaluation des méthodes d'analyse acceptables	5	Gouvernements 27e CCA 26e CCMAS	par. 54 Annexe V
Approbation des méthodes d'analyse et d'échantillonnage, y compris les méthodes générales	5	Gouvernements 27e CCA	par. 77-106 Annexe VI
Aptitude aux fins recherchées (pour inclusion dans l'Avant-projet de Directives sur l'évaluation des méthodes d'analyse acceptables)	2/3	Royaume-Uni Gouvernements 26e CCMAS	par. 65
Avant-projet de Directives pour régler les litiges concernant les résultats analytiques (tests)	2/3	France/Gouvernements 26e CCMAS	par. 58
Utilisation des résultats analytiques	(*)	Comités sur les produits Gouvernements 26e CCMAS	par. 135 Annexe VII
Poursuite de l'examen de la <i>Terminologie analytique utilisée par le Codex</i> (Manuel de Procédure)	(*)	Gouvernements 26e CCMAS	par. 76
Critères pour les méthodes d'analyse pour les aliments dérivés des biotechnologies		Allemagne/Royaume-Uni/Gouvernements 26e CCMAS	par. 117
Méthodes pour les dioxines et PCBs		Allemagne/ Gouvernements 26e CCMAS	par. 119

* Pour inclusion dans le Manuel de procédure

**LIST OF PARTICIPANTS
LISTE DES PARTICIPANTS
LISTA DE PARTICIPANTES**

Chairperson: Prof. Dr. Péter A. Biacs
Président: Director General
Presedente: Hungarian Food Safety Office
 Miklós tér 1.
 H-1035 Budapest, Hungary
 e-mail: peter.biacs@mebih.gov.hu

Vice-Chairperson: Prof. Dr. Pál Molnár
Vice-Président: Central Food Research Institute
Vicepresidente: Herman Ottó út 15.
 H-1022 Budapest, Hungary

**MEMBER COUNTRIES
PAYS MEMBRES
PAISES MEMBROS**

ARGENTINA/ARGENTINE/ARGENTINA

Mr. Alfredo Montes Niño
 Food Safety Consultant
 Cerviño 5909
 Sourdeaux (1612)
 Buenos Aires
 Argentina
 tel: +54 11 4748 4690
 fax: +54 11 4748 4690
 e-mail: montesninio@ciudad.com.ar

AUSTRIA/AUTRICHE/AUSTRIA

Dr. Rudolf Kapeller
 Austrian Agency for Health and Food Safety
 Bürgerstrasse 47.
 4015 Linz, Austria
 tel: +43 732 779071-12
 fax: +43 732 779071-15
 e-mail: rudolf.kapeller@ages.at

BELGIUM/BELGIQUE/BELGICA

Dr. Martine Jouret
 Veterinary
 Ministry of Public Health
 Federal Agency for the Safety of the Food Chain
 WTC III Boulevard Simon Bolivar
 1000 Brussels, Belgium
 tel: +32 2 208 3887
 fax: +32 2 208 3866
 e-mail: martine.jouret@afsca.be

Mrs. Mieke Van de Wiele
 Federal Agency for the Safety of the Food Chain
 Federal Food Laboratory
 Braemkasteelstraat 59
 9050 Gentbrugge
 Belgium
 tel: +32 9 231 6888
 fax: +32 9 232 0582
 e-mail: mieke.van.de.wiele@favv.be

BRAZIL/BRÉSIL/BRASIL

Dr. Shirley Abrantes
 Chemist
 ANVISA/Health Ministry
 AV.Brasil 4365 - Manguinhos
 21045-900 Rio de Janeiro, Brazil
 tel: +55 21 386 55124
 fax: +55 21 229 00915
 e-mail: shirley@incqs.fiocruz.br

Mrs. Marta Palma de Freitas Severo
 Residues Food General Management
 Ministry of Agriculture Livestock and Supply
 Laboratory Animal Supply
 Porto Alegre – Rio Grande do Sul
 Estrada da Ponte Grossa - 3036
 Brazil
 tel: +55 51 324 8213
 fax: +55 51 324 81926
 e-mail: martasevero@terra.com.br

Mrs. Maria de Fátima A. Almeida Paz
 Chemist
 Ministry of Agriculture
 AV. Almirante Barosso 5384 Bairro Souza
 66610-000 Belém/Pará, Brazil
 tel: +55 91 214 8633
 fax: +55 91 231 2402
 e-mail: mariapaz@agricultura.gov.br

Mr. Angelo de Queiroz Mauricio
Chemist
Ministry of Agriculture Livestock and Supply
Esplanda dos Ministerios,
Bloco D Anexo B Sala 328
CEP 70.043-900 Brasilia, Brazil
tel: +55 61 218 2806
fax: +55 61 225 5098
e-mail: angeloqm@agricultura.gov.br

CANADA/CANADÁ

Ms. Barbara Lee
Director
Canadian Food Inspection Agency
Laboratories Directorate
159 Cleopatra Drive RM 119
K1A 0Y9 Ottawa, Ontario
Canada
tel: +613 221 7014
fax: +613 228 6656
e-mail: blee@inspection.gc.ca

Mrs. Carla Barry
National Manager
Canadian Food Inspection Agency
159 Cleopatra Drive RM 119
K1A 0Y9 Ottawa, Ontario
Canada
tel: +1 613 221 7157
fax: +1 613 221 7295
e-mail: cbarry@inspection.gc.ca

CHINA/CHINE

Dr. Ka-sing Leung
Senior Chemist
Food and Environmental Hygiene Department
4/F., Public Health Laboratory Centre
328 Nam Cheong Street
Hong Kong
China
tel: +852 2319 8439
fax: +852 2776 4335
e-mail: ksleung@fehhd.gov.hk

CUBA

Lic. Justa Maida Cabrera Pérez
Head of Laboratory Dept.
Centro nacional de Inspeccion de la Calidad
Ave Boyeros Km 3½
Cerro Ciudad Habana, Cuba
tel: +537 577 143
e-mail: juana@cnica.cu

M Sc. Nelson Fernandez Gil
Head of Quality Management Dept.
International Supervision Services
Cubacontrol S.A.
Ave. 19-A No.21426 Atabey Playa
12100 Ciudad de La Habana 21, Cuba
tel: +53 7 271 3346
fax: +53 7 271 1332
e-mail: cubalab@enet.cu

CZECH REPUBLIC RÉPUBLIQUE TCHÉQUE REPÚBLICA CHECA

Mr. Petr Cuhra
Czech Agriculture and Food Inspection Authority
Za Opravnou 4
150 00 Praha 5, Czech Republic
tel: +420 257 199 540
fax: +420 257 199 541
e-mail: petr.cuhra@szpi.gov.cz

RNDr. CSc Bohumil Pokorny
Regional Public Health Institut
Gorkého 6
602 00 Brno, Czech Republic
tel: +420 541 421 242
fax: +20 541 213 548
e-mail: pokorny@zubrno.cz

EGYPT/EGYPTE/EGIPTO

Dr. Mohamed Hassan Al-Elimi
Director
Ministry of Agricultural Central Laboratory of Residue
Analysis of Pesticides and Heavy Metals in Food
7 Nadi El-Saied St.
Dokki Giza, Egypt
tel: +202 76 11 282
fax: +202 76 11 106
e-mail: alelimi@hotmail.com

Dr. Ashraf Hashem Gomaa
Quality Assurance Manager
Central Laboratory for Food and Feed
9 El-Gamaa st. Giza
Egypt
tel: +202 267 6030

EUROPEAN COMMUNITY COMMUNAUTÉ EUROPÉENNE COMUNIDAD EUROPEA

Mr. Jerome Lepeintre
Head of Delegation of the EU Commission
Health and Consumer Protection Directorate-General
(SANCO)
F101 04/78
1049 Brussels
Belgium
tel: +32 2 29 93701
fax: +32 2 2962 792
e-mail: jerome.lepeintre@cec.eu.int

Dr. Hermann Glaeser
Principal Administrator
Agriculture Directorate-General (AGRI)
Rue de la Loi 130
1049 Brussels
Belgium
tel: +32 2 295 3238
fax: +32 2 295 3310
e-mail: hermann.glaeser@cec.eu.int

Mr. Bertrand Lombard
 Coordinator CRL „MILK”
 AFSSA – LERQAP
 23 Avenue du General de Gaulle
 94700 Maisons-Alfort
 tel: +33 1 49 772 696
 fax: +33 1 43 689 762
 e-mail: b.lombard@afssa.fr

Dr. Michael Bickel
 European Commission, Joint Research Centre Institute
 for Reference Materials and Measurements
 Retieseweg
 B-2440 Geel
 Belgium
 tel: +32 14 57 17 34
 fax: +32 14 571 787
 e-mail: michael.bickel@cec.eu.int

FINLAND/FINLANDE/FINLANDIA

Ms. Harriet Wallin
 Senior Officer, Food Control
 National Food Agency
 PO Box 28
 FIN-00581 Helsinki
 Finland
 tel: +358 9 3931 557
 fax: +358 9 3931 593
 e-mail: harriet.wallin@nfa.fi

FRANCE FRANCIA

Mr. Jean-Bernard Bourguignon
 Ministère de l' Economie, des Finances et de l' Industrie
 DGCCRF-Télédoc 051
 59 boulevard Vincent Auriol
 75703 Paris, Cedex 13, France
 tel: +33 1 4497 3070
 fax: +33 1 4497 3037
 e-mail: jean-bernard.bourguignon
 @dgccrf.finances.gouv.fr

Mr. Pascal Audebert
 Chargé de mission "Codex Alimentarius"
 Comité interministériel pour les questions de
 coopération économique européenne Secrétariat général
 (SGCI) - Secteur AGRAP
 Carré Austerlitz
 2 boulevard Diderot
 75572 Paris, France
 tel: +33 1 4487 1603
 fax: +33 1 4487 1604
 e-mail: pascal.audebert@sgci.gouv.fr

Dr. Alain Duran
 Ministère de l' Economie, de Finances et de l' Industrie
 DGCCRF-Bureau C3
 59 boulevard Vincent Auriol
 75703 Paris, Cedex 13, France
 tel: +33 1 4497 3331
 fax: +33 1 4497 3037
 e-mail: alain.duran@dgccrf.finances.gouv.fr

Mme. Laurence Leonetti
 CNIEL
 42 rue de Chateaudun
 75314 Paris, Cedex 09, France
 tel: +33 1 4970 7129
 fax: +33 1 4280 6345
 e-mail: lleonetti-alf@cniel.com

Ms. Nadine Normand
 AFNOR Business Manager
 Standardisation for Food and Agriculture
 11, avenue Francis de Pressencé
 93571 Paris, France
 tel: +33 1 4162 8510
 fax: +33 1 4917 9000
 e-mail: nadine.normand@afnor.fr

GEORGIA/GEORGIE

Mr. David Kuprava
 Heavy and Toxic Elements Controller
 Product Compliance Test Center
 5 Jikia street
 Tbilisi, Georgia
 tel: + 99532 334813
 fax: +99532 986397
 e-mail: georgeng@emd.ge

GERMANY/ALLEMAGNE/ALEMANIA

Dr. Carolin Stachel
 Federal Office for Consumer Protection and Food Safety
 Diedersdorfer Weg 1
 12277 Berlin, Germany
 tel: +49 1888 412 2388
 fax: +49 1888 412 2955
 e-mail: c.stachel@bvl.bund.de

Mr. Hermann Broll
 Bundesinstitut für Risikobewertung
 Postfach 33 00 13
 14191 Berlin, Germany
 tel: +49 1 888 412-3639
 fax: +49 1 888 412-3635
 e-mail: h.broll@bfr.bund.de

Dr. Axel Preuss
 Chemisches Landes- und Staatliches
 Veterinäruntersuchungsamt
 Joseph-Koenig-Str. 40.
 48147 Münster, Germany
 tel: +49 251 9821 215
 fax: +49 251 9821 250
 e-mail: preuss@cvua.nrw.de

HUNGARY/HONGRIE/HUNGRÍA

Dr. Mária Váradi
 Head of Analytics Unit
 Central Food Research Institute
 H-1022 Budapest, Hermann Ottó út 15., Hungary
 tel: +36 1 355 8982
 fax: +36 1 212 9853
 e-mail: m.varadi@cfri.hu

Dr. Julianna Bányai
Professor
BKÁE Faculty of Horticultural Sciences
Villányi út 29-35.
H-1118 Budapest, Hungary
tel: +36 1 466 9273
fax: +36 1 466 9273
e-mail: bjuli@dpg.hu

Mrs. Kinga Bikfalvi
Secretary
Committee of Hungarian Food Book
Ministry of Agriculture and Regional
Development
Division of Food Industry
H-1055 Budapest
Kossuth Lajos tér 11
Hungary
tel: +36 1 304 4000

Dr. Péter Fodor
Szent István University
Faculty of Horticulture and Food Industry
Villányi út 29-43.
H-1118 Budapest, Hungary
tel: +36 1 385 0666

Dr. Anna Gergely
Head of Department
National Institute of Food Hygiene and
Nutrition
Gyáli út 3/a
H-1097 Budapest
Hungary
tel: +36 1 476 6441
fax: +36 1 215 5369

Dr. Ágnes Rátz-Ludányi
Standardization Manager
Hungarian Standards Institution (MSZT)
Üllői út 25.
1091 Budapest, Hungary
tel: +36 1 456 6861
fax: +36 1 456 6823
e-mail: a.ratz@mszt.hu

Dr. Marianna Tóth-Márkus
Senior Research Worker
Central Food Research Institute
H-1022 Budapest, Hermann Ottó út 15.
Hungary
tel: +36 1 355 8244
fax: +36 1 355 8928
e-mail: m.toth@cfri.hu

INDONESIA/INDONÉSIE

Dr. Sunarya
Deputy for Standard Application & Accreditation
National Standardization Agency
Jakarta, Indonesia
tel: + 62 21 574 7042
fax: +62 21 574 7045
e-mail: bsn@bsn.or.id

Mr. Suprianda Ruru
Head of Economic Section
Indonesian Embassy Budapest
Városligeti fasor 26., Budapest, Hungary
tel: +36 1 413 3800
fax: +36 1 322 8669
e-mail: suprianda.ruru@diplomats.com

IRAN, ISLAMIC REPUBLIC OF IRAN, REPUBLIQUE ISLAMIQUE DE IRÁN, REPUBLICA ISLÁMICA DE

Dr. Behzad Ghareyazie
Director General
Agricultural Biotech. Res. Inst.
ABRII, Seed and Plant Institute
Mahdasht Road
Karaj, Iran
tel: +98 261 270 8282
fax: +98 261 270 4539
e-mail: ghareyazie@yahoo.com

IRELAND/IRLANDE/IRLANDA

Dr. Marie Walsh
State Chemist - The State Laboratory
Abbotstown
15 Dublin, Ireland
tel: +353 1 802 5848
fax: +353 1 821 7320
e-mail: mwalsh@statelab.ie

Ms. Ita Kinahan
The State Laboratory
Abbotstown, 15 Dublin, Ireland
tel: +353 1 802 5801
fax: +353 1 821 7320
e-mail: ita.kinahan@statelab.ie

Dr. Paul Rafter
Superintending Veterinary Inspector
Agriculture & Food
Central Meat Laboratory
Abbotstown, Castleknock
15 Dublin, Ireland
tel: +353 1 607 2879
fax: +353 1 821 4966
e-mail: paul.rafter@agriculture.gov.ie

Kari Töllikkö
Council of the European Union
Principal Administrator
General Secretariat of the EU
tel: +32 2 285 784
fax: +32 2 285 6198
e-mail: kari.tollikko@consilium.eu.int

ITALY/ITALIE/ITALIA

Mr. Ciro Impagnatiello
Ministero delle Politiche Agricole e Forestali
Via XX Settembre 20, 00187 Rome, Italy
tel: +39 06 4665 6511
fax: +39 06 488 0273
e-mail: codex@politicheagricole.it

JAPAN/JAPON/JAPÓN

Dr. Yukiko Yamada
Senior Scientific Counselor
Food Safety and Costumer Affairs Bureau
Ministry of Agriculture, Forestry and Fisheries
1-2-1 Kasumigaseki, Chiyoda-ku
100-8950 Tokyo, Japan
tel: +81 3 3502 2319
fax: +81 - 35 02 0389
e-mail: yukiko_yamada@nm.maff.go.jp

Dr. Koji Miura
Director
International Food Safety Planning,
Department of Food Safety
Pharmaceutical and Food Safety Bureau
Ministry of Health, Labour and Welfare
1-2-2 Kasumigaseki, Chiyoda-ku
100-8916 Tokyo, Japan
tel: +81 3 3595 2326
fax: +81 3 3503 7965

Mr. Kazuhiko Ino
Assistant Director - Inspection and Safety Division
Department of Food Safety
Pharmaceutical and Food Safety Bureau
Ministry of Health, Labour and Welfare
1-2-2 Kasumigaseki, Chiyoda-ku
100-8916 Tokyo, Japan
tel: +81 3 3595 2337
fax: +81 3 3503 7964
e-mail: ino-kazuhiko@mhlw.go.jp

Dr. Rieko Matsuda
Section Chief for Division of Foods
National Institute of Health Science
1-18-1 Kamiyoga, Setagaya-ku
158-8501 Tokyo, Japan
tel: +81 3 3700 1644
fax: +81 3 3707 6950
e-mail: matsuda@nihs.go.jp

Dr. Kazukata Yamamoto
Senior Researcher
Food Material Division, National Food
Research Institute
2-1-12, Kannondai, Tsukuba
305-8642 Ibaraki, Japan
tel: +81 29 838 7152
fax: +81 29 838 7152
e-mail: kazukata@nfri.affrc.go.jp

Mr. Kenichi Sakaida
Officer - International Affairs Division,
Center for Food Quality,
Labeling and Consumer Services
2-1, Shintoshin, Chuo Ward
330-9731 Saitama, Japan
tel: +81 48 600 2375
fax: +81 48 600 2377
e-mail: kenichi_sakaida@cfqlcs.go.jp

Ms. Akiko Hakoda
Officer
International Affairs Division,
Center for Food Quality, Labeling and Consumer Services
2-1, Shintoshin, Chuo Ward
330-9731 Saitama, Japan
tel: +81 48 600 2375
fax: +81 48 600 2377
e-mail: akiko_hakoda@cfqlcs.go.jp

Mr. Toshiaki Sugimoto
Technical Adviser
Japan Food Hygiene Association
2-6-1 Jingu-mae, Shibuya-ku
150-0001 Tokyo, Japan
tel: +81 3 3403 2111
fax: +81 3 3478 0059
e-mail: sugimotot@jffrl.or.jp

KENYA/KENIA

Mrs. Rosemary Njeri Ng'anga
Senior Analytical Chemist
Kenya Plant Health Inspectorate Service
P.O. Box 49592
Nairobi, Wai Yaki Wai
Kenya
tel: +254 020 444 2340
fax: +254 020 444 8940
e-mail: kephis@nbnet.co.ke

**KOREA, REPUBLIC OF
RÉPUBLIQUE DE CORÉE
REPÚBLICA DE COREA**

Dr. Jin-Wook Kwon
Senior Researcher
National Veterinary Research and Quarantine Service
Ministry of Agriculture and Forestry
480, Anyang 6-dong, Manan-gu
Anyang-si, Gyeonggi-do, Republic of Korea
tel: +82-31-467-1982
fax: +82-31-467-1897
e-mail: jinwook@nvrqs.go.kr

Ms. Hey-Ree Bae
Researcher
National Agricultural Products Quality Management
Service (NAQS)
560, 3-Ga DangSan-Dong
Soul, YoungDeungPo-Gu, Republic of Korea
tel: +82 2 2165 6120
fax: +82 2 2165 6006
e-mail: baehr@naqs.go.kr

Mr. Soon-IL Jeong
Researcher
National Agricultural Products Quality Management
Service
560, 3-Ga DangSan-Dong
Soul, YoungDeung Po-Gu, Republic of Korea
tel: +82 2 2165 6080
fax: +82 2 2165 6006
e-mail: clicki@naqs.go.kr

Mr. Hak Gi Kim
Deputy Director
Ministry of Maritime Affairs and Fisheries
Fisheries Product Quality and Safety Division
Fisheries Policy Bureau
50 Chungjeong-No, Seodaemun-Gu
120-715 Seoul, Republic of Korea
tel: +82 02 3148 6922
fax: +82 02 3148 6924
e-mail: hakgikim@momaf.go.kr

Mrs. Jae Hyun Kim
Researcher
National Fisheries Products Quality Inspection Services
Ministry of Maritime Affairs and Fisheries
192-7 Ilsan 2 dong, Ilsan gu
Koyang si, Kyunggi do, Republic of Korea
tel: +82 31 976-3024
fax: +82 31 976 6391
e-mail: smart@momaf.go.kr

Dr. Dongmi Choi
Deputy Director - Korea Food and Drug Administration
5 Nokbun-Dong
122-704 Seoul, Republic of Korea
tel: +82 2 380 1674
fax: +82 2 380 1873
e-mail: mechoi@kfda.go.kr

Dr. Kil Jin Kang
Senior Researcher
Korea Food and Drug Administration
5 Nokbun-Dong
122-704 Seoul, Republic of Korea
tel: +82 2 380 1696
fax: +82 2 380 1631
e-mail: kjkang@kfda.go.kr

Mr. Jong Sung Park
Pharmaceutical and Food Policy Division
Ministry of Health and Welfare
1-Joong Ang Dong
Pharmaceutical and Food Policy Division
427-721 Gyeonggi Do, Republic of Korea
tel: +82 2 504 6233
fax: +82 2 504 1456
e-mail: pjsung@mohw.go.kr

Ms. Jeong Mi Hong
Pharmaceutical and Food Policy Division
Ministry of Health and Welfare
1-Joong Ang Dong
427-721 Gyeonggi Do, Republic of Korea
tel: +82 2 504 6233 - fax: +82 2 504 1456
e-mail: hjm0514@mohw.go.kr

Dr. Chul Su Lee
Researcher
Korea Health Industry Development Institute
Department of Food Industry Development
57-I Noryangjin-Dong, Dongjak-gu
156-800 Seoul, Republic of Korea
tel: +82 2 2194 7334 - fax: +82 2 826 1763
e-mail: leecs@khidi.or.kr

Dr. Kee Sung Kyung
Researcher
Nation Institute of Agricultural Science and Technology
Hazardous Substances Division, Department of Crop Life
Safety
249 Seodun-dong, Kwonseon-ku
441-707 Suwon, Republic of Korea
tel: +82 31 290 0522
fax: +82 31 290 0506
e-mail: kskyung@rda.go.kr

MOROCCO/MAROC/MARRUECOS

Mr. Mohamed Benzine
Responsable Laboratoire Physico - Chimie
72, Rue Mohamed Smiha
Casablanca, Morocco
tel: +212- 22 31 44 80
fax: +212 -22 30 51 68
e-mail: : benzine@eacce.org.ma

Mr. Abdelaziz Soulhi
Ingénieur Chef de Service Alimentaire 2
Laboratoire Officiel d'Analyses
25 Rue Nichakra Rahal
Casablanca, Morocco
tel: +212-22 30 21 96
fax: +212 22 30 19 72
e-mail: loarc@casanet.net.com

NETHERLANDS/PAYS-BAS/PAÍSES-BAJOS

Mr. Jacob de Jong
Chemist State Institute for Quality Control of Agriculture
Products
POBox 230
6700 AE Wageningen, Netherlands
tel: +31 317 475581
fax: +31 317 417717
e-mail: jacob.dejong@wur.nl

Mr. Henk van der Schee
Chemist
Regional Inspectorate for Health Protection
Hoogte Kadijk 401
1018 BK Amsterdam, Netherlands
tel: +31 20 524 4600
fax: +31 20 524 4700
e-mail: henk.van.der.schee@vwa.nl

NEW ZEALAND NOUVELLE ZÉALANDE NUEVA ZELANDA

Mr. Phil Fawcett
Programme Manager
New Zealand Food Safety Authority
P.O. Box 2835
Wellington, New Zealand
tel: +64 4 463 2656
fax: +64 4 463 2675
e-mail: phil.fawcett@nzfsa.govt.nz

Mr. Roger Kissling
 Statistician
 Fonterra Hautapu
 Private Bag 885
 Cambridge, New Zealand
 tel: +64 7 823 3706
 fax: +64 7 827 9698
 e-mail: roger.kissling@fonterra.com

NORWAY/NORVÉGE/NORUEGA

Ms. Astrid Nordbotten
 Adviser
 Norwegian Food Safety Authority –
 Regional Office As
 P.O: Box 383
 2381 Brumunddal, Norway
 tel: +47 6494 4330
 e-mail: asnor@mattilsynet.no

Mrs. Marianne T. Werner
 Reserach Scientist
 National Veterinary Institute
 P.O: Box 8156
 0033 Oslo, Norway
 tel: +47 2321 6221
 fax: +47 2321 6201
 e-mail: marianne.werner@vetinst.no

PAKISTAN

Mr. Khalid Durrani
 Chargé d'Affaires
 Embassy of Pakistan
 1125 Budapest
 Adonisz u. 3/A
 Hungary
 tel: +36 1 355-8017
 fax: +36 1 375-1402
 parepbudapest@axelero.hu

Ms. Mária Szigetvári
 Assistant
 Embassy of Pakistan
 1125 Budapest
 Adonisz u. 3/A
 Hungary
 tel: +36 1 355-8017
 fax: +36 1 375-1402
 parepbudapest@axelero.hu

PHILIPPINES/FILIPINAS

Ms. Agnes Collado
 Manager
 Agro-Industrial Research Laboratory
 Sugar Regulatory Administration
 Philippines
 tel: +632 9264 878
 fax: +632 9264 878
 e-mail: agcollado@yahoo.com

POLAND/POLOGNE/POLONIA

Ms. Barbara Niewiarowicz
 Chief of Central Laboratory
 Agricultural and Food Quality Inspection
 ul. Reymonta 11-13
 60-791 Poznan, Poland
 tel: +48 61 867 9034
 fax: +48 61 867 9019
 e-mail: kier@gijhar-s-poznan.com.pl

SINGAPORE/SINGAPOUR/SINGAPUR

Mr. Mohamed Sah Redha Bin Hamzah
 Scientific Officer
 Health Sciences Authority
 11 Outram Road
 169078 Singapore, Singapore
 tel: +65 62130735
 fax: +65 62130839
 e-mail: Mohamed_Sah_Redha_Hamzah@hsa.gov.sg

SLOVAK REPUBLIC REPUBLIQUE DE SLOVAQUIE REPUBLICA DE ESLOVAQUIA

Mr. Ľubomir Daško
 Food Research Institute
 Priemysellia 4
 824 75 Bratislava, Slovakia
 tel: +421 2 502 37141
 fax: +421 2 555 71514
 e-mail: dasko@vup.sk

SPAIN/ESPAGNE/ESPANA

Dr. Pedro A. Burdaspal Pérez
 Jefe del Area Quimica del Centro Nacional de
 Alimentación
 Agencia Española de Seguridad Alimentaria
 Carretera de Majadahonda a Pozuelo
 28220 Majadahonda, Madrid, Spain
 tel: +34 91 509 7931
 fax: +34 91 509 7926
 e-mail: pburdas@isciii.es

Dr. Elia de la Hera Marcias
 Jefe del Servicio
 Técnicas Instrumentales del Centro de Investigación y
 Control de la Calidad Subdirección General
 Avenida de Cantabria s/n
 28042 Madrid, Spain
 tel: +34 91 747 1500
 fax: +34 91 747 9517
 e-mail: elia.hera@consumo-inc.es

Dr. José Ramón García Hierro
 Director Adjunto
 Laboratorio Arbitral-Agroalimentario de la Subdirección
 General de Control de la Calidad Alimentaria
 Carretera de la Coruña km 10,7
 28023 Madrid, Spain
 tel: +34 91 347 4965
 fax: +34 91 347 4968
 e-mail: joseramon.garcia@mapya.es

SUDAN/SOUDAN

Mr. Abdel Latif Ahmed Mohamed
Scientific Researcher
Food Quality Control H.D
National Chemical Laboratories,
Ministry of Health
P.O. Box 287
Khartoum, Sudan
tel: +249-11-779789
fax: +249-11-795164
e-mail: satti10@hotmail.com

SWEDEN/SUÉDE/SUEICA

Mrs. Eva Rolfsson Lönberg
Codex Coordinator For Sweden
National Food Administration
P.O. Box 622
SE-751 26 Uppsala, Sweden
tel: +46 1817 5547
fax: +46 1810 5848
e-mail: evlo@slv.se

Dr. Ulla Edberg
Head of Chemistry Division 2
National Food Administration
P.O. Box 622
SE-751 26 Uppsala, Sweden
tel: +46 1817 5060 96
fax: +46 1810 5848
e-mail: uled@slv.se

SWITZERLAND/SUISSE/SUIZA

Dr. Gérard Gremaud
Collaborateur Scientifique
Office Fédéral de la Santé Publique
Sûreté alimentaire
Schwarzenburgstrasse 15
3003 Bern, Switzerland
tel: +41 31 322 95 56
fax: +41 31 322 95 74
e-mail: gerard.gremaud@bag.admin.ch

Mr. Pierre Venetz
Nestec Ltd. - Nestlé Research Center
Quality and Safety Department
P.O. box 44
1000 Lausanne 26, Switzerland
tel: +41 21 785 8144
fax: +41 21 785 8553
e-mail: pierre.venetz@rdls.nestle.com

THAILAND/THAILANDE/TAIANDIA

Mrs. Sasitorn Kanarat
Director of Veterinary Public Health Laboratory
Bureau of Quality Control of Livestock Products
Department of Livestock Development
Tivanont Rd, Bang-Kadi
Pathumtani 12000, Thailand
tel: +662 963 9215
fax: +662 963 9215
e-mail: skanarat@hotmail.com; s_kanarat@yahoo.com

Ms. Suwimon Keerativiriyaporn
Food Technologist
Samutsakorn Fish Inspection Center
P.O. Box 39. Aumphur Muang
74000 Samutsakorn, Thailand
e-mail: suwimonk@ji-net.com

Mrs. Orawan Kaewprakaisangkul
Director of Lab Service Dept.
National Food Institute
2008 Jaransanitwong 40 BangPlad
10700 Bangkok, Thailand
tel: +662 886 8088
fax: +662 8835021
e-mail: orawan@nfi.or.th

Dr. Chutima Waisarayutt
Kasetsart University
Division of Agro-Industry Technology Management
Faculty of Agro-Industry
50 Praholyothin Rd. Jatujak
10900 Bangkok, Thailand
tel: +662 562 5093
fax: +662 562 5092
e-mail: chutima.w@ku.ac.th

Ms. Paveena Pinkaew
Standards Officer
Office of Commodity and System Standards
National Bureau of Agricultural Commodity and Food
Standards
Ministry of Agriculture and Cooperatives
Rajadamnern Nok. Av.
Bangkok 10200, Thailand
tel: +662 280 3883
fax: +662 280 3899
e-mail: paveena@acfs.go.th

**UNITED KINGDOM/ROYAUME-UNI
REINO UNIDO**

Dr. Roger Wood
Food Standards Agency
c/o Institute of Food Research
NR4 7UA Norwich, Colney, UK
tel: +44 1603 255231
fax: +44 1603 507723
e-mail: roger.wood@foodstandards.gsi.gov.uk

Mr. Braxton Reynolds
Tickle & Reynolds,
Public Analyst's Laboratory
83 Heavitree Road
EX1 2ND Exeter
tel: +44 1392 272836
fax: +44 1392 422691
e-mail: ebr@tandr.freeserve.co.uk

**UNITED STATES OF AMERICA
ETATS-UNIS D'AMERIQUE
ESTADOS UNIDOS DE AMÉRICA**

Dr. Gregory Diachenko
Director
Division of Chemistry Research and Environmental
Review
Center for Food Safety and Applied Nutrition Food and
Drug Administration
College Park, MD 20740
5100 Paint Branch Parkway (HFS-245), USA
tel: +1 301 436 1898
fax: +1 301 436 2634
e-mail: gdiachen@cfsan.fda.gov

Dr. Don Kendall
Chief, Biotechnology Branch
U.S. Department of Agriculture
Grain Inspection, Packers and Stockyards
Administration
10383 North Ambassador Drive
64153 Kansas City, USA
tel: +1 816 891 0463
fax: +1 816 891 0478
e-mail: donald.c.kendall@usda.gov

Mr. Syed Ali
Staff Office
U.S. Department of Agriculture
Room 4861-South Building
20250-3700 Washington DC, USA
tel: +1 202 205 0574
fax: +1 202 720-3157
e-mail: syed.ali@usda.gov

Dr. Michael Sussman
Molecular Biologist
U.S. Department of Agriculture
National Science Laboratory Agriculture Marketing
Service
801 Summit Crossing Place, Suite B
28054 Gastonia NC, USA
tel: +1 704 867 3873
fax: +1 704 853 2800
e-mail: michael.sussman@usda.gov

Ms. Anne Bridges R.
Senior Technology Leader
General Mills Inc.
9000 Plymouth Ave North
55427 Minneapolis, USA
tel: +1 763 764 3712
fax: +1 763 764 4398
e-mail: anne.bridges@genmills.com

Dr. Randal Giroux
Scientific Lead, Corporate Agricultural Biotechnology
Cargill Scientific Resources
2301 Crosby Road
MN 55391 Wayzata, USA
tel: +1 952 742 3325
fax: +1 952 742 4925
e-mail: randal_giroux@cargill.com

Dr. I-Pin Ho
Senior Scientist
National Food Processor Association
1350 I, NW, Suite 300
20005 Washington, USA
tel: +1 202 639 5977
fax: +1 202 639 5991
e-mail: iho@nfpa-food.org

Dr. Emilio J. Esteban
Laboratory Director
USDA,FSIS,OPHS Western Laboratory
620 Central Avenue Bldg 2A
94501 Alameda, USA
tel: +1 510 337 5030
fax: +1 510 337 5036
e-mail: emilio.esteban@fsis.usda.gov

VIETNAM

Mr. Pham Van Hung
Deputy Director of Nafiqaved Branch VI Ministry of
Fisheries
386C Cach Mang Thang 8 St. Bin
Can Tho, Vietnam
tel: +84 71 886789
fax: +84 71 884697
e-mail: tivhung@hom.vnn.vn

**INTERNATIONAL ORGANIZATIONS
ORGANIZATIONS INTERNATIONALES
ORGANIZACIONES INTERNACIONALES**

**ASSOCIATION OF AMERICAN FEED CONTROL
OFFICIALS (AAFCO)**

Dr. Alan R Hanks
Purdue University
175 South University Street
47907-2063 West Lafayette, Indiana, USA
tel: +1 765 494 1492
fax: +1 765 494 4331
e-mail: hanksa@purdue.edu

AOAC INTERNATIONAL

Ms. Anita Mishra
Principal Scientific Liaison,
Government and Industry
481 N. Frederick Ave. Suite500
20877 Gaithersburg, USA
tel: +1 301 924 7077
fax: +1 301 924 7089
e-mail: amishra@aoac.org

AOCS

Dr. Richard Cantrill
Technical Director
2211 W. Bradley Ave
IL 61821 Champaign, USA
tel: +1 217 359 2344
fax: +1 217 351 8091
e-mail: Richard.Cantrill@aoacs.org

Dr. Ray Shillito
 Manager, External Technical Services, Americas
 Biotechnology Support
 Bayer CropScience
 2 TW Alexander Drive
 NC 27709
 USA
 tel: +1 919 549 2210
 fax: +1 919 549 3907
 e-mail: ray.shillito@bayercropscience.com

ASSOCIATION OF EUROPEAN COELIAC SOCIETIES (AOECS)

Ms. Hertha Deutsch
 Codex and Labelling Affairs
 Anton Baumgartner Strasse 44/C 5/2302
 A-1230 Vienna, Austria
 tel: +43-1-6671 887
 fax: +43-1-6671 887
 e-mail: hertha.deutsch@utanet.com

BIO

Dr. Janet Collins
 Global Regulatory Leader
 Monsanto Corporation
 600 13th Street NW, Suite 600
 20005 Washington DC, USA
 tel: +1 202 383 2861
 fax: +1 202 783 1924
 e-mail: janet.e.collins@monsanto.com

COCOA PRODUCERS' ALLIANCE (COPAL)

Nanga Paul Coulibaly
 Head of Scientific Department
 Cocoa Producers' Alliance
 National Assembly Complex, TBS
 P.O. Box 1718 Lagos
 Nigeria
 tel: +234 1 263 5574
 fax: +234 1 263 5684
 e-mail: copal@alpha.linkserve.com

CROPLIFE INTERNATIONAL

Mr. Michael Leader
 CropLife International
 143 Avenue Louise
 1050 Brussels
 Belgium
 tel: +32 2 541 1666
 fax: +32 2 542 0419
 e-mail: michael@croplife.org

Dr. Markus Lipp
 Monsanto Company
 800 N. Lindbergh Blvd. 03C
 103141 St. Louis Mo, USA
 tel: +1 314 1094 8644
 fax: +1 314 1094 5925
 e-mail: markus.lipp@monsanto.com

EUROPABIO

Dr. Dirk Klonus
 Europabio
 Postfach 80 03 20
 65926 Frankfurt/Main 80
 Germany
 tel: +49 69 30 51 47 58
 e-mail: dirk.klonus@bayercropscience.com

INTERNATIONAL DIARY FEDERATION (IDF)

Mr. Edward Hopkin
 Director General
 Diamant Building
 80, Boulevard Auguste Reyers
 1030 Brussels
 Belgium
 tel: +32 2 73 398 88
 fax: +32 2 73 304 13
 e-mail: ehopkin@fil-idf.org

INTERNATIONAL VINE AND WINE OFFICE (OIV)

Mr. Jean-Claude Ruf
 OIV Unité "Oenologie, Nutrition et Santé, Méthodes d'Analyse"
 18, rue d'Aguesseau
 75008 Paris, France
 tel: +33 1 4494 8094
 fax: +33 1 4266 9063
 e-mail: jruf@oiv.int

Mr. Alain Blaise
 Centre de Formation et de la Recherche en Oenologie
 Faculté de Pharmacie Université Montpellier I
 15 Avenue Charles Flahault
 34093 Montpellier Cedex 5, France
 tel: +33 467 54 86 71
 fax: +33 467 54 86 86
 e-mail: ablaise@pharma.univ-montp1.fr

Mrs. Mary Kelly
 Centre de Formation et de la Recherche en Oenologie
 Faculté de Pharmacie Université Montpellier I
 15 Avenue Charles Flahault
 34093 Montpellier Cedex 5, France
 tel: +33 467 54 86 77
 fax: +33 467 54 86 86
 e-mail: mkelly@univ-montp1.fr

INSTITUTE OF FOOD TECHNOLOGISTS (IFT)

Dr. S. Suzanne Nielsen
 Purdue University
 Professor and Chair
 Department of Food Science
 745 Agriculture Mall Dr.
 47907 2009 West LaFayette, IN, USA
 tel: +1 765 494 8256
 fax: +1 765 494 7953
 e-mail: nielsens@purdue.edu

**INTERNATIONAL ORGANIZATION OF
STANDARDIZATION (ISO)**

Dr. Martha Petró-Turza
Secretary of ISO/TC 34
Magyar Szabványügyi Testület
Üllői út 25
1450 Budapest
Hungary
tel: +36 1 456 6800
fax: +36 1 456 6823
e-mail: o.petro@mszt.hu

**NORDIC COMMITTEE ON FOOD ANALYSIS
(NMKL)**

Mrs. Hilde Skaar Norli
Secretary General
National Veterinary Institute
P.O. Box 8150 Dep.,
N-0033 Oslo
Norway
tel: +47 6487 0046
fax: +47 2321 6202
e-mail: nmkl@vetinst.no

**WGPAT (WORKING GROUP ON PROLAMIN
ANALYSIS AND TOXICITY)**

Prof. Martin Stern
University Children's Hospital
Hoppe-Seyler str 3.
72076 Tübinge
Germany
tel: +4970 71 2983 781
fax: +49 70 7129 5477
e-mail: martin.stern@med.uni-tuebingen.de

Prof. Enrique Méndez
Scientific Research
Centro Nacional de Biotecnología
Canto Blanco
28049 Madrid
Spain
tel: +34 91 585 4842
fax: +34 91 585 4506
e-mail: emendez@cnb.uam.es

FAO

**FAO SUB-REGIONAL OFFICE FOR CENTRAL
AND EASTERN EUROPE
(FAO-SEUR)**

Mr. Michael Canon
Food Standards and Nutrition Officer
Benczur u. 34.
1068 Budapest
tel: +36 1 461 2021
fax: +36 1 351 2079
e-mail: michael.canon@fao.org

JOINT FAO/WHO SECRETARIAT

Dr. Selma Doyran
Food Standards Officer
Joint FAO/WHO Food Standards Programme
Food and Nutrition Division, FAO
Viale delle Terme di Caracalla, 00100 Rome
Italy
tel: +39 06 570 55826
fax: +39 06 570 54593
e-mail: selma.doyran@fao.org

Dr. Jeronimas Maskeliunas
Food Standards Officer
Food and Agricultural Organization of the United Nations
Joint FAO/WHO Food Standards Programme
Viale delle Terme di Caracalla, 00100 Rome
Italy
tel: +39 06 570 53967
fax: +39 06 570 54593
e-mail: jeronimas.maskeliunas@fao.org

Dr. Anne Breton
Associate Professional Officer
Joint FAO/WHO Food Standards Programme
Food and Nutrition Division, FAO
Viale delle Terme di Caracalla, 00100 Rome
Italy
tel: +39 06 570 56210
fax: +39 06 570 54593
e-mail: anne.breton@fao.org

PROPOSITION D'AMENDEMENTS AU MANUEL DE PROCÉDURE

1. CRITÈRES GÉNÉRAUX RÉGISSANT LE CHOIX DES MÉTHODES D'ANALYSE VALIDÉES PAR UN SEUL LABORATOIRE (À INSÉRER APRÈS LES CRITÈRES GÉNÉRAUX)

Des méthodes validées interlaboratoires ne sont pas toujours disponibles ou applicables, en particulier dans le cas de méthodes multianalytes/multisubstrats ou de nouveaux analytes. Les critères à utiliser pour choisir une méthode sont inclus dans les Critères généraux régissant le choix des méthodes d'analyse. En outre, les méthodes validées par un seul laboratoire doivent répondre aux critères ci-après:

- i) la méthode est validée en conformité avec un protocole reconnu sur le plan international (par exemple, ceux mentionnés dans les Directives harmonisées UICPA pour la validation des méthodes d'analyse par un seul laboratoire)
- ii) l'utilisation de la méthode est intégrée dans un système de qualité en conformité avec la norme ISO/IEC 17025:1999 ou les principes de bonnes pratiques de laboratoire de l'OCDE.

La méthode devrait être complétée par des informations sur la précision démontrée par exemple avec:

- une participation régulière aux essais d'aptitude, chaque fois que possible;
- un étalonnage utilisant des matériels de référence certifiés, le cas échéant;
- des études de la récupération effectuées à la concentration prévue des analytes;
- la vérification des résultats avec une autre méthode validée, chaque fois que possible.

2. Directives pour l'introduction de dispositions particulières dans les normes Codex et textes apparentés

Principes pour l'élaboration des méthodes d'analyse du Codex

AMENDEMENTS À LA TERMINOLOGIE ANALYTIQUE UTILISÉE PAR LE CODEX

Spécificité: supprimée

Sélectivité: la sélectivité est la capacité d'une méthode à déterminer un ou des analyte(s) particulier(s) dans des mélanges ou des matrices sans interférences d'autres composants ayant le même comportement.

Sélectivité est le terme recommandé en chimie analytique pour exprimer la capacité d'une méthode individuelle à déterminer le ou les analyte(s) en présence d'interférences d'autres composants. La sélectivité peut être graduée. L'utilisation du terme « spécificité » pour le même concept doit être découragée car elle crée souvent une confusion.

Exactitude (en tant que concept) et exactitude (en tant que statistique): à remplacer par la définition suivante:

Exactitude: étroitesse de l'accord entre un résultat d'essai et la valeur de référence acceptée.

Remarque:

Le terme exactitude, lorsqu'il est appliqué à une série de résultats d'essais, implique une combinaison de composantes aléatoires et d'une erreur systématique commune ou élément de biais.

Justesse: étroitesse de l'accord entre la valeur moyenne obtenue à partir d'une série de résultats d'essais et la valeur de référence acceptée.

Remarques:

- 1 La mesure de la justesse est habituellement exprimée en termes de biais.
- 2 La justesse a été aussi appelée « exactitude de la moyenne ». Cette utilisation est déconseillée.

TERMES POUVANT ETRE UTILISES DANS LA DEMARCHE-CRITERES

Sélectivité: la sélectivité est la capacité d'une méthode à déterminer un ou des analyte(s) particulier(s) dans des mélanges ou des matrices sans interférences d'autres composants ayant le même comportement.

La sélectivité est le terme recommandé en chimie analytique pour exprimer la capacité d'une méthode individuelle à déterminer le ou les analyte(s) en présence d'interférences d'autres composants. La sélectivité peut être graduée. L'utilisation du terme « spécificité » pour le même concept doit être découragée car elle crée souvent une confusion.

PROJET DE DIRECTIVES SUR L'ÉCHANTILLONNAGE
(à l'étape 8 de la procédure)

PREAMBULE :	33
A CONTROLER PAR PLAN AUX MESURES* (VOIR SECTION 5.1)	35
A CONTROLER PAR PLAN AUX ATTRIBUTS (VOIR SECTION 2.5.1.1. ET 3.1)	35
SECTION 1. OBJET DES LIGNES DIRECTRICES DU CODEX SUR L'ECHANTILLONNAGE	36
1.1 OBJET.....	36
1.2 DESTINATAIRES DES LIGNES DIRECTRICES	36
1.3 UTILISATEURS DES PLANS D'ECHANTILLONNAGE RECOMMANDES PAR LES LIGNES DIRECTRICES.....	36
1.4 CHAMP D'APPLICATION DES DIRECTIVES	36
TABLEAU 1: GUIDE POUR CHOISIR DES PLANS D'ECHANTILLONNAGE DE LOTS HOMOGENES	38
1.5 LIENS DU DOCUMENT AVEC LES NORMES GENERALES SUR L'ECHANTILLONNAGE ISO	39
SECTION 2: PRINCIPALES NOTIONS D'ECHANTILLONNAGE	40
2.1 INTRODUCTION	40
2.1.1 <i>Présentation de la section</i>	40
2.1.2 <i>Généralités</i>	40
2.2 EXPRESSIONS ET NOTIONS COURAMMENT UTILISEES.....	42
2.2.1 <i>LE LOT</i>	42
2.2.2 <i>la livraison</i>	42
2.2.3 <i>l'ECHANTILLON (échantillon représentatif)</i>	42
2.2.4 <i>ECHANTILLONNAGE</i>	43
2.2.5 <i>ERREUR TotalE d'estimation</i>	43
2.2.6 <i>ERREUR D'ECHANTILLONNAGE</i>	43
2.2.7 <i>INDIVIDU, PRELEVEMENT ELEMENTAIRE DANS UNE MARCHANDISE INDIVIDUALISABLE</i>	43
2.2.8 <i>plan D'ECHANTILLONNAGE</i>	44
2.2.9 <i>Le caractère</i>	44
2.2.10 <i>Homogénéité</i>	44
2.2.11 <i>Défauts (non conformes) et non conformes critiques</i>	45
2.2.12 <i>COURBE d'EFFICACITE</i>	45
2.2.13 <i>Risque du fournisseur et risque du consommateur</i>	45
2.2.14 <i>Le niveau de qualité acceptable (NQA) et le niveau de qualité limite (QL)</i>	46
2.2.15 <i>Autorité responsable</i>	47
2.2.16 <i>Niveau de contrôle ET REGLES DE PERMUTATION</i>	48
2.2.17 <i>Critère d'acceptation</i>	48
2.2.18 <i>Taille du lot et taille de l'échantillon</i>	48
2.3 TECHNIQUES D'ECHANTILLONNAGE.....	49
2.3.1 <i>GENERALITES</i>	49
2.3.2 <i>Emploi d'agents d'échantillonnage</i>	50
2.3.3 <i>Matériel à échantillonner</i>	50
2.3.4 <i>ECHANTILLONNAGE REPRESENTATIF</i>	50
2.3.5 <i>PREPARATION D'EchantillonS</i>	51
2.3.6 <i>Emballage et transmission des échantillons de laboratoire</i>	52
2.3.7 <i>Rapports D'ECHANTILLONNAGE</i>	52
2.4 <i>ERREURS D'ESTIMATION</i>	52
2.5 <i>TYPES DE PLANS D'ECHANTILLONNAGE SIMPLE</i>	53
2.5.1 <i>Plans d'échantillonnage simple pour contrôles du pourcentage d'individus non conforme,</i>	53

2.5.2 Plans d'échantillonnage à critère d'acceptation zéro	64
2.5.3 Plans d'échantillonnage pour contrôles de non conformités critiques	64
SECTION 2.6 COUT DE L'ÉCHANTILLONNAGE	65
SECTION 3: LE CHOIX DE PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE POUR DES LOTS UNIQUES OU ISOLES FAISANT L'OBJET D'UN COMMERCE INTERNATIONAL	66
3.1 REGLES D'ÉCHANTILLONNAGE POUR LES CONTROLES PAR ATTRIBUTS: PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE POUR LES CONTROLES DE LOTS ISOLES, INDEXES D'APRES LA QUALITE LIMITE	66
3.1.1 Procédure A: Producteur et consommateur considèrent le lot isolément.....	67
3.1.2 Procédure B: le producteur considère que le lot est un élément d'une série continue; le consommateur considère le lot isolément.....	67
3.2 PLANS PAR ATTRIBUTS A DEUX ET TROIS CLASSES POUR LES EVALUATIONS MICROBIOLOGIQUES (VOIR. 6.1)	68
3.2.1 Plans par attributs à deux classes.....	68
3.2.2 Plans par attributs à trois classes	69
3.2.3 Application des plans par attributs à deux et trois classes	71
3.3 PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE POUR CONTROLE D'UNE TENEUR MOYENNE (ECART-TYPE INCONNU).....	73
SECTION 4: CHOIX DE PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE POUR UNE SERIE CONTINUE DE LOTS PROVENANT D'UNE SOURCE UNIQUE.....	74
4.1 PRESENTATION	74
4.2 PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE SIMPLE DU CONTROLE DU POURCENTAGE DE DEFECTUEUX PAR ATTRIBUTS, RECOMMANDES	77
4.2.1 Généralités.....	77
4.2.2 PLANS AUX ATTRIBUTS RECOMMANDES.....	77
4.3. PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE SIMPLE DU CONTROLE DU POURCENTAGE DE DEFECTUEUX PAR MESURES, RECOMMANDES.....	84
4.3.1 GENERALITES	84
4.3.2 PLANS d'Échantillonnage PAR MESURES, recommandés methode S.....	85
TABLE 14: PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE AUX MESURES, ECART-TYPE INCONNU	87
4.3.3 PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE PAR MESURES RECOMMANDES Méthode σ	95
TABLEAU 17. PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE AUX MESURES, ECART-TYPE CONNU	96
4.3.4 Règles et Procédures de passage entre les niveaux de contrôle (article 19 de la norme ISO 3951:1989).....	103
4.4 PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE SIMPLE POUR CONTRÔLES D'UNE VALEUR MOYENNE	103
4.4.1 ECART-TYPE INCONNU	103
4.4.2 ECART-TYPE CONNU	105
SECTION 5: CHOIX DE PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE POUR LE CONTRÔLE PAR MESURE DES MATÉRIAUX EN VRAC : ECART-TYPE CONNU	106
5.1 GENERALITES	106
5.2 PROCEDURES D'ÉCHANTILLONNAGE NORMALISEES POUR LE CONTROLE DE LOTS INDIVIDUELS	107
SECTION 6: RÉFÉRENCES.....	109

PREAMBULE :

OBJECTIFS

Les normes alimentaires du Codex ont pour objectifs de protéger la santé des consommateurs et d'assurer des pratiques loyales dans le commerce des denrées alimentaires.

Les méthodes Codex d'échantillonnage sont conçues de façon à assurer que des pratiques d'échantillonnage loyales et valides sont utilisées pour vérifier la conformité d'une denrée alimentaire à une norme spécifique produit du Codex. Les méthodes sont destinées à être utilisées au niveau international pour éviter ou supprimer des difficultés qui pourraient naître d'approches légales, administratives et techniques divergentes en matière d'échantillonnage ainsi que de l'interprétation divergente des résultats d'analyse en relation avec des lots ou des livraisons de denrées alimentaires, au regard des dispositions correspondantes de la norme codex applicable.

Les présentes lignes directrices ont été élaborées afin de faciliter la mise en œuvre de ces objectifs par les Comités produits du Codex, les gouvernements et autres utilisateurs.

RECOMMANDATIONS DE BASE POUR LA SELECTION DE PLANS D'ECHANTILLONNAGE DU CODEX

Les recommandations qui suivent représentent un pré-requis à l'utilisation de ces lignes directrices. Elles sont destinés d'une part à faciliter le choix de plans d'échantillonnage du Codex, et d'autre part à suivre une approche systématique pour ce choix .

Les dispositions qui suivent énumèrent les aspects essentiels que les Comités produits du Codex, les gouvernements et autres utilisateurs devraient prendre en compte pour le choix des plans d'échantillonnage appropriés, lors de la fixation de spécifications¹

1° Existence ou non de références internationales sur l'échantillonnage des produits concernés

2° Nature du contrôle :

- caractère applicable à chaque individu du lot
- caractère applicable au lot entier (approche statistique)

3° Nature du caractère à contrôler

- caractère qualitatif (présence ou absence du caractère contrôlé, ou caractère bon ou mauvais après une mesure sur l'unité de prélèvement, exemple : présence ou absence d'un microorganisme pathogène)
- caractère quantitatif (caractère mesuré sur une échelle continue, exemple : caractère de composition)

4° Choix du niveau de qualité (NQA ou QL)

- en conformité avec les principes du manuel de procédures Codex et en fonction du type de risque (non conformité critique ou non critique)

¹ Voir également "Principes pour l'établissement ou le choix de procédures d'échantillonnage du Codex : Instructions générales pour le choix de méthodes d'échantillonnage" dans le manuel de procédure du Codex Alimentarius.

5° Nature du lot

- Produits préemballés ou en vrac
- Effectif du lot
- Nature de la distribution dans le lot du caractère contrôlé, Homogénéité dans le lot de cette distribution

6° Composition de l'échantillon

- échantillon composé d'une seule unité
- échantillon composé de plus d'une unité (y compris les échantillons composites)

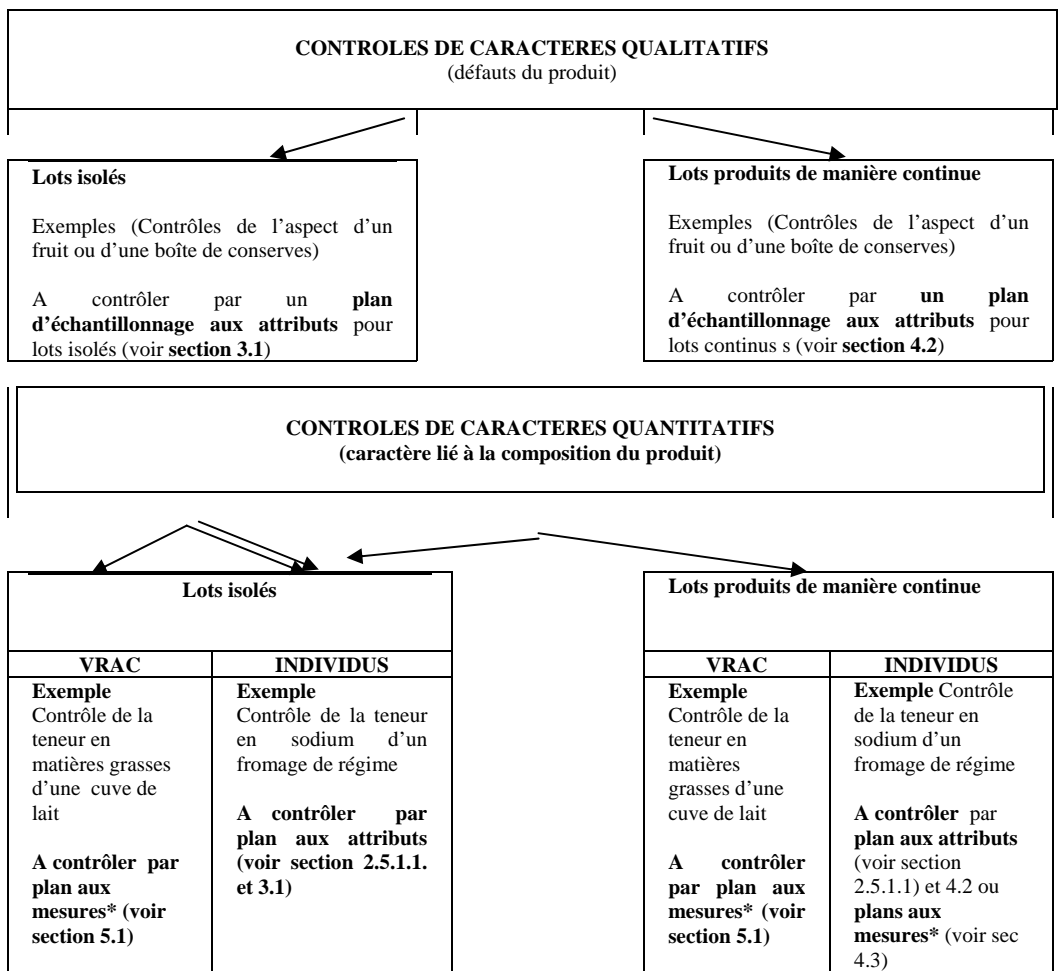
7° Choix du type de plans d'échantillonnage

- Plans d'échantillonnage avec critères d'acceptation pour contrôle statistique de la qualité
 - pour le contrôle d'une teneur moyenne de la caractéristique
 - pour le contrôle du pourcentage d'individus défectueux d'un lot
 - dénombrement et définition des individus non conformes dans l'échantillon (plan aux attributs)
 - comparaison de la moyenne d'échantillon à une expression algébrique (plan aux mesures)
- Plans d'échantillonnage pragmatique ou empirique²

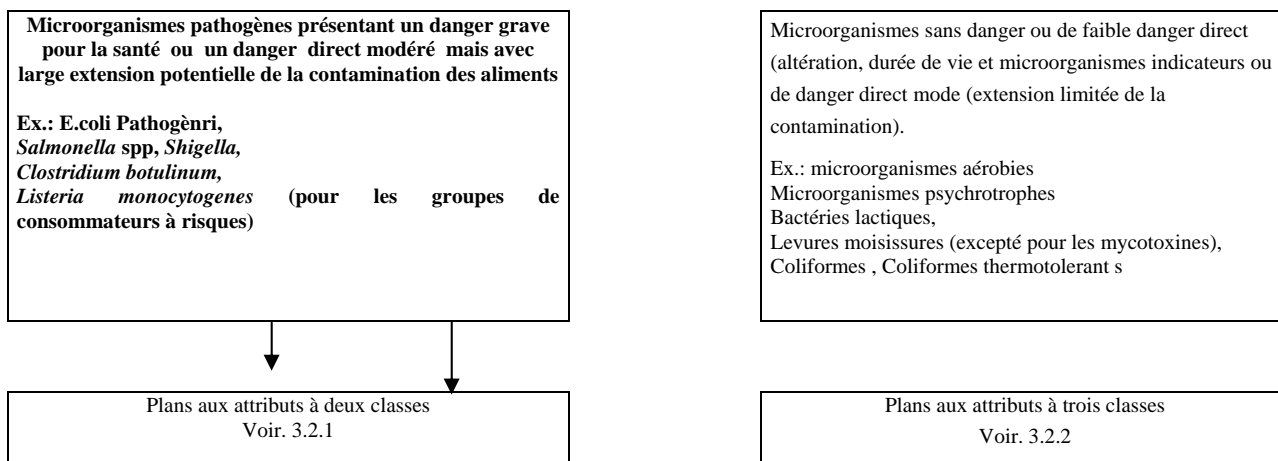
Les deux diagrammes des pages suivantes résument une approche systématique pour le choix d'un plan d'échantillonnage. Ils font référence aux sections appropriées dans le document et ne traitent pas de l'échantillonnage de lots en vrac hétérogènes.

² Non couverts par ces lignes directrices. De tels échantillonnages pragmatiques ont été utilisés par le Codex, par exemple, vérification de la conformité avec des limites maximales de résidus pour les pesticides et les médicaments vétérinaires.

DIAGRAMMES POUR CARACTERISTIQUES PHYSICOCHIMIQUES



DIAGRAMMES POUR CARACTERES MICROBIOLOGIQUES



* La distribution des valeurs de la grandeur mesurée doit être normale.

8° Règles de décision pour l'acceptation ou le rejet de lot.
Voir les références appropriées dans les sections 3, 4, ou 5.

SECTION 1. OBJET DES LIGNES DIRECTRICES DU CODEX SUR L'ÉCHANTILLONNAGE

1.1 OBJET

Des plans d'échantillonnage sont nécessaires pour garantir que des procédures objectives et valables sont utilisées lorsque des aliments sont l'objet de contrôles de conformité à une norme Codex de produits.

Il existe de nombreux plans d'échantillonnage, souvent complexes, l'objet des présentes directives est d'aider les responsables de l'échantillonnage à choisir des plans d'échantillonnage en vue du contrôle statistique de spécifications fixées par les normes Codex.

Aucun plan d'échantillonnage ne peut naturellement garantir l'absence d'individus non conformes dans un lot. Ils sont cependant utiles pour garantir un niveau de qualité acceptable.

Le présent document expose les principes élémentaires du contrôle statistique de réception qui complètent les recommandations de base du préambule.

1.2 DESTINATAIRES DES LIGNES DIRECTRICES

Ces lignes directrices sont d'abord destinées aux Comités de produits du Codex qui choisissent parmi les plans recommandés en sections 3, 4, 5, ceux qui, au moment de la rédaction d'une norme produit, leur paraissent le plus appropriés aux contrôles à effectuer. Elles peuvent être également utilisées, le cas échéant, par les gouvernements en cas de litiges dans le commerce international.

Les Comités de produits du Codex, les gouvernements et autres utilisateurs, devraient disposer des experts techniques compétents et nécessaires pour une bonne utilisation de ces lignes directrices, notamment pour la sélection de plans d'échantillonnage approprié.

1.3 UTILISATEURS DES PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE RECOMMANDÉS PAR LES LIGNES DIRECTRICES

Les plans d'échantillonnage décrits dans ces lignes directrices peuvent être mis en œuvre, soit par les autorités gouvernementales de contrôle des aliments, soit par les professionnels eux-mêmes (autocontrôles effectués par les producteurs et/ou les distributeurs). Dans ce dernier cas ces lignes directrices permettent aux pouvoirs publics habilités de vérifier la pertinence des plans d'échantillonnage mis en œuvre par les professionnels.

Il est recommandé que les différentes parties concernées par l'échantillonnage s'accordent sur la mise en œuvre d'un même plan d'échantillonnage lors de leur contrôle respectif

1.4 CHAMP D'APPLICATION DES DIRECTIVES

Ces lignes directrices définissent d'abord en section 2 des notions générales relatives à l'échantillonnage de denrées alimentaires, applicables dans toutes les situations. Les sections 3 à 5 couvrent ensuite certaines situations de contrôles statistiques de denrées alimentaires, pour lesquelles certains plans d'échantillonnages ont été sélectionnés.

Les situations d'échantillonnage suivantes sont couvertes uniquement pour le contrôle de denrées homogènes :

- Le contrôle par attributs ou par mesures du pourcentage d'individus non-conformes, pour des denrées en vrac individualisables ou préemballés,
- Le contrôle d'une teneur moyenne.

Ces lignes directrices ne couvrent pas le contrôle :

- des denrées alimentaires non homogènes
- de denrées homogènes pour lesquelles l'erreur de mesure n'est pas négligeable par rapport à l'erreur d'échantillonnage (voir 2,4) , ou de denrées en vrac caractérisées par un caractère qualitatif,
- par plans d'échantillonnage double, multiple ou séquentiel, considérés comme trop complexes dans le cadre de ces lignes directrices.

Les techniques détaillées de prélèvement d'échantillons sortent du champ d'application des présentes directives. Il appartient aux Comités de produit, si nécessaire de les définir.

Ces lignes directrices sont applicables au contrôle à réception et peuvent ne pas être applicables en cours et en fin de chaîne de fabrication.

Le tableau 1 ci-dessous résume les situations couvertes par ces lignes directrices Codex et celles qui sont exclues. Il donne également, lorsque c'est approprié, des références internationales appropriées à certaines des situations non couvertes par ces lignes directrices du Codex.

TABLEAU 1: GUIDE POUR CHOISIR DES PLANS D'ECHANTILLONNAGE DE LOTS HOMOGENES³

	Lots de marchandises en vrac individualisables	Lots constitués d'individus⁴		
	Critères Quantitatifs	Critères Qualitatifs⁵	Critères Quantitatifs	
Contrôles de lots isolés	<p>Contrôles par mesures du pourcentage d'individus non-conformes (Section 5.1)</p> <p>Exemple : teneur en eau d'une cuve de lait</p>	<p>Contrôles par attributs du pourcentage d'individus non-conformes (Section 2.5.1.1)</p> <p>Exemple: contrôles de l'aspect d'un fruit</p> <p>Contrôles microbiologiques (Section 3.1, 3.2)</p> <p>Exemple: contrôle des germes mésophiles aérobies dans les légumes crus. (voir ICMSF standards)</p>	<p>Contrôles par mesures du pourcentage d'individus non-conformes –[Section 4.3.2 (s méthode)]</p> <p>Exemple : Vérifications de la conformité aux normes Codex, de la teneur en graisses d'un lait écrémé</p>	<p>Contrôle d'une teneur moyenne (Sections 3.3 et 4.4)</p> <p>Exemple: Vérification de la conformité de la teneur moyenne d'un lot avec les indications de l'étiquetage (voir aussi ISO 2854-1976, 3494-1976)</p>
Contrôles de lots non isolés	<p>Contrôles par mesures du pourcentage d'individus non-conformes (Section 5.1)</p> <p>Exemple : teneur en eau d'une cuve de lait</p>	<p>Contrôles par attributs du pourcentage d'individus non-conformes (Section 2.5.1.1)</p> <p>Exemple: contrôles de l'aspect d'un fruit</p> <p>Contrôles microbiologiques (Section 3.1, 3.2)</p> <p>Exemple: contrôle des germes mésophiles aérobies dans les légumes crus. (voir ICMSF standards)</p>	<p>Contrôles par mesures du pourcentage d'individus non-conformes –[Section 4.3.3 (σ méthode)]</p> <p>Exemple : Vérifications de la conformité aux normes Codex, de la teneur en graisses d'un lait écrémé</p>	<p>Contrôle d'une teneur moyenne (Sections 3.3 et 4.4)</p> <p>Exemple: Vérification de la conformité de la teneur moyenne en sodium d'un lot avec les exigences réglementaires (voir aussi ISO 2854-1976, 3494-1976).</p>

³ Pour les mesures quantitatives, dans le cas où l'erreur de mesure est négligeable par rapport au procédé de fabrication (voir Section 2.4)

⁴ ou de marchandises individualisables pour contrôles statistiques.

⁵ Les données qualitatives incluent les données quantitatives classées comme des attributs de la caractéristiques contrôlées, par exemple, dépassement ou non d'une valeur limite.

1.5 LIENS DU DOCUMENT AVEC LES NORMES GÉNÉRALES SUR L'ÉCHANTILLONNAGE ISO

Dans le cas de situations de contrôle traitées par le présent document, l'échantillonnage doit suivre les prescriptions des plans d'échantillonnage du présent document, même si ce document fait référence aux normes ISO énumérées ci-dessous, pour la présentation des raisonnements scientifiques et statistiques.

Dans le cas de situations de contrôle non traitées par le présent document et dans le cas où celles-ci seraient l'objet d'une norme générale de l'ISO⁶, il appartient au Comité de produits ou aux gouvernements de s'y référer et de définir les conditions de leur utilisation. Les normes ISO mentionnées ci-dessous sont:

Normes ISO

ISO 2854-1976 Interprétation statistique des données. Techniques d'estimation et Tests portant sur des moyennes et des variances

ISO 2859-0:1995: Règles d'échantillonnage pour les contrôles par attributs, - Partie 0: Introduction au système d'échantillonnage par attributs de la Norme ISO 2859

ISO 2859-1:1989: Règles d'échantillonnage pour les contrôles par attributs - Partie 1: Plans d'échantillonnage pour les contrôles lot par lot, indexés d'après le niveau de qualité acceptable (NQA)

ISO 2859/2-1985: Règles d'échantillonnage pour les contrôles par attributs - Partie 2: Plans d'échantillonnage pour les contrôles de lots isolés, indexés d'après la qualité limite (QL)

ISO 3494-1976 Efficacité des tests portant sur des moyennes et des variances

ISO 3951:1989: Règles et tables d'échantillonnage pour les contrôles par mesures des pourcentages de non conformes

ISO 5725-1 1994 Application de la statistique Exactitude des résultats et méthodes de mesure

ISO 7002-1986 : Produits agricoles et alimentaires-présentation d'une méthode normalisée d'échantillonnage à partir d'un lot

ISO 8423:1991: Plans d'échantillonnage progressif pour le contrôle par mesures des pourcentages de non conformes (écart type connu)

ISO 8422:1991: Plan d'échantillonnage progressif pour le contrôle par attributs

ISO/TR 8550:1994: Guide pour la sélection d'un système, programme ou plan d'échantillonnage en vue d'acceptation, pour le contrôle d'éléments séparés dans des lots

ISO 10725:2000 Plans et procédures d'échantillonnage pour acceptation pour le contrôle des matériaux en vrac

ISO/FDIS 11 648-1 Aspects statistiques de l'échantillonnage des matériaux en vrac. Partie 1 : Principes fondamentaux

⁶ Il existe également des normes ISO sectorielles, spécifiques à certaines denrées alimentaires, (environ 20 à ce jour), auxquelles il est recommandé aux Comités de produits de s'y référer.

ISO/DIS 14 560: Procédures d'échantillonnage pour acceptation par attributs – niveaux de qualité spécifié pour des individus non-conformes par million.

Au moment de la publication des présentes directives , les normes énumérées ci-dessus étaient en vigueur. Toutefois, étant donné que toutes les normes sont sujettes à révision, les parties prenantes des accords fondés sur les présentes directives devraient s'assurer que les éditions les plus récentes des normes sont toujours appliquées.

SECTION 2: PRINCIPALES NOTIONS D'ÉCHANTILLONNAGE

2.1 INTRODUCTION

2.1.1 PRESENTATION DE LA SECTION

Cette section présente:

- le raisonnement et la procédure à suivre avant de prélever dans un lot et de choisir un plan d'échantillonnage (section 2.1.2),
- le vocabulaire et les principales notions utilisées en matière d'échantillonnage (section 2.2), notamment **le principe de la courbe d'efficacité d'un plan d'échantillonnage (cf 2.2.12) et les notions qui lui sont liées de niveau de qualité acceptable, et de niveau de qualité limite (cf 2.2.14)**. Ces notions sont indispensables pour déterminer l'évaluation des risques préalables au choix d'un plan,
- les techniques d'échantillonnage, qui sont des méthodes pour prélever et constituer l'échantillon à analyser (section 2.3);
- les différents types d'erreur associés aux plans d'échantillonnage (section 2.4)
- les types de plans d'échantillonnage fixent la règle de décision à partir des résultats obtenus sur échantillons extraits du lot contrôlé, c'est à dire l'acceptation ou le refus de ce lot après contrôle (section 2.5).
- le principe du contrôle, par échantillonnage simple du pourcentage de défectueux aux attributs (section 2.5.1.1) et aux mesures (section 2.5.1.2), est l'objet d'un développement illustré par les courbes d'efficacité correspondantes et comparées (section 2.5.1.3).
- le choix d'un plan aux attributs ou d'un plan aux mesures est illustré par un diagramme de décision à prendre selon les situations de contrôle rencontrées (section 2.5.1.4).
- un tableau récapitule les avantages et les inconvénients comparés d'un plan aux attributs et d'un plan aux mesures (section 2.5.1.5).

2.1.2 GENERALITES

La plupart des **procédures d'échantillonnage** supposent le choix d'un échantillon (ou de plusieurs échantillons), dans un lot, le contrôle ou l'analyse de l'échantillon, et la décision concernant le lot ("acceptable" ou "non acceptable") selon le résultat du contrôle ou de l'analyse de l'échantillon.

Un plan d'échantillonnage en vue d'acceptation est un ensemble de règles selon lesquelles un lot doit être contrôlé et "jugé". Le plan devra stipuler le nombre d'éléments, choisis de

manière aléatoire dans le lot soumis à contrôle, que comprendra l'échantillon. Une procédure d'échantillonnage qui prévoit la "permutation" (voir Section 2.2.16) entre plans d'échantillonnage est qualifiée de "schéma d'échantillonnage". Un ensemble de plans d'échantillonnage et de schémas d'échantillonnage constitue un "système d'échantillonnage".

Avant d'élaborer un plan d'échantillonnage, ou avant de le faire adopter par le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage, le Comité de produits devrait également indiquer:

- sur quelle *base ont été établis les critères figurant dans la norme Codex* pour le produit en cause, par exemple:
 - si la conformité à la norme est déterminée sur la base d'un pourcentage élevé d'individu dans ce lot;
 - ou d'après la moyenne d'une série d'échantillons prélevés dans le lot, auquel cas il faudrait préciser si une tolérance minimale ou maximale, selon les cas, a été fixée.
- s'il faut accorder une importance différente aux critères énoncés dans les normes. Dans ce cas, il faudrait indiquer quel est le paramètre statistique approprié applicable à chaque critère.

Les instructions relatives au prélèvement d'échantillons devraient indiquer:

- les mesures qu'il convient de prendre pour s'assurer que l'échantillon prélevé est représentatif de la livraison ou du lot. (Si une livraison est constituée de plusieurs lots, des échantillons devraient être prélevés qui sont représentatifs des lots individuels.)
- les échantillons sont à prélever de manière aléatoire ; il est plus probable qu'il reflète ainsi la qualité du lot, mais l'information tirée d'un échantillon peut ne pas être identique à celle de l'ensemble du lot (compte tenu de l'erreur d'échantillonnage)
- la taille et le nombre des individus qui composent l'échantillon prélevé dans le lot ou la livraison.
- les procédures à adopter pour le prélèvement, la manutention et l'enregistrement des échantillons.

Les questions ci-après, complémentaires à celles mentionnées dans l'avant propos doivent être examinées lorsqu'on choisit une procédure d'échantillonnage:

- La loi de distribution des caractères dans la population soumise à l'échantillonnage
- Le coût du plan d'échantillonnage
- Évaluation des risques (voir Section 2.2.11 et 2.2.14): les systèmes de contrôle comprenant des plans d'échantillonnage appropriés, et conçus de manière à garantir l'innocuité des aliments, devraient être gérés sur la base d'une évaluation des risques objective adaptée aux circonstances. Dans la mesure du possible, la méthode d'évaluation des risques employée devra être conforme aux méthodes internationales approuvées et s'appuyer sur les preuves scientifiques actuellement disponibles.

La définition précise d'une procédure d'échantillonnage en vue d'acceptation nécessitera la fixation ou la sélection des éléments ci-après:

- Le caractère à mesurer
- La taille du lot

- Un plan par attributs ou par mesures
- Le niveau de qualité limite (QL), pour des lots isolés; ou le niveau de qualité acceptable (NQA) pour une série continue de lots
- Le niveau de contrôle
- La taille de l'échantillon
- Les critères en vue d'acceptation ou de rejet du lot
- Les procédures à adopter en cas de litige

2.2 EXPRESSIONS ET NOTIONS COURAMMENT UTILISEES

Les définitions du vocabulaire de l'échantillonnage utilisé dans ces directives sont pour la plupart celles spécifiées dans la norme ISO 7002-1986.

Certaines des expressions et des notions les plus couramment utilisées dans l'échantillonnage en vue d'acceptation sont décrites ci-après:

2.2.1 LE LOT

Un lot est une quantité identifiée d'une marchandise déterminée, fabriquée ou produite dans des conditions présumées uniformes.

Pour les marchandises réputées hétérogènes, l'échantillonnage ne peut porter que sur chaque partie homogène du lot. Dans ce cas, l'échantillon final est appelé un échantillon stratifié (voir 2.3.3).

NOTE Une série continue de lots est une série de lots produits, fabriqués ou commercialisés de manière continue et dans des conditions présumées uniformes. Le contrôle d'une série continue de lots ne peut avoir lieu qu'en production ou en fabrication.

2.2.2 LA LIVRAISON

Une livraison est une quantité de marchandises délivrées à un moment déterminé. Elle peut représenter soit une partie d'un lot, soit un ensemble de plusieurs lots, mais dans le cas d'un contrôle statistique, pour l'interprétation des résultats, cette livraison doit être considérée comme un nouveau lot.

- Si la livraison est une partie du lot, pour le contrôle chaque partie est considérée comme un lot.
- Si la livraison est le regroupement de plusieurs lots, avant toute inspection il faut s'assurer du caractère homogène de ce regroupement. Si ce n'était pas le cas un échantillonnage stratifié pourrait être utilisé.

2.2.3 L'ECHANTILLON (ECHANTILLON REPRESENTATIF)

Ensemble composé d'un ou plusieurs individus (ou une fraction de matière) sélectionnés de différentes façons dans une population (ou dans une importante quantité de matière). Il est destiné à fournir une information caractéristique de la population (ou de la matière) étudiée, et

éventuellement à servir de base à une décision concernant cette population ou cette matière ou le procédé qui l'a produite.

Un **échantillon représentatif** est un échantillon dans lequel on retrouve les caractères du lot d'où il provient. C'est notamment le cas lorsque chacun des individus ou des prélèvements élémentaires à choisir dans le lot a la même probabilité de figurer dans l'échantillon (*échantillon aléatoire simple*)

Note : les sections A 11 à A 17 de l'annexe A de la norme ISO 7002 définissent l'échantillon composite l'échantillon de référence, l'échantillon global, l'échantillon pour essai, l'échantillon pour laboratoire, l'échantillon primaire, l'échantillon réduit.

2.2.4 ECHANTILLONNAGE

Procédure utilisée pour tirer ou constituer un échantillon.

Un échantillonnage ponctuel ou un échantillonnage empirique est un échantillonnage qui n'utilise pas les techniques statistiques pour prendre une décision sur le lot contrôlé.

2.2.5 ERREUR TOTALE D'ESTIMATION

Dans l'estimation d'un paramètre l'erreur totale d'estimation est la différence entre la valeur calculée de l'estimateur et la valeur vraie de ce paramètre.

L'erreur totale d'estimation est due :

- erreur d'échantillonnage,
- erreur de mesure,
- arrondissement de valeurs ou la subdivision en classes,
- le biais de l'estimateur,

2.2.6 ERREUR D'ECHANTILLONNAGE

Partie de l'erreur totale d'estimation due, le cas échéant à tout ou partie des paramètres ci-dessous:

- ◆ L'hétérogénéité des caractères contrôlés
- ◆ La nature aléatoire d'un échantillonnage
- ◆ Aux caractéristiques connues et acceptables des plans d'échantillonnage

2.2.7 INDIVIDU, PRELEVEMENT ELEMENTAIRE DANS UNE MARCHANDISE INDIVIDUALISABLE

- a) marchandise individualisable, marchandise qui peut être individualisée en individus (voir b), ou en prélèvement élémentaire (voir c), par exemple :
- un *préemballée*
 - un *réceptacle ou une cuillère contenant une certaine quantité de marchandises déterminées par le plan d'échantillonnage et prélevé dans un lot, par exemple :*
 - un *volume de lait ou de vin conservé dans une cuve*
 - une *quantité de marchandises prélevées sur un tapis roulant ,...*

- b) individu, : *objet réel ou conventionnelle* prélevé en vue de la constitution d'un échantillon *et sur lequel il est possible de faire un certain nombre d'observations* NOTE le terme *unité parfois utilisé est synonyme d'individus*
- c) Le prélèvement élémentaire est la quantité de matière prélevée en une seule fois dans une quantité de matière plus importante

2.2.8 PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE

Marche à suivre planifiée pour choisir, prélever, séparer des échantillons à partir d'un lot, en vue d'obtenir l'information recherchée, de façon qu'une décision sur le lot puisse être prise.

Plus précisément le plan d'échantillonnage définit le nombre d'individus dans l'échantillon et la règle de décision pour évaluer la conformité ou non du lot à la spécification.

2.2.9 LE CARACTERE

Un caractère est une propriété qui aide à identifier, ou à faire la différence, dans les articles d'un lot donné. La différenciation peut être soit quantitative (par mesures) soit qualitative (par attributs). Trois types de caractères, et types associés de plans d'échantillonnage, peuvent être décrits comme suit (cf Tableau 2):

TABLEAU 2 : PLANS A ASSOCIER AUX TYPES DE CARACTERISTIQUES

<i>Type de caractère</i>	<i>Type de plan d'échantillonnage</i>
Défauts du produit (par exemple défauts visuels tels que perte de couleur, erreur de calibrage, matières étrangères, etc.)	Par "attributs" (par exemple comme dans les Plans d'échantillonnage Codex pour les aliments préemballés, CAC/RM 42-1969 ⁷)
Caractères liés à la composition: normalement répartis (par exemple la plupart des caractères de composition déterminés par l'analyse tels que teneur en eau) ou répartis de manière anormale.	Par "mesures avec écart type non connu" pour des caractères répartis de façon normale, et par "attributs" pour des caractères dont la répartition est nettement différente de la normale
Propriétés liées à l'état sanitaire (par exemple évaluation d'une détérioration microbiologique, de risques microbiologiques, de contaminants chimiques présents de manière sporadique, etc.)	Des plans d'échantillonnage spécifiés doivent être proposés en fonction de chaque situation (par exemple les normes FIL 113A:1990 et ICMSF (Section 3.3). On peut utiliser des plans permettant de définir des taux de morbidité dans une population.

2.2.10 HOMOGENEITE

Un lot est **homogène** par rapport à un caractère donné si le caractère est uniformément réparti dans tout le lot⁸ selon une loi de probabilité donnée.

⁷ A sa 22e session (juin 1997), la Commission du Codex Alimentarius a supprimé le système de numérotation CAC/RM.

⁸ Après vérification, *si nécessaire*, par un test statistique approprié de comparaison de deux échantillons non décrit ici [(test paramétrique d'une moyenne ou de la variance du caractère, par exemple Test d'Aspin Welch

NOTE : Un lot homogène pour une caractéristique donnée ne signifie pas que celle-ci a la même valeur dans tout le lot

Un lot est **hétérogène** par rapport à un caractère donné si le caractère n'est **pas** uniformément réparti dans tout le lot. Des unités d'un lot peuvent être homogène pour un caractère mais hétérogènes pour d'autres caractères.

2.2.11 DEFAUTS (NON CONFORMES) ET NON CONFORMES CRITIQUES

Un *défaut (non conforme)* existe dans un individu ou dans un prélèvement élémentaire lorsqu'un ou plusieurs *caractère(s) relatif(s) à la qualité* ne répond(ent) pas à la spécification établie en matière de qualité. Un *article défectueux* présente un ou plusieurs défauts (voir 3.2.3).

La qualité du lot peut être appréciée (voir aussi section 2.2.7, pour la définition d'un individu) en termes de *pourcentage maximal admissible d'éléments défectueux* ou le *nombre maximal de défauts (non conformes) pour cent unités*, quel que soit le type de défaut.

Une grande partie de l'échantillonnage en vue d'acceptation comporte l'évaluation de plus d'un caractère relatif à la qualité, dont l'importance peut différer concernant les aspects de qualité et/ou économiques. Il est donc recommandé de classer les non conformes comme suit, en fonction de leur importance (voir aussi section 2.2.9, pour la définition d'une caractéristique):

- Classe A: Les non conformes considérés comme les plus préoccupants en termes de qualité et/ou d'innocuité du produit (voir tableau 2 propriétés en relation avec des préoccupations sanitaires)
- Classe B: Les non conformes considérés comme moins importants que les non conformes de la classe A (comme les défauts du produit ou les caractéristiques de composition).

Cette classification devrait être déterminé par les comites de produits.

2.2.12 COURBE D'EFFICACITE

Pour un plan d'échantillonnage donné, une **courbe d'efficacité** décrit la probabilité d'acceptation d'un lot en fonction de sa qualité réelle. Elle relie le taux de défectueux dans des lots avec la probabilité d'accepter ces lots au contrôle. La section 4.1 développe le principe d'une telle courbe et l'illustre par un exemple

2.2.13 RISQUE DU FOURNISSEUR ET RISQUE DU CONSOMMATEUR

Risque du fournisseur (PR)

Sur la courbe d'efficacité d'un plan d'échantillonnage (cf 2.2.12), le risque du fournisseur correspond à la probabilité de rejeter une proportion d'individus défectueux P_1 (généralement bas) fixée par le plan d'échantillonnage. Selon le fournisseur, un tel lot ne doit pas être rejeté

En d'autres termes c'est la probabilité de refuser un lot, à tort

pour les variances) ou (test non paramétrique du caractère, (test du χ^2 , ou test de Kolmogorov Smirnov, pour une proportion)].

Généralement le PR s'exprime par une proportion notée P_{95} qui correspond à la proportion de défectueux dans des lots acceptés dans 95% des cas (c'est à dire refusée dans 5% des cas).

Risque du consommateur (CR)

Sur la courbe d'efficacité d'un plan d'échantillonnage (cf 2.2.12), le risque du fournisseur correspond à la probabilité d'accepter une proportion d'individus défectueux P_2 (généralement bas) fixée par le plan d'échantillonnage. Selon le consommateur fournisseur, un tel lot doit être rejeté.

En d'autres termes c'est la probabilité d'accepter un lot, à tort

Généralement le CR s'exprime par une proportion notée P_{10} qui correspond à la proportion de défectueux dans des lots acceptés dans 10% des cas (c'est à dire refusée dans 90% des cas).

Intervalle de discrimination (D)

L'intervalle de discrimination (D) est la valeur absolue de la différence entre le risque du fournisseur (PR) et le risque du consommateur (CR) ; il devrait être spécifié en tenant compte des valeurs des écarts types d'échantillonnage et de mesure.

$$D = CR - PR$$

Rapport de discrimination DS

C'est le rapport entre le risque du consommateur et le risque du fournisseur. Il est généralement donné par le rapport entre P_{10} et P_{95}

$$DS = \frac{P_{10}}{P_{95}}$$

Ce rapport permet d'apprécier également l'efficacité d'un plan d'échantillonnage. Un rapport de discrimination avec $DS < 35^9$ caractérise un plan d'efficacité particulièrement médiocre

2.2.14 LE NIVEAU DE QUALITE ACCEPTABLE (NQA) ET LE NIVEAU DE QUALITE LIMITE (QL)

Le contrôle d'un lot utilisant soit un plan d'échantillonnage par mesures, soit un plan d'échantillonnage par attributs permet de déterminer la qualité du lot.

Le **niveau de qualité acceptable (NQA)** est un critère d'indexation appliqué à une série continue de lots qui correspond à un taux maximum de défectueux admissible dans des lots (ou le nombre maximal de défauts pour cent unités). C'est un objectif qualité que se propose d'atteindre le professionnel. **Cela ne signifie pas que tous les lots présentant un taux de défectueux supérieur au NQA seront refusés au contrôle, mais que plus le taux de défectueux s'éloigne du NQA plus la probabilité de refuser le lot au contrôle est élevée.** Pour une taille donnée d'échantillon, plus le NQA du plan est faible, plus la protection offerte aux consommateurs est grande contre les lots contenant des éléments défectueux, et plus la contrainte est grande pour le producteur de se conformer à des exigences de qualité suffisamment élevées. Toute valeur retenue pour le NQA doit être réalisable en pratique et

⁹ Le DS d'un plan aux attributs $n=2, c=0$ est égal à 27, celui d'un plan aux attributs $n=3, c=0$ est égal à 32, celui d'un plan aux attributs $n=5, c=0$ est égal à 36

viable sur le plan économique. Si nécessaire le NQA doit prendre en considération les aspects de sécurité.

Il convient de reconnaître que la sélection d'une valeur pour le NQA dépend du caractère spécifique considéré et de sa pertinence (économique ou autre) pour la norme dans son ensemble. Il faut procéder à une analyse des risques de manière à évaluer la possibilité et la gravité d'effets négatifs sur la santé publique causés, par exemple, par la présence dans les denrées alimentaires d'additifs, de contaminants, de résidus, de toxines ou d'organismes pathogènes.

Les caractères qui peuvent être liés aux défauts critiques (par exemple, liés aux risques sanitaires) doivent être affectés d'un NQA faible (c'est-à-dire 0,1% à 0,65 %) tandis que les caractères de composition telles que teneur en graisse ou en eau, etc. peuvent être affectés d'un NQA plus élevé (par exemple 2,5 % ou 6,5% sont des valeurs souvent utilisées pour les produits laitiers). Le NQA est utilisé comme moyen d'indexage dans les tableaux des normes ISO 2859-1, ISO 3951 et dans certains tableaux des normes ISO 8422 et ISO 8423.

Le NQA est un risque fournisseur particulier, généralement différent du P_{95} (cf 2.2.13)

La **qualité limite** (LQ) est utilisée lorsqu'un lot est considéré isolément. C'est un niveau de qualité (exprimé, par exemple, en taux d'éléments défectueux dans un lot) qui correspond à une probabilité spécifiée et relativement faible d'acceptation d'un lot présentant ce taux de défectueux égal à QL. Généralement le QL correspond au taux de défectueux présenté par des lots acceptés au contrôle dans 10 % des cas. La LQ est un système d'indexage utilisé dans la norme ISO 2859-2.

Lorsque les plans de contrôle répondent à un **objectif de sécurité alimentaire**, le LQ est généralement très faible. Lorsqu'il s'agit de plans destinés à d'autres critères qualités le LQ est plus élevé.

Le QL est un risque consommateur particulier qui correspond généralement au P_{10} (cf 2.2.13)

Les utilisateurs des plans d'échantillonnage doivent se mettre impérativement d'accord pour le choix du NQA ou du QL du plan à retenir pour le contrôle qualité des lots.

Pour un produit donné, un NQA (ou une QL) devrait être attribué à chacune des deux classes d'éléments non conformes spécifiés à la section 2.2.11, un NQA (ou une QL) étant attribués aux éléments non conformes de la classe A. En conséquence il y a un plan d'échantillonnage séparé pour chacune des deux classes d'éléments non-conformes, par exemple un NQA faible, par exemple 0,65% pour la classe A, et un NQA plus élevé, par exemple de 6,5% pour la classe B.

Exemple préparation pour laits de suite pour nourrissons et enfants en bas âge : teneur en pesticides (classe A), teneur en protéines (classe B)

Un lot n'est accepté que s'il est accepté par chacun des plans. Le même échantillon peut être utilisé pour chaque classe à condition que l'évaluation ne soit pas destructive pour plus d'un type d'éléments non conformes. Si 2 échantillons doivent être prélevés, pour des raisons pratiques ils pourraient l'être simultanément.

2.2.15 AUTORITE RESPONSABLE

L'**autorité responsable** sera le fonctionnaire désigné par le pays importateur; elle sera normalement responsable, par exemple, de la fixation du "niveau de contrôle" et de l'introduction de "règles de permutation"(2.2.16).

2.2.16 NIVEAU DE CONTROLE ET REGLES DE PERMUTATION

Le **niveau de contrôle** met en rapport la taille de l'échantillon et la taille du lot et donc la distinction entre bonne et mauvaise qualité. Par exemple, les tableaux I et I-A des normes ISO 2859-1:1989 et ISO 3951:1989 prévoient respectivement sept et cinq niveaux de contrôle. Pour un NQA donné, plus le nombre de contrôles est faible, plus le risque est grand d'accepter des lots de mauvaise qualité.

Le niveau de contrôle doit être fixé par l'autorité responsable". Sauf mention contraire, c'est le niveau de contrôle II qui doit être utilisé. Les niveaux I et III doivent être réservés à des situations où l'on a besoin respectivement de moins ou de plus de discrimination. Le niveau II prévoit que la taille de l'échantillon est moins du double de celui du niveau I, tandis que le niveau III prévoit un échantillon qui est environ une fois et demie celui du niveau II. Les niveaux "spéciaux" (S-1 à S-4) doivent être utilisés lorsque des tailles d'échantillon relativement réduites sont nécessaires et que des risques importants d'échantillonnage peuvent et/ou doivent être tolérés.

Un schéma d'échantillonnage suppose la "**permutation**" entre des plans d'échantillonnage s'appuyant sur des contrôles normaux, renforcés et réduits. Il est recommandé que tous les Comités de produits insèrent des règles de permutation dans les plans d'échantillonnage appliqués à une série continue de lots.

Le contrôle normal est destiné à protéger le producteur contre une proportion élevée de rejets lorsque la qualité du produit est supérieure au NQA. Toutefois, si deux sur cinq (ou moins) lots successifs ne sont pas acceptés, il faut absolument introduire le contrôle renforcé. D'autre part, si la qualité de la production est régulièrement supérieure au NQA, les coûts d'échantillonnage peuvent être réduits (à l'initiative de l'autorité responsable) par l'introduction de plans d'échantillonnage s'appuyant sur le contrôle réduit.

Les règles de permutation pour une série continue de lots sont décrites en détail à la section 4.2.2.4 et 4.3.4.

2.2.17 CRITERE D'ACCEPTATION

Pour un plan donné d'échantillonnage par attributs, le **critère d'acceptation** est le nombre maximal d'unités non conformes, ou le nombre maximal de défauts, autorisé dans l'échantillon si le lot est accepté. Des plans à critère d'acceptation zéro sont décrits aux sections 2.5.2.

2.2.18 TAILLE DU LOT ET TAILLE DE L'ECHANTILLON

Pour les produits faisant l'objet d'un commerce international, la taille du lot est généralement spécifiée dans le document d'expédition. Si l'on utilise une taille de lot différente à des fins d'échantillonnage, cela doit être clairement stipulé dans la norme par le Comité de produit compétent.

Il n'y a pas de relation mathématique entre la taille de l'échantillon (n) et la taille du lot (N). De ce fait mathématiquement rien ne s'oppose à prélever un échantillon de faible effectif pour contrôler un lot homogène de grande taille. Cependant les rédacteurs des normes ISO et des autres documents de référence ont délibérément introduit une relation pour réduire les risques de prendre des décisions incorrectes pour des lots de grande taille

Le rapport n/N influence l'erreur d'échantillonnage seulement lorsque les lots sont de petite taille. En outre pour des raisons qui tiennent à l'amélioration de la protection des intérêts des consommateurs, notamment sanitaire il est recommandé comme le souligne l'exemple suivant de choisir lorsque l'effectif du lot est important des échantillons de taille élevée.

Exemple : Contrôle de la teneur en matières grasses d'un lait entier dans un lot de $N = 8500$ préemballages par un plan aux attributs de $NQA = 2,5\%$, par 2 plans d'échantillonnage : Plan 1 ($n = 5$, $c = 0$, $LQ = 36,9\%$), Plan 2 ($n = 50$, $c = 3$, $LQ = 12,9\%$).

Compte tenu du LQ du plan 1, dans 10% des cas des lots présentant un taux de non conformité de 36,9% sont acceptés, soit 3136 préemballages non conformes .

Compte tenu du LQ du plan 2, dans 10% des cas des lots présentant un taux de non conformité de 12,9% sont acceptés, soit 1069 préemballages non conformes.

Le choix du plan 2 évite , dans 10% des cas, le risque de mise sur le marché de $(3136 - 1069) = 2067$ préemballages non conformes.

Lorsque le rapport $f = \frac{n}{N}^{10}$ est inférieur ou égal à 10%, et que les lots sont présumés homogènes, c'est la taille absolue de l'échantillon qui compte plus que sa relation avec la taille du lot.

Toutefois, afin de réduire le risque d'acceptation d'un grand nombre d'éléments défectueux, il est d'usage d'augmenter la taille de l'échantillon avec la taille du lot, en particulier lorsque le lot n'est pas présumé homogène.

Lorsque le lot est important, il est possible et économique de prélever un échantillon important tout en maintenant un rapport élevé lot/échantillon et, ce faisant, de faire une meilleure discrimination (entre lots acceptables et lots inacceptables). En outre, pour une efficacité donnée d'échantillonnage, la taille de l'échantillon n'augmentera pas aussi rapidement que la taille du lot et n'augmentera plus lorsqu'on aura atteint une certaine taille du lot. Toutefois, il y a un certain nombre de raisons pour limiter la taille du lot:

- la constitution de lots plus importants peut entraîner la présence d'une qualité très variable;

- le rythme de production ou de fourniture peut être trop faible pour permettre la constitution de lots importants;

- les questions pratiques de stockage et de manutention peuvent empêcher la constitution de lots importants;

- l'accessibilité pour le tirage d'échantillons aléatoires peut être rendue difficile avec des lots importants;

- les conséquences économiques de la non acceptation d'un lot important peuvent être sérieuses.

Se référer aux tables des normes ISO 2859 et 3951 pour la correspondance entre taille du lot et effectif de l'échantillon

2.3 TECHNIQUES D'ECHANTILLONNAGE

2.3.1 GENERALITES

Les techniques d'échantillonnage devraient être effectuées selon les normes ISO appropriées au produit concerné (par exemple la norme pour échantillonnage des produits laitiers ISO 707).

¹⁰ n est l'effectif de l'échantillon, N est l'effectif du lot.

2.3.2 EMPLOI D'AGENTS D'ECHANTILLONNAGE

L'échantillonnage devrait être effectué par des personnes dûment formées aux techniques de collecte d'échantillons par le pays importateur,

2.3.3 MATERIEL A ECHANTILLONNER

Chaque lot à examiner doit être clairement défini. Le Comité Codex de produit approprié doit stipuler comment une livraison doit être manipulée dans les cas où le lot n'a pas d'appellation.

2.3.4 ECHANTILLONNAGE REPRESENTATIF

L'échantillonnage représentatif est une procédure utilisée pour tirer ou constituer un échantillon représentatif ¹¹.

Les dispositions du présent chapitre doivent être, le cas échéant, complétées par des procédures telles que comment collecter et préparer un échantillon. Ces procédures sont à définir par les utilisateurs, notamment les Comités de produits.

L'échantillonnage aléatoire comporte le prélèvement de n éléments sur un lot de N éléments de manière à ce que toutes les combinaisons possibles de n éléments aient la même probabilité d'être prélevées.

Pour empêcher toute contestation sur la représentativité de l'échantillon, il faut choisir impérativement l'échantillonnage aléatoire lorsqu'il est possible, seul ou associé à d'autres techniques d'échantillonnage.

En supposant que les éléments constituant le lot peuvent être numérotés ou classés, même fictivement par la pensée lorsqu'il n'est pas possible de disposer d'individus, par exemple dans le cas d'une cuve de lait ou d'un silo de blé, le choix des individus ou des prélèvements élémentaires à faire figurer dans l'échantillon se fait comme suit :

1. numéroté tous les individus ou les prélèvements élémentaires du lot (réels ou fictifs),
2. les numéros des individus ou des prélèvements élémentaires à prélever, pour les faire figurer dans l'échantillon, sont déterminés au hasard au moyen du tableau 3 de la norme ISO 2859-0:1995, ou de toute autre table de nombres aléatoires.

La collecte d'échantillon se fera de manière aléatoire chaque fois que cela est possible pendant le chargement ou le déchargement des lots.

Si le lot est hétérogène, l'échantillonnage aléatoire peut ne pas être représentatif du lot. Dans ce cas l'échantillonnage stratifié peut être une solution. L'échantillonnage stratifié est une procédure qui consiste à diviser le lot en différentes couches (appelées strates ou zones) les plus homogènes possibles, chaque strate étant plus homogène que le lot puis à prélever de façon aléatoire dans chacune de ces strates selon des instructions particulières, le cas échéant par les Comités de produits. On peut alors contrôler chaque strate par un échantillonnage aléatoire qui comporte habituellement de 2 à 20 individus ou prélèvement élémentaire par échantillon (voir les plans d'échantillonnage ISO 2859-1 assortis de lettres codes A à F au niveau de contrôle II). Mais avant d'échantillonner, il convient, le cas échéant, de se référer aux instructions particulières des Comités de produits.

¹¹ voir définition de l'échantillon représentatif en 2.2.3.

Lorsqu'il n'est pas possible d'échantillonner de manière aléatoire,¹² par exemple dans un entrepôt très vaste où les marchandises sont mal rangées ou lorsque la production fait intervenir un phénomène périodique, par exemple, un contaminant qui se répartit sélectivement dans un endroit bien particulier du silo ou bien une doseuse dérégulée toutes les K secondes, telle que toutes les K secondes les produits conditionnés par cette doseuse présentent des défauts, il est indispensable :

1. d'éviter de choisir systématiquement les individus les plus facilement accessibles ou qui se distinguent par un caractère apparent
2. dans le cas de phénomènes périodiques d'éviter de prélever toutes les K secondes ou tous les Kèmes paquets, ou tous les K ème centimètres, de prendre une unité tous les n palettes, cartons ou préemballages, etc...

2.3.5 PREPARATION D'ECHANTILLONS

2.3.5.1 Echantillons primaires

Un **échantillon primaire** est la "portion de produit" prélevée sur un lot au premier stade du processus d'échantillonnage, et il s'agira normalement d'un élément (s'il est prélevé sur un lot de produits préemballés) ou d'un prélèvement (s'il est prélevé sur un lot en vrac). (Toutefois, un "prélèvement" peut être considéré comme un "élément" si des mesures sont faites sur des prélèvements individuels). Autant que possible, les échantillons primaires doivent être prélevés dans tout le lot et les **dérogations à cette disposition doivent être consignées**. Un nombre suffisant d'échantillons primaires de taille similaire doivent être prélevés pour faciliter l'analyse en laboratoire. Pendant que l'on prélève les échantillons primaires (éléments ou prélèvements), et dans toutes les procédures ultérieures, des précautions doivent être prises pour maintenir l'intégrité de l'échantillon (éviter la contamination des échantillons ou autres modifications qui altéreraient la quantité de résidus ou les dosages analytiques, ou qui rendraient l'échantillon de laboratoire non représentatif de l'échantillon composite du lot).

2.3.5.2 Echantillons composites

Lorsque cela est requis par le plan d'échantillonnage, un **échantillon composite** est obtenu en combinant et mélangeant soigneusement les échantillons primaires (éléments) à partir d'un lot de produits préemballés ou en combinant les échantillons primaires (prélèvements) d'un lot en vrac (non préemballé).

Excepté le cas de raisons économiques **cette technique d'échantillonnage n'est pas à recommander** en raison de la perte d'information causée sur la variation d'un échantillon à l'autre..

2.3.5.3 Echantillon final

L'échantillon en vrac doit, si possible, constituer l'**échantillon final** et être présenté au laboratoire pour analyse. Si l'échantillon en vrac est trop important, on peut préparer, à partir de celui-ci, l'échantillon final avec une méthode de réduction appropriée. Dans ce processus, toutefois, les différents éléments ne doivent être ni coupés ni divisés.

¹² L'appréciation d'une telle situation passe, le cas échéant, pour le phénomène périodique, par l'examen des cartes de contrôle de fabrication, pour les conditions de stockage, le cas échéant par des informations à recueillir auprès des gestionnaires de stock, des laboratoires, des organisations professionnelles,

Les dispositions législatives nationales peuvent imposer que l'échantillon final soit subdivisé en deux ou plusieurs portions pour procéder à des analyses séparées. Chaque portion doit être représentative de l'échantillon final.

2.3.6 EMBALLAGE ET TRANSMISSION DES ECHANTILLONS DE LABORATOIRE

L'échantillon finalement présenté au laboratoire est qualifié d'**échantillon de laboratoire** et il s'agira soit de l'échantillon final, soit d'une portion représentative de l'échantillon final.

L'échantillon de laboratoire doit être conservé de telle manière que la caractéristique à contrôler ne soit pas altérée ; par exemple en vue d'un contrôle microbiologique, l'utilisation d'un récipient stérile et réfrigéré est indispensable. Par ailleurs cet échantillon de laboratoire doit être placé dans un récipient inerte et propre offrant une protection adéquate contre la contamination externe et contre tout dommage que pourrait subir l'échantillon pendant le transport. Le récipient doit alors être scellé de manière à ce que l'on puisse constater toute ouverture non autorisée, et envoyé au laboratoire dès que possible en prenant les précautions nécessaires contre toute fuite ou détérioration, par exemple les denrées surgelées doivent être conservées surgelées et les échantillons périssables doivent être maintenus au frais ou surgelés, selon le cas.

2.3.7 RAPPORTS D'ECHANTILLONNAGE

Toute opération d'échantillonnage implique la rédaction d'un rapport d'échantillonnage tel que décrit au paragraphe 4.15 de la norme ISO 7002, et indiquant notamment la raison de l'échantillonnage, l'origine de l'échantillon, la méthode d'échantillonnage, la date et le lieu de l'échantillonnage, ainsi que toutes les informations supplémentaires susceptibles d'aider l'analyste, telles que durée et conditions de transport. Les échantillons, notamment ceux destinés au laboratoire doivent être clairement identifiés.

Dérogations à la procédure d'échantillonnage recommandée: lorsqu'on a dû, pour quelque raison que ce soit, s'écarter des procédures recommandées, il faut joindre au rapport d'échantillonnage un autre rapport détaillé sur la procédure dérogatoire qui a été effectivement suivie. Toutefois dans ce cas aucune décision ne peut être prise lors du contrôle ; cette décision relevant exclusivement des autorités responsables.

2.4 ERREURS D'ESTIMATION

Les résultats quantitatifs n'ont qu'une valeur limitée s'ils ne sont pas accompagnés de quelques estimations des erreurs aléatoires (imprévisibles) et systématiques (prévisibles) qu'ils peuvent comporter (les erreurs aléatoires affectent la précision du résultat, tandis que les erreurs systématiques affectent l'exactitude).

Les plans d'échantillonnage sont associés à deux types d'erreur:

- *une erreur d'échantillonnage* (due au fait que l'échantillon ne représente pas exactement la population dans laquelle il a été prélevé) et,
- *une erreur de mesure* (due au fait que la valeur mesurée du caractère ne représente pas exactement la valeur réelle du caractère dans l'échantillon).

Il est souhaitable que les erreurs d'échantillonnage associées au plan d'échantillonnage et les erreurs de mesure propres à l'analyse soient quantifiées et minimisées.

Généralement les erreurs d'analyses sont supposées négligeables par rapport aux erreurs d'échantillonnage . L'écart type total est donné par la formule

$$\sigma = \sqrt{\sigma_s^2 + \sigma_m^2}$$

σ_s est l'écart-type d'échantillonnage, σ_m est l'écart-type de mesure

- Premier cas (le plus fréquent) : l'erreur analytique est négligeable par rapport à l'erreur d'échantillonnage, c'est à dire au plus égale au tiers de l'erreur d'échantillonnage

Dans ce cas, $\sigma_m \leq \sigma_s/3$,

$$\sigma \leq \sqrt{\sigma_s^2(1+1/9)} \leq 1,05 \times \sigma_s$$

l'écart-type des résultats observés diffère au plus de 5% de l'écart-type qui ne tient pas compte de l'erreur analytique

- Deuxième cas: l'erreur analytique est supérieure au tiers de l'erreur d'échantillonnage

Ce cas n'est pas couvert par les présentes directives

2.5 TYPES DE PLANS D'ECHANTILLONNAGE SIMPLE

2.5.1 PLANS D'ECHANTILLONNAGE SIMPLE POUR CONTROLES DU POURCENTAGE D'INDIVIDUS NON CONFORMES,

2.5.1.1 Principes du contrôle de pourcentage de défectueux aux attributs

Le texte et les courbes ci-après présentent simplement les principes des plans d'échantillonnage simple du contrôle de pourcentage de défectueux aux attributs et aux mesures ainsi que leur efficacité.

Un plan d'échantillonnage aux attributs est une méthode d'estimation de la qualité d'un lot qui consiste à qualifier chaque prélèvement élémentaire de l'échantillon du caractère ou attribut conforme ou défectueux, selon que la spécification de la norme Codex est respectée ou non. Ce caractère est soit qualitatif (par exemple la présence d'une tache sur un fruit) soit quantitatif (par exemple le dépassement d'une teneur en sodium d'un aliment de régime). Il y a ensuite dénombrement du nombre de prélèvements élémentaires possédant l'attribut défectueux; Si ce nombre est au plus égal au critère d'acceptation fixé par le plan, le lot est accepté; il est refusé dans le cas contraire.

EXEMPLE 1 plan d'échantillonnage simple aux attributs de NQA = 2,5%, pour contrôler la teneur en sodium d'un lot de fromage, de régime pauvre en sodium pour lequel la teneur maximum en sodium est fixée par la norme Codex 53-1981 à 120 milligrammes pour 100 grammes de produits ($U = 120 \text{ mg}/100\text{g}$)

Caractéristiques et décision à prendre selon ce plan:

le lot est accepté si il n'y a aucun prélèvement défectueux ($c = 0$) dans un échantillon de cinq prélèvements ($n = 5$), le prélèvement défectueux étant celui dont la teneur en sodium compte tenu des tolérances analytiques est supérieure à la spécification relative au sodium dans les fromages de régime, c'est à dire 120 milligrammes.

La figure 1 ci-dessous, est la courbe d'efficacité de ce plan, il montre que dans 50% des cas, des lots contenant 13% de défectueux sont acceptés au contrôle

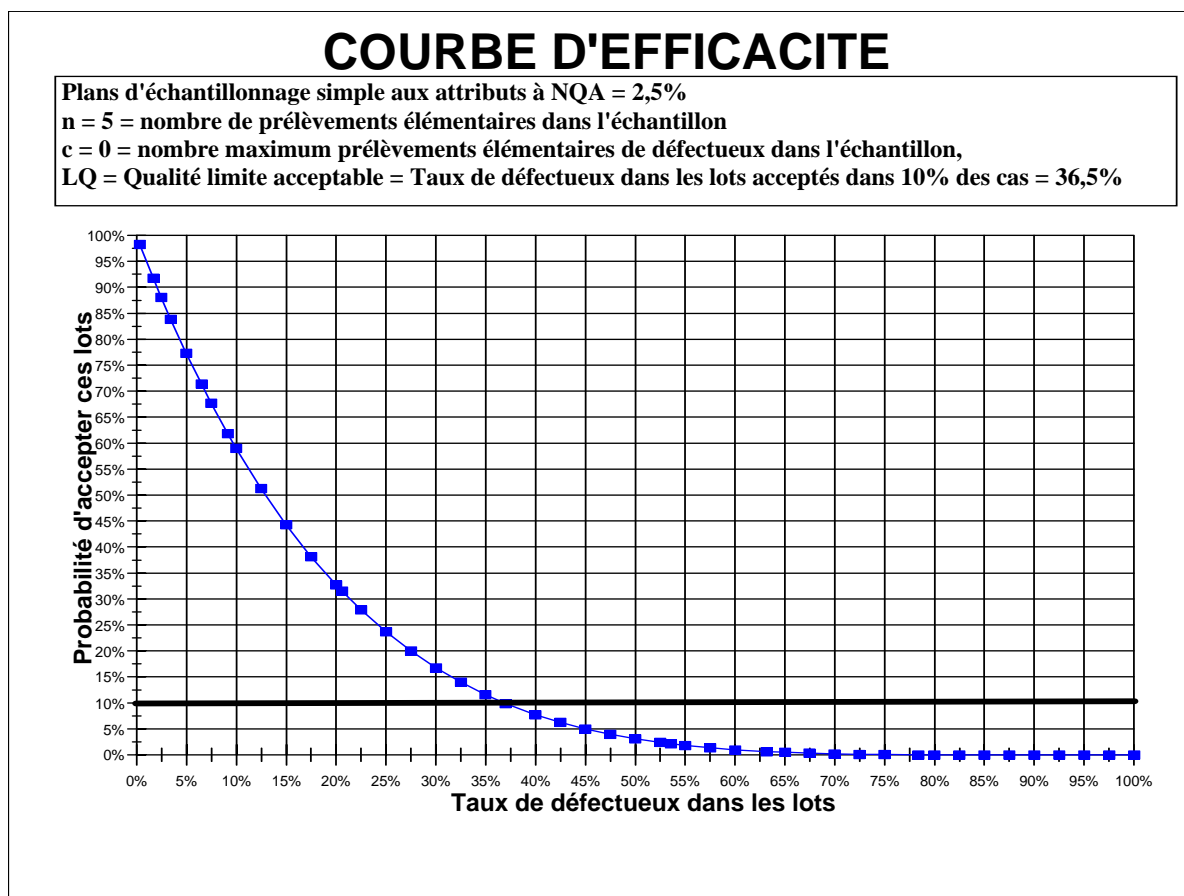


Figure 1

EXEMPLE 2 plan d'échantillonnage simple aux attributs de NQA = 6,5%, pour contrôler la qualité de petits pois surgelés préemballés

Caractéristiques du plan:

le préemballage défectueux est celui qui contient plus de 15% de petits pois défectueux (petits pois tâchés, petits pois décolorés,)

n = 13 (effectif de l'échantillon)

NQA = 6,5%

c = 2 = nombre maximum admissible de préemballages défectueux dans l'échantillon (critère d'acceptation du lot)

Re = 3 = nombre minimum de préemballages défectueux dans l'échantillon entraînant le refus du lot (critère de refus du lot)

Décision à prendre selon ce plan

le lot est accepté si il n'y a au plus 2 préemballages défectueux dans un échantillon de treize préemballages;

2.5.1.2 Principes du contrôle de pourcentage de défectueux aux mesures

2.5.1.2.1 Généralités

Un plan d'échantillonnage aux mesures est une méthode d'estimation de la qualité d'un lot qui consiste à mesurer dans chaque prélèvement élémentaire, la valeur d'une grandeur caractérisant la marchandise contrôlée,

EXEMPLES (Pour bien illustrer la différence entre les plans aux mesures et aux attributs, l'exemple du fromage de régime à teneur maximale en sodium est également choisi pour présenter les plans aux mesures)

- une teneur maximale U en sodium d'un fromage. de régime pauvre en sodium, pour lequel la teneur maximum en sodium est fixée par la norme Codex 53-1981 à 120 milligrammes pour 100 grammes de produits
- une teneur minimale L en graisses d'un lait entier
- une fourchettes de valeurs comme la teneur en vitamine A d'une préparation pour nourrissons comprise entre L et U

Le contrôle consiste à mesurer pour chacun des n prélèvements élémentaire constituant l'échantillon, la grandeur caractérisant la marchandise contrôlée, puis à calculer la valeur moyenne \bar{x} , de ces n prélèvements élémentaires de l'échantillon.

La décision, acceptation ou rejet du lot, est prise en comparant cette teneur moyenne \bar{x} , à la valeur numérique d'une expression algébrique faisant intervenir l'écart type des valeurs de la grandeur contrôlée dans le lot et une constante d'acceptation K qui dépend de la valeur du NQA et de la loi de distribution de la moyenne de la variable mesurée) ainsi que de :

- Dans le cas d'une valeur maximale à contrôler, U la valeur maximale de la spécification;
- Dans le cas d'une valeur minimale à contrôler L, la valeur minimale de la spécification
- Dans le cas d'une fourchette de valeurs à contrôler U et L, la valeur maximale de la spécification et la valeur minimale de la spécification

L'expression algébrique dépend aussi du fait que l'écart type est connu ou inconnu. Les formules de décision sont indiquées en 2.4.1.2.2 et 2.41.2.3

2.5.1.2.2 L'écart-type σ de la distribution est connu (méthode σ)

C'est le cas par exemple des contrôles réalisés par les professionnels, qui en raison du nombre important de contrôles qu'ils réalisent, connaissent la valeur de cet écart type d'une manière suffisamment précise pour considérer qu'elle est connue. Le tableau 3 ci-dessus définit les règles d'acceptation et de refus des lots

TABLEAU 3
(Critères d'acceptation ou de rejet du lot, méthode σ)

	Contrôle d'une valeur minimale L	Contrôle d'une valeur maximale U	Contrôle d'une fourchette de valeur $L \leq x \leq U$
	$x \geq L$	$x \leq U$	
LOT ACCEPTE	$\bar{x} \geq L + K\sigma$	$\bar{x} \leq U - K\sigma$	$L + K\sigma \leq \bar{x} \leq U - K\sigma$
LOT REFUSE	$\bar{x} < L + K\sigma$	$\bar{x} > U - K\sigma$	$\bar{x} < L + K\sigma$ ou $\bar{x} > U - K\sigma$

EXEMPLE contrôle de la teneur maximale U en sodium d'un fromage. de régime pauvre en sodium, pour lequel la teneur maximum en sodium est fixée par la norme Codex 53-1981 à 120 milligrammes pour 100 grammes de produits

Valeur contrôlée U = 120 milligrammes de sodium pour 100 grammes de fromage de régime

Données du plan d'échantillonnage choisi, extrait de la norme ISO 3951 (voir table 19)

n = 5 = nombre de prélèvements élémentaires dans l'échantillon

K = constante d'acceptation = 1,39

NQA = 2,5%

Résultats des mesures

- x_1 désigne la teneur en sodium mesuré dans le premier prélèvement élémentaire, = 118 milligrammes
- x_2 désigne la teneur en sodium mesuré dans le second prélèvement élémentaire, = 123 milligrammes
- x_3 désigne la teneur en sodium mesuré dans le troisième prélèvement élémentaire, 117 milligrammes
- x_4 désigne la teneur en sodium mesuré dans le quatrième prélèvement élémentaire, 111 milligrammes
- x_5 désigne la teneur en sodium mesuré dans le cinquième prélèvement élémentaire. 125 milligrammes
- \bar{x} désigne la moyenne des teneurs en sodium obtenus sur l'échantillon de cinq prélèvements élémentaires
- $\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + x_4 + x_5}{5} = 118$ milligrammes

σ = écart-type connu, selon les données expérimentales de la production ou selon les informations dont dispose l'agent de contrôle

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n}} = 3,5 \text{ milligrammes}$$

$$U - K\sigma = (120) - (1,39)*(3,5) = 115,1 \text{ milligrammes}$$

$$\bar{x} > U - K\sigma \text{ LE LOT EST REJETE}$$

La courbe d'efficacité de ce plan aux mesures est donnée par la figure 2

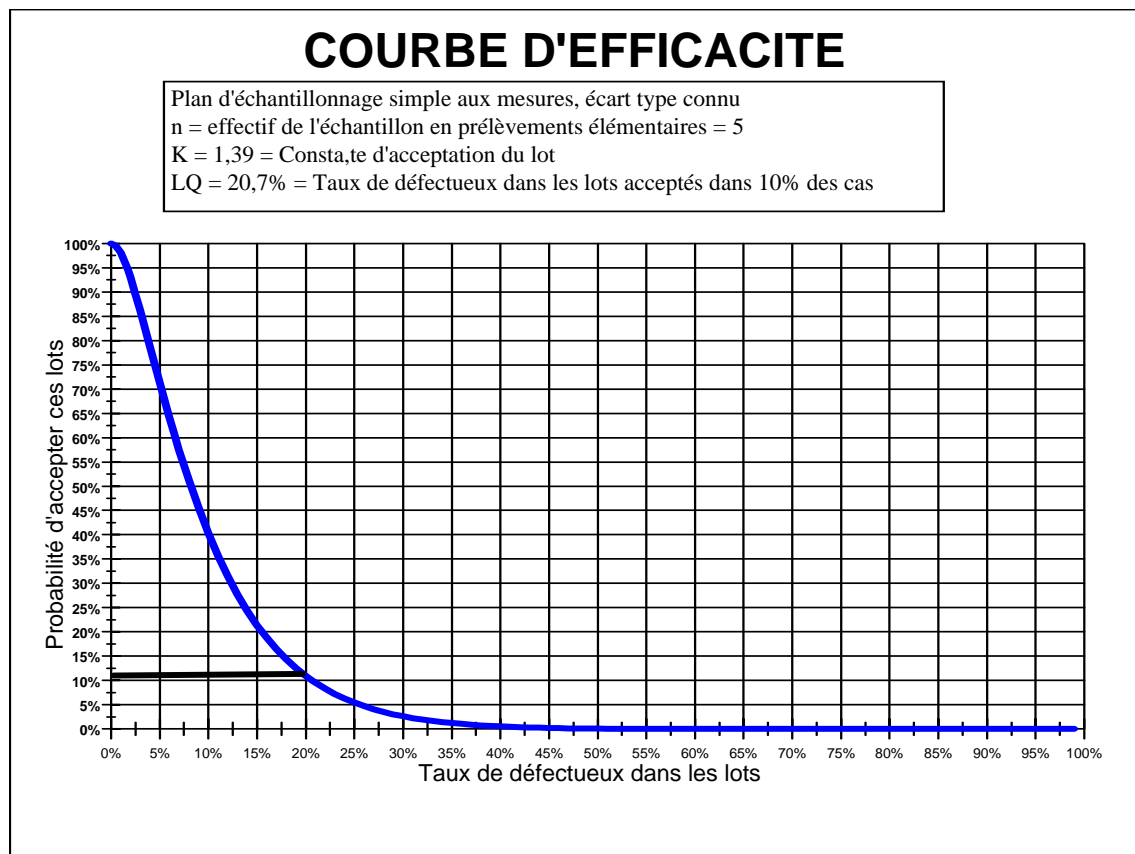


Figure 2

2.5.1.2.3 L'écart-type σ de la distribution est inconnu (méthode s)

Lorsque l'écart-type σ de la distribution des valeurs est inconnu (par exemple, cas des contrôles réalisés par les services officiels de contrôle, en raison du nombre insuffisant de contrôles qu'ils réalisent pour connaître cet écart-type avec une précision suffisante pour la considérer connue), **la méthode est dite méthode s**, puisque l'écart type σ est estimé par $s =$

$$\sqrt{\sum_{i=1}^{i=n} \frac{(x_i - \bar{x})^2}{n-1}}, \text{ appelé estimateur d'écart type. Dans le cas où l'écart-type } \sigma \text{ de la distribution}$$

des valeurs est inconnu, la distribution des moyennes, calculées sur échantillon ne suit plus une loi normale mais une loi de Student à $(n - 1)$ degrés de liberté. Le tableau 4 ci-dessous définit les règles d'acceptation et de refus des lots

TABLEAU 4
(Critères d'acceptation ou de rejet du lot, méthode s)

	Contrôle d'une valeur minimale L $x \geq L$	Contrôle d'une valeur maximale U $x \leq U$	Contrôle d'une fourchette de valeur $L \leq x \leq U$
LOT ACCEPTE	$\bar{x} \geq L + Ks$	$\bar{x} \leq U - Ks$	$L + Ks \leq \bar{x} \leq U - Ks$
LOT REFUSE	$\bar{x} < L + Ks$	$\bar{x} > U - Ks$	$\bar{x} < L + Ks$ ou $\bar{x} > U - Ks$

EXEMPLE, Contrôle de la teneur maximale U en sodium d'un fromage. de régime pauvre en sodium, pour lequel la teneur maximum en sodium est fixée par la norme Codex 53-1981 à 120 milligrammes pour 100 grammes de produits

Valeur contrôlée U = 120 milligrammes de sodium pour 100 grammes de fromage de régime

Données du plan d'échantillonnage choisi, extrait de la norme ISO 3951 (voir tableau 16)

$n = 5$ = nombre de prélèvements élémentaires dans l'échantillon

$K =$ constante d'acceptation = 1,24

$NQA = 2,5\%$

Résultats des mesures ¹³

- x_1 désigne la teneur en sodium mesuré dans le premier prélèvement élémentaire, = 118 milligrammes
- x_2 désigne la teneur en sodium mesuré dans le second prélèvement élémentaire, = 123 milligrammes
- x_3 désigne la teneur en sodium mesuré dans le troisième prélèvement élémentaire, 117 milligrammes
- x_4 désigne la teneur en sodium mesuré dans le quatrième prélèvement élémentaire, 121 milligrammes
- x_5 désigne la teneur en sodium mesuré dans le cinquième prélèvement élémentaire. 111 milligrammes
- \bar{x} désigne la moyenne des teneurs en sodium obtenus sur l'échantillon de cinq prélèvements élémentaires $\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + x_4 + x_5}{5} = 118$ milligrammes

$$s = \text{estimateur de l'écart-type} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} = 4,6 \text{ milligrammes}$$

¹³ Pour souligner la différence avec la méthode σ , les valeurs numériques sont identiques à celles indiquées dans le cas de la méthode σ

$$U - Ks = (120) - (1,24)*(4,6) = 114,3 \text{ milligrammes}$$

Comme $\bar{x} > U - Ks$ **LE LOT EST REFUSE (cf tableau 3)**

2.5.1.2.4 comparaison entre méthode σ et s

Dans la plupart des cas la méthode s est utilisée parce que l'écart-type est inconnu, aussi la question du choix entre les deux méthodes ne se pose pas. Dans le cas de procédés de production ou de fabrication bien connus et maîtrisés la méthode σ peut être utilisée.

La différence entre les deux méthodes provient de la valeur du LQ (taux de défectueux dans les lots acceptés dans 10% des cas) voir les exemples de 2.5.1.2.2 et 2.5.1.2.3.

méthode σ

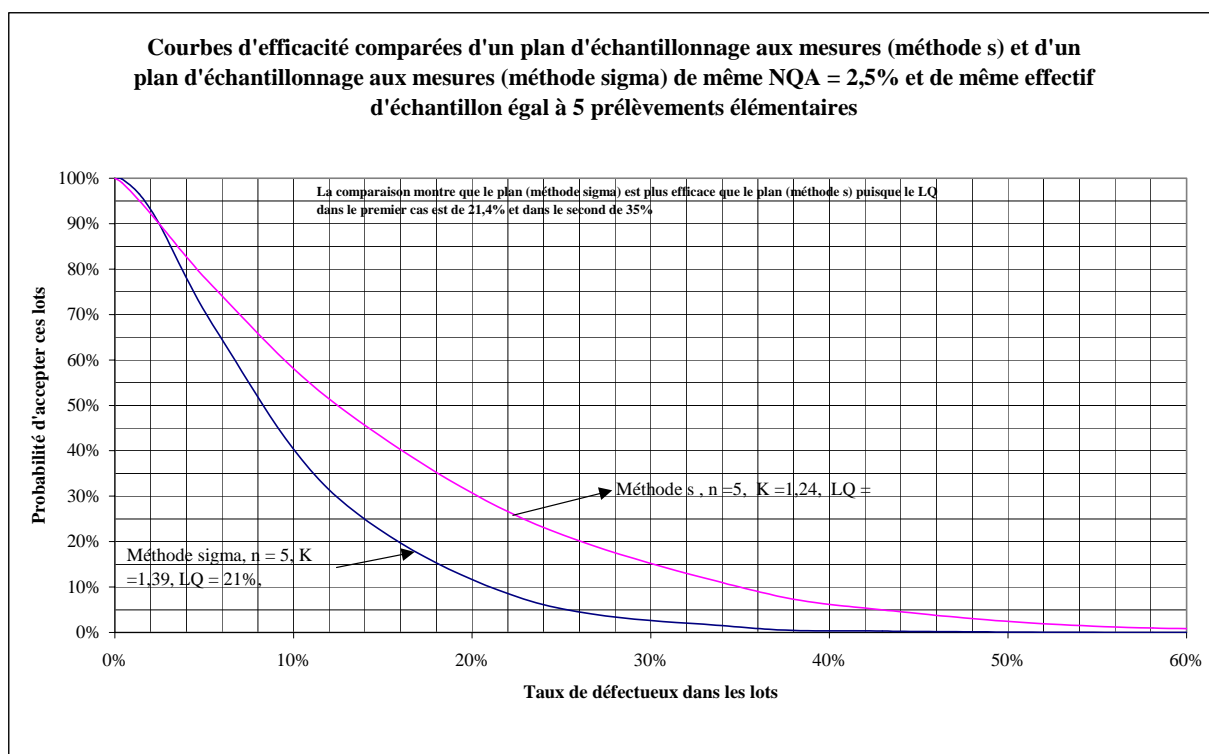
Conséquence des caractéristiques du plan (NQA = 2,5%, n = 5, K =:1,39) le QL est égal à 20,7%

méthode s

Conséquence des caractéristiques du plan (NQA = 2,5%, n = 5, K =:1,24) le QL est égal à 35%

Le tableau 5 et la figure 3 ci dessous qui comparent l'efficacité de ces 2 plans, montrent que la méthode σ , est plus efficace que la méthode s, dans la mesure où pour un même effectif d'échantillon la méthode permet une meilleure discrimination entre les produits de bonne et mauvaise qualité c'est à dire que sa courbe d'efficacité décroît plus rapidement.

Figure 3 Comparaison de courbes d'efficacité de plans aux mesures : méthode s et méthode σ



Taux de défautueux dans les lots	Probabilité d'accepter ces lots	
	Méthode σ	Méthode s
0%	100%	100%
0,4%	99,8%	99%
1,38%	96,5%	95%
2,48%	90%	90%
5,78%	65,9%	75%
12,47%	29,7%	50%
22,88%	7,4%	25%
34,98%	1,2%	10%
42,97%	0,3%	5%
58,11%	0%	1%
100%	0%	0%

TABLEAU 5 Probabilité d'acceptation des lots selon le taux d'individus non conformes présents dans ces lots

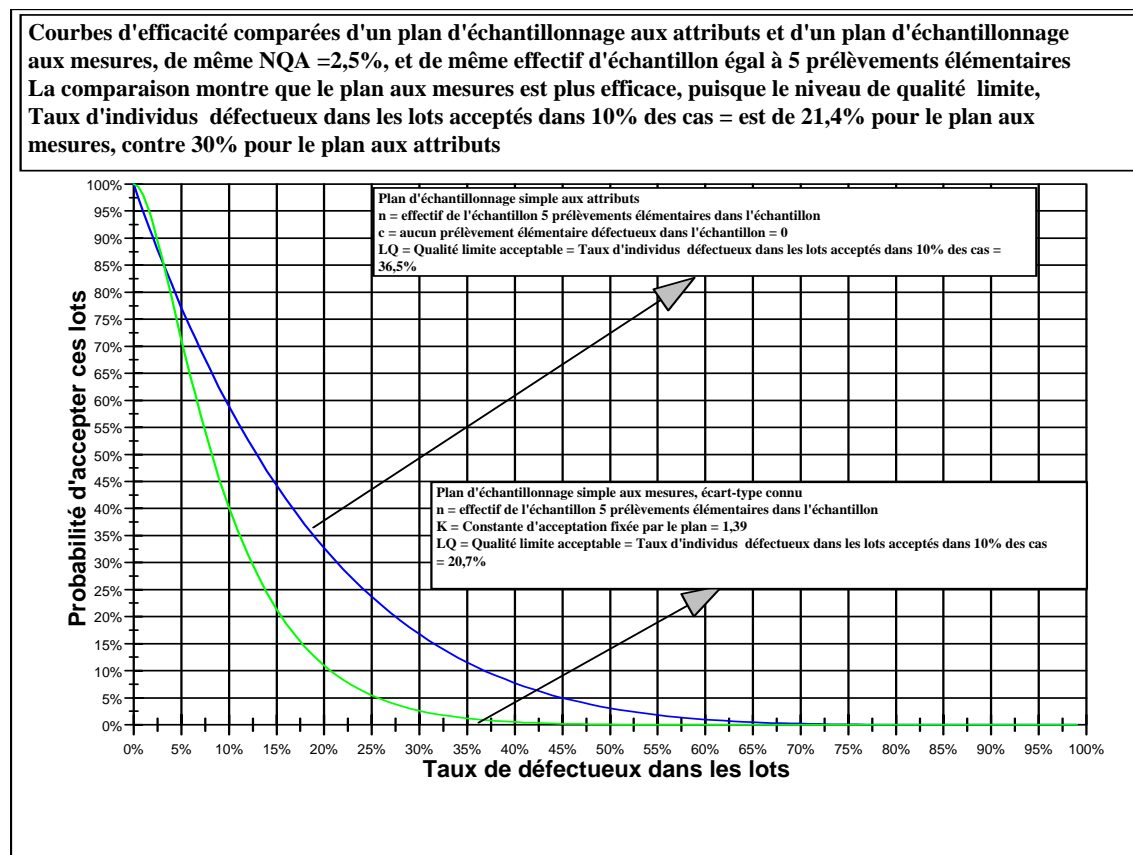
2.5.1.3 Efficacités comparées d'un contrôle de pourcentage de défautueux aux attributs et d'un contrôle de pourcentage de défautueux aux mesures

Dans le cas où la caractéristique contrôlée est quantitative et suit une distribution normale (Exemple teneur en sodium dans un fromage de régime), il est possible d'utiliser, soit un plan aux mesures, soit un plan aux attributs. Mais comme l'efficacité est moins bonne pour

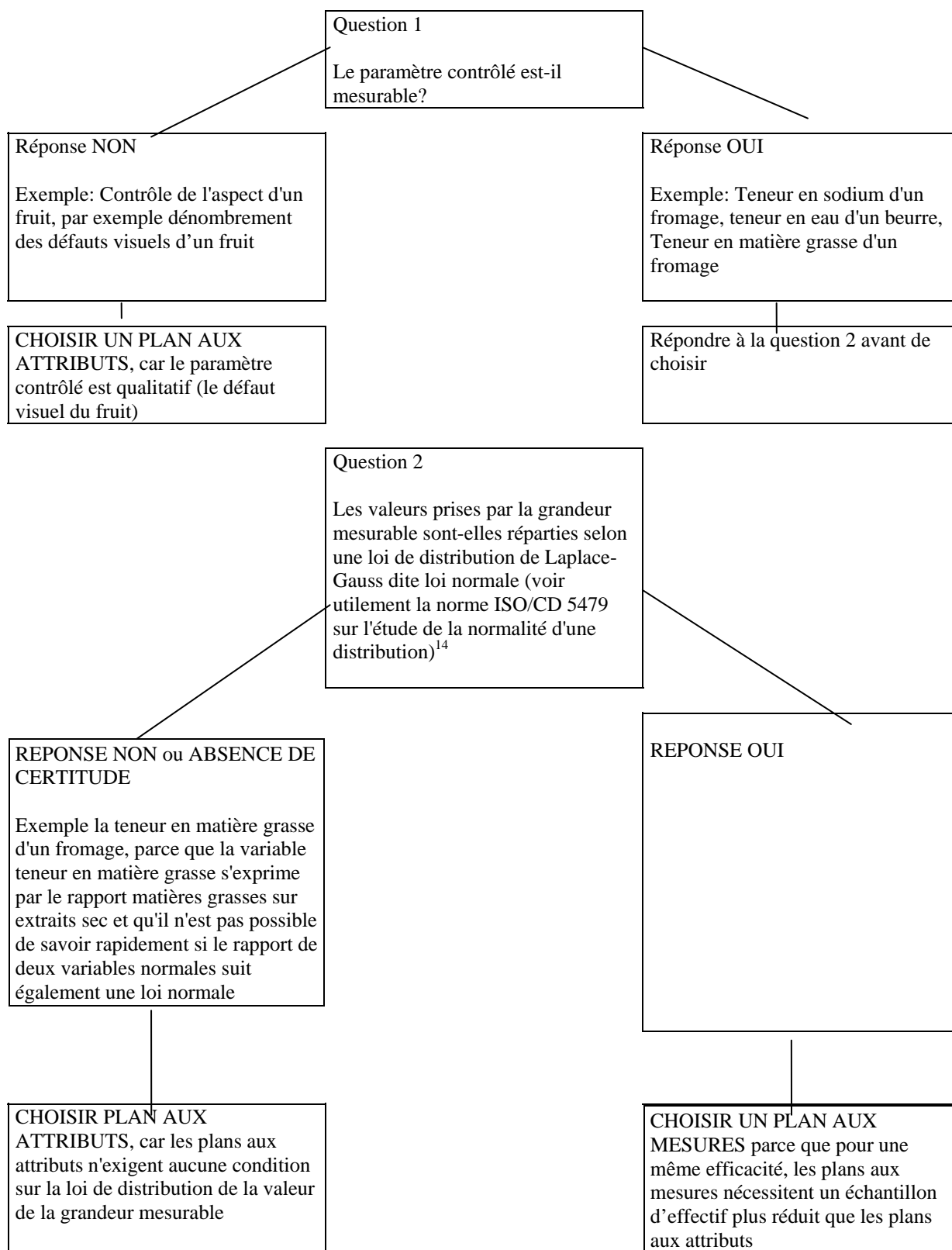
le plan aux attributs (Cf. ci-dessous), il est préférable de choisir un plan aux variables (cf. 2.5.1.4)

Le graphique 4 ci-après qui compare les efficacités d'un plan aux mesures (méthode σ) et d'un plan aux attributs, de même NQA 2,5% et d'effectif d'échantillon égal à 5 prélèvements élémentaires, montre que le plan aux mesures est plus efficace que le plan aux attributs, puisque la qualité limite des lots acceptés dans 10% des cas, est plus faible dans le cas du plan aux mesures (20,7%), que dans le cas du plan aux attributs (36%).

Figure 4



2.5.1.4 arbre de décision pour choisir un plan d'échantillonnage aux attributs ou aux mesures



¹⁴ L'utilisation d'une transformation de variable rendant normale la distribution de la variable transformée peut être utilisée dans le cas où il existe des références la justifiant.

2.5.1.5 Avantages et Inconvénients comparés d'un plan aux attributs et d'un plan aux mesures
Lorsque il est possible de mettre en oeuvre soit un plan aux attributs, soit un plan aux mesures, par exemple lors du contrôle de la teneur en sodium d'un fromage de régime,
 le choix doit se faire notamment après avoir consulté le tableau 6 ci-dessous sur les avantages et les inconvénients comparés des plans aux mesures¹⁵

	AVANTAGES	INCONVENIENTS
PLANS AUX ATTRIBUTS	Aucune condition sur la loi mathématique de distribution de la variable contrôlée Plus grande simplicité du traitement des résultats obtenus sur échantillon	ils sont moins efficace que les plans aux mesures, pour un même effectif n en prélèvements élémentaires de l'échantillon (le LQ est plus forte); ils plus coûteux que les plans aux mesures car l'échantillon prélevé doit contenir plus de prélèvements élémentaires que ceux requis, pour une même efficacité, par le plan aux mesures
PLANS AUX MESURES	ils sont plus efficace que les plans aux attributs, pour un même effectif n en prélèvements élémentaires de l'échantillon (le LQ est plus faible); pour un même NQA, ils sont moins coûteux que les plans aux attributs car l'échantillon prélevé doit contenir moins de prélèvements élémentaires que ceux requis, pour une même efficacité, par le plan aux attributs	ils ne peuvent être utilisés dans tous les cas car pour valider les formules de calcul la loi mathématique de distribution de la variable contrôlée doit obligatoirement suivre une loi normale <i>ou approximativement normale</i>

TABLEAU 6

Les tailles d'échantillon requises pour le contrôle par attributs et par mesures sont comparées dans le tableau 7 ci-après:

TABLEAU 7 Comparaison de tailles d'échantillon pour le contrôle par attributs et par mesures (niveau de contrôle normal)

(d'après le tableau 1 de l'ISO TR 8550)

Lettre code par taille d'échantillon ¹⁶	Tailles d'échantillon	
	Contrôle par attributs	Contrôle par mesures
C	5	4
F	20	10
H	50	20
K	125	50
N	500	150

¹⁵ Lorsque le contrôle de deux spécifications, par exemple la teneur en graisse et la teneur en sodium d'un fromage de régime, nécessite la mise en oeuvre d'un plan aux attributs (pour la teneur en graisse), et aux mesures (pour la teneur en sodium), il est conseillé pour la commodité du contrôle de choisir un plan aux attributs pour les deux spécifications.

¹⁶ d'après le tableau 1 dans ISO TR 8550 la lettre code donne les combinaisons de taille du lot et de "niveau de contrôle" (Section 2.2.7).

2.5.1.6 Situations recommandées pour plans d'échantillonnage aux attributs

Les plans par attributs sont plus sûrs que les méthodes par mesures (ils ne font pas appel à des hypothèses sur la courbe de répartition) et sont plus simples à appliquer. **L'échantillonnage par attributs est recommandé quand on évalue des lots isolés.** Si besoin est, les mesures seront converties en attributs, afin de faciliter l'échantillonnage par attributs.

2.5.1.7 Situations recommandées pour plans d'échantillonnage aux mesures

La méthode par mesures nécessite un échantillon plus réduit que la méthode par attributs pour un degré de protection donné contre des décisions incorrectes - considération importante lorsque l'échantillonnage est destructif. Toutefois, étant donné que chaque caractère qualitatif doit être examiné séparément, la méthode par mesures devient moins appropriée car le nombre de mesures à effectuer sur un seul élément augmente.

2.5.2 PLANS D'ECHANTILLONNAGE A CRITERE D'ACCEPTATION ZERO

(ISO DIS 14560)

Cette norme répond à un besoin de plans d'échantillonnage, fondés sur un critère d'acceptation égal à **zéro**, qui concerne des niveaux de qualité (non-conformité) exprimés en parties par millions (ppm ou milligrammes par Kilogramme) dans des lots isolés. La norme ne porte pas sur les non-conformités d'importance marginale.

Les plans d'échantillonnage à critère d'acceptation égal à zéro dans *ISO DIS 14560*, sont applicables, mais ne sont pas limités, au contrôle a) des unités finales et b) des composantes et des matières premières. Le choix d'un plan approprié dépend du degré souhaité de protection du consommateur pour un niveau ppm choisi de la qualité du produit requise, et de la taille du lot.

2.5.3 PLANS D'ECHANTILLONNAGE POUR CONTROLES DE NON CONFORMITES CRITIQUES

2.5.3.1 Procédure ISO 2859-0

Les non conformes critiques rendent les articles dangereux, ou potentiellement dangereux, et peuvent entraîner des maladies ou la mort. La procédure ci-après peut être utilisée pour établir la taille appropriée de l'échantillon (voir ISO 2859-0; procédures d'échantillonnage pour les contrôles par attributs - Partie 0): une formule simple est utilisée qui met en rapport

- a) le nombre maximal **d** d'éléments non conformes critiques admis dans le lot
- b) **N** l'effectif du lot;
- c) **n** l'effectif de l'échantillon;
- d) **le risque** β que l'on est prêt à prendre de ne pas déceler d'élément non conforme, c'est à dire la probabilité de non détection d'au moins une non-conformité critique¹⁷
- e) La probabilité **p** d'éléments non conformes admis dans le lot contrôlé¹⁸,

$$p = \frac{d}{N}, d = Np \text{ arrondi au chiffre entier le plus proche}$$

¹⁷ Il est usuel de choisir β supérieur à 0,1%.

- n l'effectif de l'échantillon est obtenue par l'équation suivante (en arrondissant au chiffre entier le plus proche):

$$n = (N - d/2) (1 - \beta^{1/(d+1)})$$

le lot est accepté si aucun non conforme critique n'est trouvé dans l'échantillon.

EXEMPLE RECHERCHE DE LA CONTAMINATION DES POMMES PAR LE PLOMB

Détermination de l'effectif d'un échantillon pour le contrôle de la teneur en plomb par pomme, dans un lot de $N = 3454$ pommes pour lequel :

- p le pourcentage maximal d'éléments non-conformes critiques est de 0,2%
- le risque β maximal d'accepter de ne pas déceler d'élément non-conforme est fixé à 0,1%

c = critère d'acceptation du lot = 0 = aucun individu non-conforme dans l'échantillon

Re = critère de refus du lot = au moins un individu non-conforme dans l'échantillon

SOLUTION ¹⁹

1. **Calcul de d** $d = Np = 3454 * 0,002 = 6,908 =$ arrondi par défaut = 6

2. **L'application de la formule** $n = (N - d/2) (1 - \beta^{1/(d+1)})$ donne **$n = 2165$**

Cette valeur très élevée montre la difficulté pratique d'avoir recours à une telle procédure lorsque p et β sont petits. Le coût d'un tel contrôle sera élevé. Cependant, il illustre la valeur d'appliquer des essais de chaque individu dans le lot, simples, non destructifs, mais informatifs. Par exemple, l'observation de bombement de boîtes de conserve, indiquant la présence d'un défaut de fermeture.

SECTION 2.6 COUT DE L'ECHANTILLONNAGE

L'attention des utilisateurs est appelée sur le rapport entre l'efficacité et l'effectif de l'échantillon.. Pour un Niveau de Qualité Acceptable (NQA) donné plus l'effectif de l'échantillon est réduit, moindre est le coût de l'échantillonnage, mais moindre aussi est l'efficacité, c'est à dire que le risque d'accepter à tort des lots non- conformes s'élève, et aggrave les préjudices dans les rapports commerciaux, notamment les pertes financières importantes pour le producteur si un lot se révèle non - conforme.

Ainsi, à titre d'exemple, pour les plans aux attributs proposés en section 4.2.2.3 (Tableau 12, NQA = 6,5%) le risque consommateur (P10) passe de 40,6% ($n=8$) à 68,4% ($n = 2$).

L'attention des utilisateurs est aussi appelée sur le rapport entre l'efficacité et le Niveau de Qualité Acceptable (NQA). Pour un effectif d'échantillon donné, plus le NQA est faible meilleure est l'efficacité.

¹⁸ Il est usuel que p soit au plus égal à 0,2%

¹⁹ voir ISO 2859-0:1995, page 15

Ainsi, à titre d'exemple, pour un échantillon de 20 unités, les plans aux attributs proposés en section 4.2.2.1 (Tableau 10 NQA = 0,65%) et en section 4.2.2.3 (Tableau 12, NQA = 6,5%) le risque consommateur (P10) augmente de 10,9% (NQA = 0,65%) à 30,4%, (NQA = 6,5%).

De ce fait, pour un effectif d'échantillon imposé par des contraintes de coût d'analyse, l'amélioration de l'efficacité des plans d'échantillonnage nécessite le choix de plans correspondant à des NQA faibles, dépendant des produits.

Une autre solution pour réduire les coûts d'échantillonnage est le recours aux plans progressifs ou aux plans, doubles, multiples, qui permettent avec des effectifs d'échantillon réduits d'éliminer rapidement après contrôle les lots de très mauvaise qualité. Ces plans sortent du champ d'application des présentes lignes directrices (voir normes ISO appropriés).

SECTION 3: LE CHOIX DE PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE POUR DES LOTS UNIQUES OU ISOLÉS FAISANT L'OBJET D'UN COMMERCE INTERNATIONAL

Cette section présente le raisonnement pour choisir des plans d'échantillonnage aux attributs pour des lots uniques ou isolés faisant l'objet d'un commerce international. Elle fixe des règles pour:

- les contrôles par attributs, indexés par le niveau de qualité limite (QL) (section 3.1)
- les contrôles par attributs à 2 ou 3 classes pour les évaluations microbiologiques (section 3.2)

3.1 REGLES D'ÉCHANTILLONNAGE POUR LES CONTRÔLES PAR ATTRIBUTS: PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE POUR LES CONTRÔLES DE LOTS ISOLÉS, INDEXÉS D'APRÈS LA QUALITÉ LIMITE

(ISO 2859/2-1985 Règles d'échantillonnage pour les contrôles par attributs - Partie 2: Plans d'échantillonnage pour les contrôles de lots isolés, indexés d'après la qualité limite (QL))

Note préliminaire²⁰

Compte tenu des contraintes de probabilité inhérentes à l'échantillonnage par attributs, les plans de cette section permettent un choix rationnel, parmi les plans existants indexés d'après le NQA tel que défini à la section 4.2. Pour assurer la compatibilité entre les plans de cette section et celle de la section 4.2, des règles similaires d'acceptation et de rejet ainsi que des effectifs comparables de lot sont proposées.

La norme ISO prévoit des plans d'échantillonnage pour des **lots uniques (procédure A, section 3.1.1)** ou des **lots isolés dans une série (procédure B, section 3.1.2)** où il est impossible d'appliquer les "règles de permutation" (voir section 2.2.16). Les deux procédures utilisent la qualité limite (QL; Section 2.2.5) comme indicateur du pourcentage réel de non conformes dans les lots présentés. Le risque correspondant pour le consommateur (probabilité d'acceptation d'un lot au niveau de la qualité limite) est d'ordinaire inférieur à 10 pour cent, mais toujours inférieur à 13 pour cent.

La **procédure A** est utilisée lorsque le producteur et le consommateur souhaitent examiner le lot isolément; elle sert également de procédure par défaut (c'est-à-dire qu'elle est utilisée sauf s'il y a une instruction spécifique visant la procédure B). La procédure A comprend des plans avec un critère d'acceptation égal à zéro, et avec des tailles d'échantillon fondées sur la répartition hypergéométrique des résultats de l'échantillonnage. La **procédure B** est utilisée

²⁰ (c7.1 f iso 2859-2 1985)

lorsque le producteur considère que le lot est un élément d'une série continue, alors que le consommateur considère le lot isolément. Cette démarche permet au producteur de conserver des procédures de production cohérentes pour divers consommateurs tandis que n'importe quel consommateur n'est concerné que par un seul lot particulier. La procédure B ne comporte pas de plans où le critère d'acceptation est égal à zéro, le remplaçant par une évaluation en pourcentage.

Les procédures A et B peuvent être comparées comme suit:

Procédure A (procédure par défaut)	Procédure B
Producteur et consommateur considèrent le lot isolément	Le producteur considère que le lot est un élément d'une série continue; le consommateur considère le lot isolément
Identifiée par la taille du lot et la QL	Identifiée par la taille du lot, la QL et le niveau de contrôle
Comprend des plans ayant un critère d'acceptation égal à zéro	Les plans ayant un critère d'acceptation égal à zéro ne sont pas inclus
Des plans d'échantillonnage double et multiple peuvent être utilisés en remplacement des plans avec critère d'acceptation égal à zéro	Des plans d'échantillonnage double et multiple peuvent être utilisés en remplacement des plans d'échantillonnage simple

3.1.1 PROCEDURE A: PRODUCTEUR ET CONSOMMATEUR CONSIDERENT LE LOT ISOLEMENT

L'application de la procédure A est illustrée comme suit:

**Résumé du plan d'échantillonnage
(Tableau D1 de la norme ISO 2859/2-1985)**

Fixer la QL



**Choisir la taille (n) de l'échantillon et le critère d'acceptation (c) (Tableau A de la norme ISO 2859/2-1985)
et prélever l'échantillon**



Contrôler chaque élément de l'échantillon



Accepter le lot si: le nombre d'éléments non conformes \leq Ca

3.1.2 PROCEDURE B: LE PRODUCTEUR CONSIDERE QUE LE LOT EST UN ELEMENT D'UNE SERIE CONTINUE; LE CONSOMMATEUR CONSIDERE LE LOT ISOLEMENT

L'application de la procédure B peut se résumer comme suit:

**Résumé des plans d'échantillonnage
Tableaux B1-B10, ISO 2859/2-1985**

Fixer la QL



Choisir le niveau de contrôle
(Tableau I de la norme ISO 2859-1 : 1989 et Tableau B6 de la norme ISO 2859/2-1985)



**Choisir la taille (n) de l'échantillon et le critère d'acceptation (c) (Tableaux B1-B10, ISO 2859/2-1985)
et prélever l'échantillon**



Contrôler chaque élément de l'échantillon



Accepter le lot si: le nombre d'éléments non conformes est $\leq c$

3.2 PLANS PAR ATTRIBUTS A DEUX ET TROIS CLASSES POUR LES EVALUATIONS MICROBIOLOGIQUES (VOIR. 6.1)

3.2.1 PLANS PAR ATTRIBUTS A DEUX CLASSES

Les plans par attributs à deux classes sont un moyen d'inspection simple où le plan d'échantillonnage est défini par deux valeurs, n et c. La valeur de n donne la taille de l'échantillon, en nombre d'éléments, et la valeur c donne le nombre maximal d'éléments non conformes autorisés dans l'échantillon. Lorsqu'on fait une évaluation microbiologique, la concentration maximale autorisée de micro-organismes dans tout élément est indiquée par m; tout élément contaminé à une concentration supérieure à m est considéré comme non conforme.

Pour une valeur donnée de c, la rigueur du plan (probabilité de rejet) augmentera si n augmente. De même, pour une valeur donnée de n, la rigueur augmentera à mesure que c diminue. L'équation de la courbe d'efficacité de tels plans est la suivante:

$$P_A = P [X \leq c] = \sum_{i=0}^{i=c} C_n^i p^i (1-p)^{n-i}$$

où

P_A = Probabilité d'accepter le lot

p = Taux de défectueux dans le lot, c'est à dire de lots pour lesquels la concentration en microorganismes dépasse m

i et x sont des variables entières discrètes qui varient entre 0 et c

$$C_n^i = \frac{n!}{i!(n-i)!}$$

Résumé d'un plan d'échantillonnage à 2 classes

Fixer la valeur de, n, de c



Réaliser l'échantillon avec n prélèvements élémentaires



Contrôler chaque prélèvement élémentaire de l'échantillon



Accepter le lot si le nombre d'articles marginalement défectueux est $\leq c$

EXEMPLE Contrôle de la concentration de salmonelles dans des légumes frais

Prescription d'un plan de l'ICMSF

5 prélèvements élémentaires de 25 grammes dans l'échantillon

m = teneur maximale admise en salmonelles par prélèvement élémentaire = 0 CFU dans 25 grammes

Le lot est accepté si $c = 0$, c'est à dire qu'il n'y a aucun prélèvements élémentaires dans l'échantillon où la concentration x en salmonelles est supérieure à m. Le lot est refusé dans le cas contraire.

Résultat des mesures de concentration dans les prélèvements élémentaires de l'échantillon

X1 = 2 salmonelles dans 25 grammes, X2=X3=X4=X5= 0 salmonelle dans 25 grammes

Comme il y a un prélèvement élémentaire dont la concentration en salmonelles dépasse m, le lot est refusé.

3.2.2 PLANS PAR ATTRIBUTS A TROIS CLASSES²¹

Les plans par attributs à trois classes sont définis par les valeurs n, c, m et M (voir plus loin) et sont appliqués dans des situations où la qualité du produit peut être divisée en trois classes d'attributs selon la concentration de micro-organismes dans l'échantillon:

qualité inacceptable, avec concentration de micro-organismes supérieure à la valeur M (qui ne doit être dépassée dans aucun des éléments de l'échantillon).

bonne qualité, où la concentration ne doit pas dépasser la valeur m.

qualité acceptable à la rigueur, il s'agit d'éléments marginaux où la concentration dépasse m, mais est inférieure à M (ces concentrations sont indésirables mais certaines peuvent être acceptées), c est le nombre maximal de prélèvements élémentaires de l'échantillon, dans lesquels la concentration en microorganismes est comprise entre m et M.

La valeur m est la concentration de micro-organismes qui est acceptable et réalisable dans l'aliment inspecté, selon les bonnes pratiques commerciales. Pour les plans à trois classes, m a en général une valeur différente de zéro.

²¹ Pour des lots hétérogènes (en particulier, ceux pour lesquels la distribution de la caractéristique contrôlée présentent plusieurs pics de valeurs) un plan d'échantillonnage stratifié devrait être utilisé

La valeur M est un niveau de contamination dangereux ou inacceptable provoqué par de mauvaises pratiques d'hygiène, y compris un entreposage inadéquat. Il y a plusieurs façons de choisir la valeur de M:

- i) comme indice de "l'utilité" (détérioration ou durée de conservation), en liant les niveaux de contamination à la détérioration détectable (odeur, saveur) ou à une durée de conservation beaucoup trop brève;
- ii) comme indicateur général d'hygiène, en liant les niveaux de contamination indicatrice à un niveau d'hygiène clairement inacceptable;
- iii) en tant que risque pour la santé, en liant les niveaux de contamination à une maladie. Des données variées peuvent être utilisées à cette fin y compris, par exemple, des données épidémiologiques, ou bien des données tirées d'expériences d'alimentation animale et humaine.

Les valeurs de m et de M sont indépendantes l'une de l'autre et ne sont pas en relation constante.

Les valeurs retenues pour n et c varient selon la rigueur souhaitée (probabilité de rejet). Pour des cas "rigoureux", n est élevé et c est faible; pour des cas moins rigoureux, n est faible et c est élevé. Le choix de n est généralement un compromis entre la probabilité idéale d'assurance pour la sécurité du consommateur et la charge de travail que le laboratoire peut assumer.

Si la concentration de micro-organismes dans n'importe quel prélèvement élémentaire de l'échantillon est supérieure à M, le lot est immédiatement rejeté.

L'équation de la courbe d'efficacité de tels plans est:

$$P_a = \sum_{i=0}^{i=c} C_n^i \left(\frac{P_m}{100}\right)^i \left(\frac{100 - P_d - P_m}{100}\right)^{n-i}$$

où

- (P_a) est la probabilités d'acceptation de lots contenant des pourcentages choisis d'éléments défectueux (P_d ; = Taux de défectueux dans le lot, c'est à dire de lots pour lesquels la concentration en microorganismes dépasse M, concentration > M) et d'éléments acceptables à la rigueur
- (P_m) est le taux d'individus marginaux dans le lot, c'est à dire de lots pour lesquels la concentration en microorganismes est comprise entre m et M),
- n est le nombre de prélèvements élémentaires dans l'échantillon
- c est le nombre maximal autorisé d'éléments marginaux, acceptables à la rigueur.

<p>Résumé des plans d'échantillonnage à 3 classes</p>
--

Fixer la valeur de m, de M, de n, de c



Réaliser l'échantillon avec n prélèvements élémentaires



Contrôler chaque prélèvement élémentaire de l'échantillon



**Accepter le lot si le nombre d'éléments marginalement défectueux $\leq c$,
un élément marginalement défectueux est un prélèvement élémentaire qui présente une
concentration de micro-organismes comprise entre m et M**



**Rejeter immédiatement le lot si la concentration de micro-organismes
dans n'importe quel prélèvement élémentaire est $> M$**

EXEMPLE Contrôle de la concentration en MICROORGANISMES mésophiles aérobies
dans des légumes frais

Prescription d'un plan de l'ICMSF

$n = 5$ = nombre de prélèvement élémentaire dans l'échantillon

$c = 2$, nombre maximum admissibles de prélèvements élémentaires de l'échantillon
dont la concentration en mésophiles aérobies est comprise entre m et M

$m = 10^6$ CFU par gramme

$M = 5 \cdot 10^7$ CFU par gramme

Lot accepté si aucun prélèvement élémentaire présente une concentration supérieure à
M et si le nombre maximum de prélèvements élémentaires de l'échantillon dont la
concentration en mésophiles aérobies est comprise entre m et M, est au plus égal à c

Résultat des mesures de concentration dans les prélèvements élémentaires de l'échantillon

Les mesures de la concentration dans l'échantillon sont les suivantes:

$$x_1 = 2 \cdot 10^7$$

$$x_2 = 2 \cdot 10^6$$

$$x_3 = 2 \cdot 10^7$$

$$x_4 = 2 \cdot 10^6$$

$$x_5 = 2 \cdot 10^6$$

Il y a 5 prélèvements élémentaires de l'échantillon dont la concentration en
mésophiles aérobies est comprise entre m et M, ce nombre est supérieur à c, le
lot est refusé

3.2.3 APPLICATION DES PLANS PAR ATTRIBUTS A DEUX ET TROIS CLASSES

Les plans par attributs à deux et trois classes conviennent parfaitement pour les contrôles aux
points d'entrée et autres situations axées sur la protection des consommateurs où on dispose
de peu d'informations concernant l'histoire microbiologique du lot. Les plans sont
indépendants de la taille du lot si le lot est important par rapport à la taille de l'échantillon. La
relation entre la taille de l'échantillon et la taille du lot ne devient pertinente que lorsque la
taille de l'échantillon est proche du quart de la taille du lot, situation qui se rencontre rarement
dans les contrôles bactériologiques des produits alimentaires.

Lorsqu'on choisit un plan, il faut prendre en considération: i) le type et la gravité des risques que présentent les micro-organismes; et ii) les conditions dans lesquelles le produit alimentaire sera traité et consommé après échantillonnage. Le tableau 8 ci-dessous, (d'après le tableau 10, de la publication ICMSF), classe 15 "cas" différents de plans d'échantillonnage prenant ces facteurs en considération, la rigueur des plans augmentant avec le type et le degré de risques.

Nature du danger pour la santé	Danger diminué	Danger inchangé	Danger augmenté
Pas de danger direct (altération des aliments et durée de vie))	n = 5, c = 3	n = 5, c = 2	n = 5, c = 1
Danger indirect faible (microorganismes indicateurs)	n = 5, c = 3	n = 5, c = 2	n = 5, c = 1
Danger direct modéré (extension limitée)	n = 5, c = 2	n = 5, c = 1	n = 10, c = 1
Danger direct modéré direct mais de large extension possible dans les aliments	n = 5, c = 0	n = 10, c = 0	n = 20, c = 0
Danger grave direct	n = 15, c = 0	n = 30, c = 0	n = 60, c = 0

Tableau 8

Le cas 1 correspond au plan le moins rigoureux tandis que le cas 15 impose les critères les plus rigoureux. Au tableau 8, un plan d'échantillonnage est recommandé pour chacun des 15 "cas".

Par exemple:

- i) Un plan d'échantillonnage est nécessaire pour inspecter du poisson frais ou surgelé et rechercher la bactérie *Escherichia coli*. La contamination du poisson par *E. coli* est considérée 1) comme un risque indirect faible pour la santé qui sera sans doute réduit lors de la préparation du poisson. Normalement, le poisson sera cuit avant consommation. Par conséquent, la contamination du poisson par *E. coli* peut être classée comme cas 4 au tableau 10 et le plan d'échantillonnage recommandé est un plan par attributs à 3 classes, où n = 5 et c = 3. (Il faut aussi indiquer les valeurs de m et de M)
- ii) La contamination de la chair de crabe cuite par *Staphylococcus aureus* est considérée 1) comme un risque direct modéré pour la santé, dont l'extension est limitée mais qui risque d'augmenter avec la préparation (Cas 9). En conséquence, le plan d'échantillonnage approprié pour le contrôle de *Staph. aureus* dans la chair de crabe cuite est un plan à 3

classes où $n = 10$ et $c = 1$. (Il faut aussi indiquer les valeurs de m et de M)

- iii) La contamination de produits de boulangerie surgelés, prêts à consommer (avec garnitures peu acides ou à forte teneur en eau) par *Salmonella* est considérée comme un risque direct modéré pour la santé qui peut se propager dans les aliments et augmenter avec la préparation (Cas 12). Dans cet exemple, le plan approprié est un plan à 2 classes où $n = 20$ et $c = 0$.

3.3 PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE POUR CONTRÔLE D'UNE TENEUR MOYENNE (ECART-TYPE INCONNU)

Un tel contrôle est effectué par un test qui permet d'assurer que la teneur moyenne de la caractéristique contrôlée est au moins égal à soit :

La quantité indiquée sur l'étiquetage d'une denrée alimentaire
La teneur fixée par une réglementation ou un code des usages (par exemple poids net ou volume net)

Description du test

n est l'effectif d'échantillon en individus

$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$ est la valeur moyenne du caractère contrôlé calculée sur l'échantillon

$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$ est l'estimateur de l'écart-type calculé sur l'échantillon

α est le niveau de confiance du test, c'est à dire la probabilité de conclure à tort que la teneur moyenne du caractère contrôlé est hors de l'intervalle de confiance estimé

t_α est la valeur d'une variable de Student à $n-1$ degrés de liberté au niveau de confiance $1 - \alpha$ ²².

M est la valeur fixée pour la moyenne du lot.

Règles de Décision

Le lot est accepté; il est refusé dans le cas contraire

$$\bar{x} \geq M - \frac{t_\alpha \times s}{\sqrt{n}}$$

Le tableau suivant indique les valeurs de la variable t d'une distribution de Student, à $n-1$ degrés de liberté pour quelques effectifs (n) d'échantillons au risque α de 5 % et de 0,5 %.

²² α est généralement fixé à 5%, ou 0,5%.

n effectif d'échantillon	t-valeur ($\alpha = 5\%$)	t-valeur ($\alpha = 0,5\%$)
5	2,13	4,60
10	1,83	3,25
15	1,76	2,98
20	1,73	2,86
25	1,71	2,80
30	1,70	2,76
35	1,69	2,73
40	1,68	2,71
45	1,68	2,69
50	1,68	2,68

SECTION 4: CHOIX DE PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE POUR UNE SÉRIE CONTINUE DE LOTS PROVENANT D'UNE SOURCE UNIQUE

4.1 PRÉSENTATION

Normalement, les plans d'échantillonnage décrits aux sections 4.2 et 4.3 ne devraient s'appliquer qu'à une série continue de lots provenant d'une source unique. Toutefois, les plans décrits ci-après (y compris les règles de permutation) peuvent être utilisés lorsque des données ont été obtenues décrivant la qualité des lots isolés, provenant d'une source unique, sur une période prolongée.

Cette section traite du choix des plans d'échantillonnage simple pour le contrôle du pourcentage de défectueux, pour une série continue de lots provenant d'une source unique.

Elle recommande des plans d'échantillonnage simple aux attributs (section 4.2) et aux mesures (section 4.3)²³ avec leurs caractéristiques:

- nombre de prélèvements élémentaires dans l'échantillon,
- Niveau de Qualité acceptable (NQA),
- pour les plans aux attributs: critère d'acceptation c , c'est à dire le nombre maximum de prélèvements élémentaires défectueux dans l'échantillon,
- pour les plans aux mesures: la constante d'acceptation K à faire figurer dans la formule d'acceptation du lot;
- courbes d'efficacité.

Ces plans se limitent, dans un souci de simplicité de lecture du document, de difficulté minimale de mise en oeuvre des plans, et de coût minimal du contrôle, aux caractéristiques suivantes:

- **NQA 0,65%, 2,5%, 6,5%**
- n = nombre de prélèvements élémentaires dans l'échantillon, **compris entre 2 et 50**
- P_{95} = Taux de non-conformité des lots acceptés dans 95% des cas ;
- P_{50} = Taux de non-conformité des lots acceptés dans 50% des cas
- P_{10} = Taux de non-conformité des lots acceptés dans 10% des cas = LQ

²³ Les plans de la section 4.3.2 peuvent aussi être utilisés pour des lots isolés

Les Comités du Codex, et le cas échéant les gouvernements, choisiront parmi ces plans en fonction de l'objectif qualité qu'ils se proposent de satisfaire. Ce niveau de qualité est précisé par le Niveau de Qualité Acceptable.

Le plus bas niveau de qualité admissible ou LQ découle des caractéristiques du choix de n et du NQA

Chaque plan d'échantillonnage simple recommandé à la section 4 est accompagné d'un tableau indiquant les caractéristiques du plan (NQA, n= effectif de l'échantillon, c= critère d'acceptation du lot, dans le cas de plans aux attributs, K= constante d'acceptation dans le cas de plans aux mesures, et les probabilités d'accepter des lots en fonction du taux d'individus défectueux contenus dans ces lots, notamment le LQ ou taux de défectueux dans des lots acceptés dans 10% des cas.

Chacun de ces plans recommandés selon le NQA et l'effectif n de l'échantillon, **est également regroupé par NQA, dans un graphique** comme la figure 5 ci-dessous, de la courbe d'efficacité qui relie le taux de défectueux dans un lot contrôlé et la probabilité d'accepter ce lot.

L'exemple ci-après illustre ce principe de présentation des plans recommandés avec tableaux (Tableau 7) et graphique (figure 5) des courbes d'efficacité pour des plans d'échantillonnage simple aux attributs de NQA = 6,5% pour n = 2 c = 0 à n = 50 c = 7

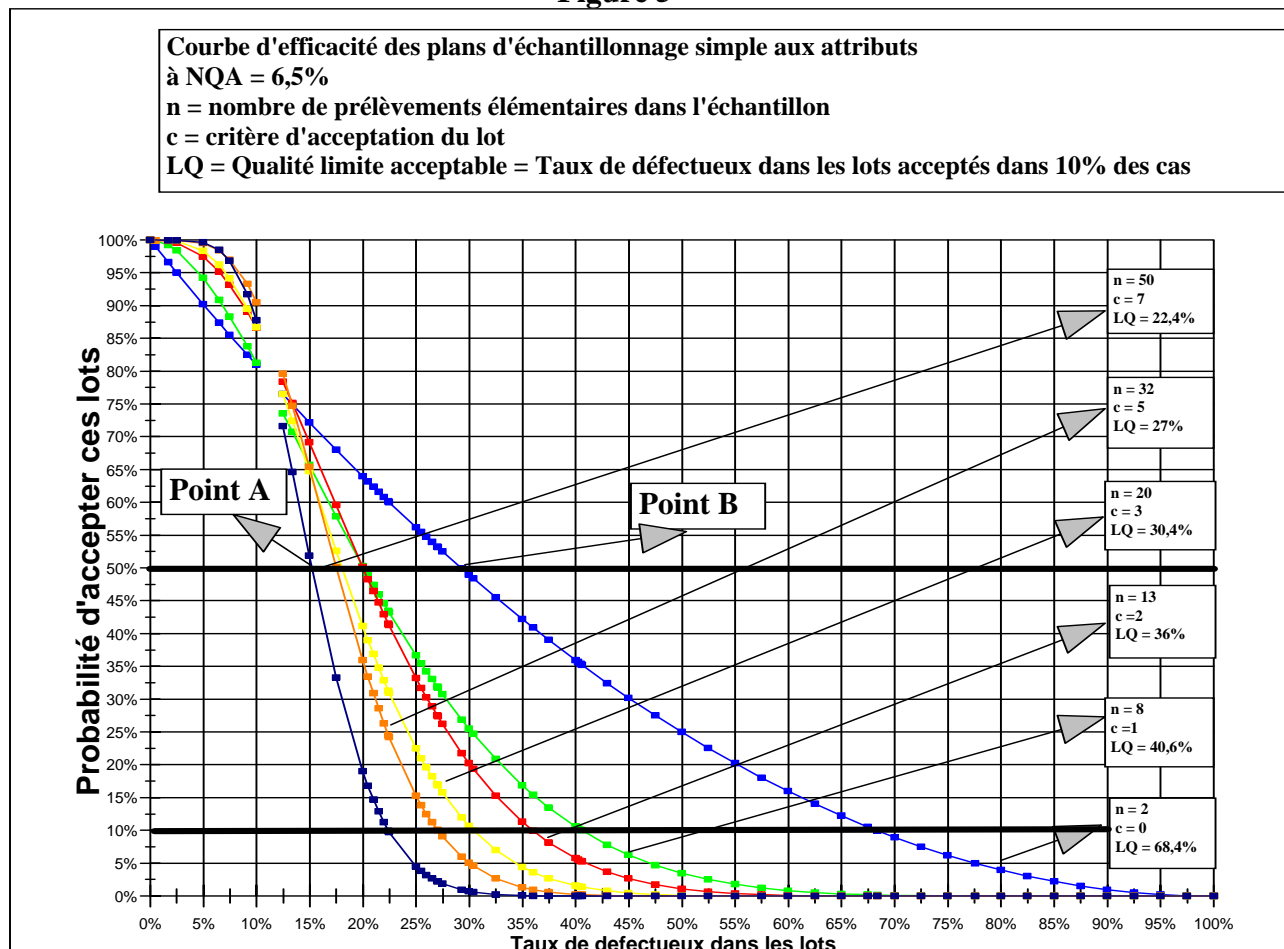
Taux de défectueux dans les lots	Probabilité d'accepter ces lots n = 2, c = 0 P ₉₅ =2,53% P ₅₀ =29,3% P ₁₀ ²⁴ =68,4%	Probabilité d'accepter ces lots n = 8, c=1 P ₉₅ =2,64% P ₅₀ =20% P ₁₀ =40,6%	Probabilité d'accepter ces lots n = 13, c= 2 P ₉₅ =6,63% P ₅₀ =20% P ₁₀ = 36% P ₁₀ =40,6%	Probabilité d'accepter ces lots n = 20, c= 3 P ₉₅ =7,13% P ₅₀ =18,1% P ₁₀ =68,4%	Probabilité d'accepter ces lots n = 32, c= 5 P ₉₅ =8,5% P ₅₀ =17,5% P ₁₀ =27,1%	Probabilité d'accepter ces lots n = 50, c= 7 P ₉₅ =8,2% P ₅₀ =15,2% P ₁₀ =22,4%
0%	100%	100%	100%	100%	100%	100%
5 %	90,3%	94,3%	97,5%	98,4%	99,5%	99,7%
6,5%	87,4%	90,9%	95,2%	96,3%	98,4%	98,5%
10 %	81%	81,3%	86,6%	86,7%	90,6%	87,8%
20%	64%	50%	50%	41,1%	36%	19%
30 %	49%	25,5%	20,2%	10,7%	5,1%	0,7%
40%	36%	10,6%	5,8%	1,6%	0,3%	0%
50%	25%	3,5%	1,1%	0,1%	0%	0%
60 %	16%	0,9%	0,1%	0%	0%	0%
80%	4,0%	0%	0%	0%	0%	0%
90%	1%	0%	0%	0%	0%	0%
100%	0%	0%	0%	0%	0%	0%

TABLEAU 9

La figure 5 regroupe les courbes d'efficacité de ces plans aux attributs, de NQA égal à 6,5%, fixés par la norme ISO 2859-1.

²⁴ P₁₀ = Taux de non-conformité des lots acceptés dans 10% des cas

Figure 5



La courbe du graphique, qui passe par point A correspond à un lot contrôlé par un échantillon de 50 prélèvements élémentaires. Le lot est accepté au contrôle s'il y a au plus 7 prélèvements élémentaires défectueux dans l'échantillon. L'abscisse du point A (15%) correspond à un lot contenant 15% d'individus défectueux, l'ordonnée du point A (50%) correspond à la probabilité d'accepter ces lots contenant 15% d'individus défectueux.

La courbe du graphique, qui passe par point B correspond à un lot contrôlé par un échantillon de 2 prélèvements élémentaires. Le lot est accepté au contrôle s'il y a 0 prélèvement élémentaire défectueux dans l'échantillon. L'abscisse du point B (30%) correspond à un lot contenant 30% d'individus défectueux, l'ordonnée du point B (50%) correspond à la probabilité d'accepter ces lots contenant 30% d'individus défectueux.

Ce graphique montre que plus l'effectif de l'échantillon est important, moins il y a de risques pour le consommateur²⁵ d'accepter des lots contenant des taux élevés d'individus défectueux.

²⁵ Le risque consommateur correspond généralement au LQ, taux de défectueux dans les lots acceptés dans 10% des cas

4.2 PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE SIMPLE DU CONTROLE DU POURCENTAGE DE DEFECTUEUX PAR ATTRIBUTS, RECOMMANDES

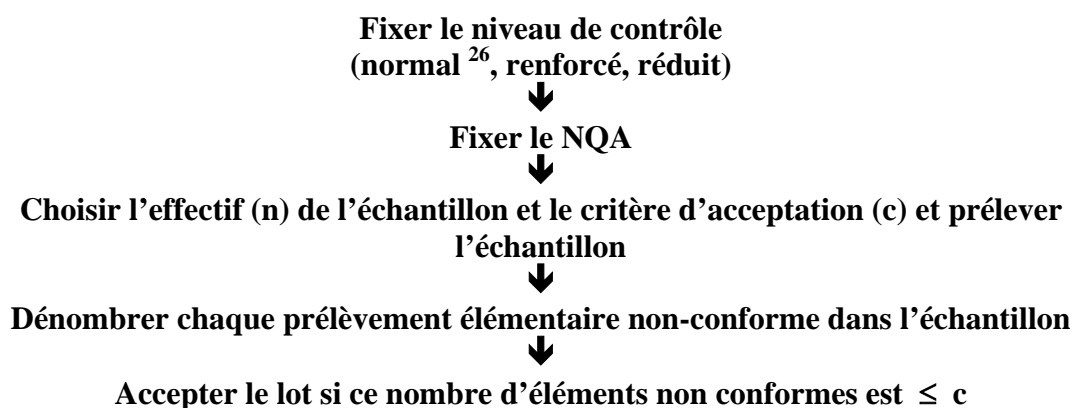
EXTRAITS DE LA NORME ISO 2859-1:1989

4.2.1 GENERALITES

Le principe de tels plans d'échantillonnage est exposé en 2.5.1.1

L'application de la norme ISO 2859-1 concernant les plans d'échantillonnage par attributs peut se résumer comme suit:

Résumé des plans d'échantillonnage par attributs



4.2.2 PLANS AUX ATTRIBUTS RECOMMANDES

Le présent document recommande les plans d'échantillonnage simple suivants, de nature à couvrir de fréquentes situations de contrôles. Ils sont extraits de la norme ISO 2859-1, et **caractérisés par leur NQA**, (NQA de 0,65%, et 6,5% couvrent les cas les plus fréquents) **et l'effectif n** de l'échantillon en prélèvements élémentaires et **c** le critère d'acceptation qui fixe le nombre maximal de prélèvements élémentaires défectueux autorisés dans l'échantillon d'effectif n, pour accepter le lot. Chaque plan est accompagné d'un tableau qui indique la probabilité d'accepter les lots taux en fonction du taux de défectueux dans ces lots. Pour chaque NQA, un graphique récapitule les courbes d'efficacité des plans recommandés correspondants.

Les courbes d'efficacité ont été construites point par point à partir de l'équation

$$P_A = P [X \leq c] = \sum_{i=0}^{i=c} C_n^i p^i (1-p)^{n-i}$$

P_A = Probabilité d'accepter le lot

p = Taux de défectueux dans le lot

i et x sont des variables entières discrètes qui varient entre 0 et c

²⁶ Tout niveau de contrôle autre que le contrôle normal doit être justifié par les utilisateurs des plans d'échantillonnage

$$C_n^i = \frac{n!}{i!(n-i)!}$$

Le tableau 10 (d'après la procédure NMKL n°12, voir référence 5) décrit le nombre d'individus à échantillonner, à différents niveaux d'inspection, effectifs de lots et critère d'acceptation à NQA : 0,65%, 2,5%, 6,5%, respectivement. Ce tableau est une simplification des plans d'échantillonnage simple aux attributs de l'ISO 2859-1. Cette table prend en compte 3 niveaux d'inspection : renforcé, normal et réduit (voir 2.2.16).

Table 10. Plans d'échantillonnage aux attributs

Effectif du lot (Nombre d'unités)	Niveau d'inspection			
	Réduit	Normal	Renforcé	
2-8	n	2	2	3
	c à NQA = 0,65	0	0	0
	c à NQA = 2,5	0	0	0
	c à NQA = 6,5	0	0	0
9-15	n	2	3	5
	c à NQA = 0,65	0	0	0
	c à NQA = 2,5	0	0	0
	c à NQA = 6,5	0	0	1
16-25	n	2	5	8
	c à NQA = 0,65	0	0	0
	c à NQA = 2,5	0	0	0
	c à NQA = 6,5	0	1	1
26-50	n	2	8	13
	c à NQA = 0,65	0	0	0
	c à NQA = 2,5	0	0	1
	c à NQA = 6,5	0	1	1
51 - 90	n	2	13	20
	c à NQA = 0,65	0	0	0
	c à NQA = 2,5	0	1	1
	c à NQA = 6,5	0	2	2
91 - 150	n	3	20	32
	c à NQA = 0,65	0	0	0
	c à NQA = 2,5	0	1	1
	c à NQA = 6,5	0	3	3
151 - 280	n	5	32	50
	c à NQA = 0,65	0	0	1
	c à NQA = 2,5	0	2	2
	c à NQA = 6,5	1	5	5
281 - 500	n	8	50	80
	c à NQA = 0,65	0	1	1
	c à NQA = 2,5	0	3	3
	c à NQA = 6,5	1	7	8
501 - 1 200	n	13	80	125
	c à NQA = 2,5	0	1	1
	c à NQA = 6,5	1	5	5
		2	10	12
1 201 – 1 320	n	20	125	200
	c à NQA = 0,65	1	2	2
	c à NQA = 2,5	1	7	8
	c à NQA = 6,5	3	14	18
1 321 – 10 000	n	32	200	315
	c à NQA = 0,65	0	3	3
	c à NQA = 2,5	2	10	12

	c à NQA = 6,5	5	21	18
10 001 – 35 000	n	50	315	500
	c à NQA = 0,65	1	5	5
	c à NQA = 2,5	3	14	18
	c à NQA = 6,5	7	21	18
35 001 - 150 000	n	80	500	800
	c à NQA = 0,65	1	7	8
	c à NQA = 2,5	5	21	18
	c à NQA = 6,5	10	21	18
150 001 - 500 000	n	125	800	1 250
	c à NQA = 0,65	2	10	12
	c à NQA = 2,5	7	21	18
	c à NQA = 6,5	12	21	18
500 001 et plus	n	200	1 250	2 000
	c à NQA = 0,65	3	14	18
	c à NQA = 2,5	10	21	18
	c à NQA = 6,5	12	21	18

4.2.2.1 PLANS A NQA = 0,65% (cf tableau 11 et figure 6)

Taux de défectueux dans les lots	Probabilité d'accepter ces lots: Plan Contrôle normal Lettre code F, NQA = 0,65%, n= 20, c =0
0%	100%
0,05%	99%
0,25%	95%
0,525%	90%
0,65%	87,8%
1,43%	75%
3,41%	50%
5%	35,8%
6,7%	25%
10%	12,2%
10,9%	10%
13,9%	5%
15%	3,9%
20%	1,2%
20,6%	1%
30%	0,1%
35%	0%
100%	0%

TABLEAU 11

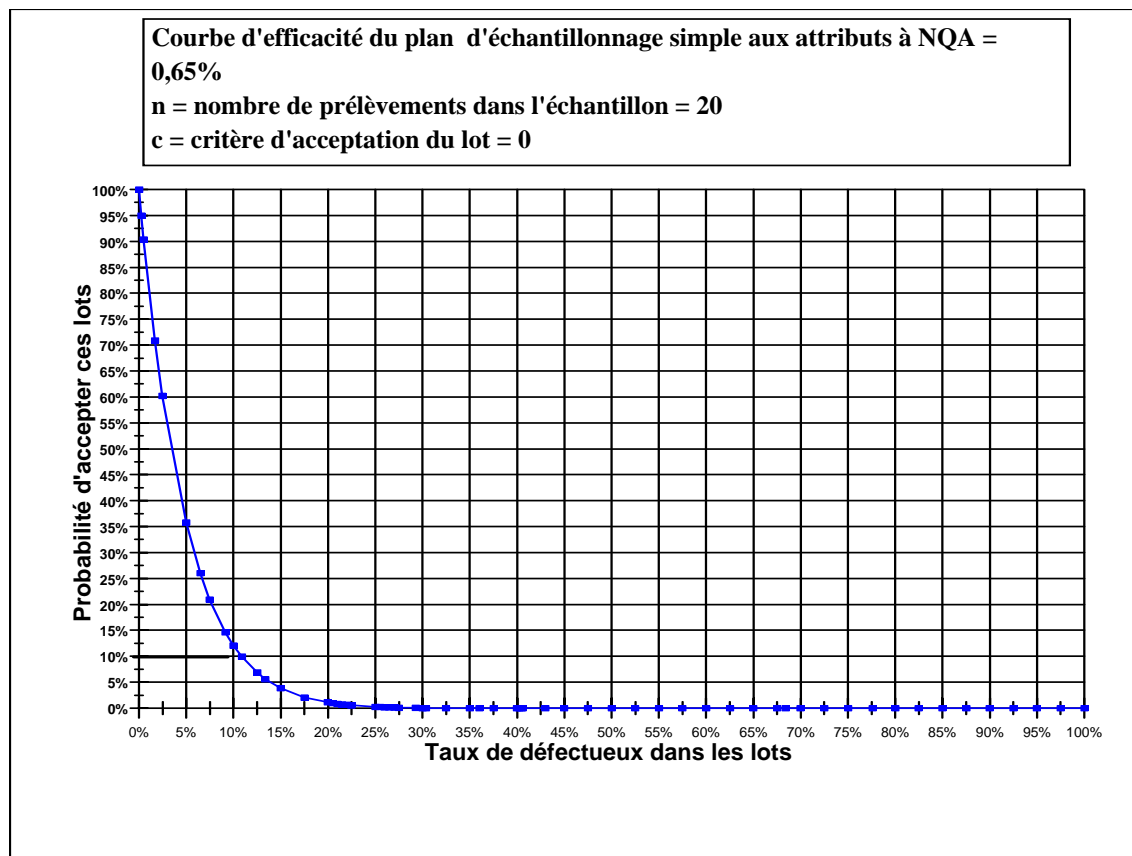


FIGURE 6

4.2.2.2 PLANS A NQA = 2,5% (cf Tableau 12 et figure 7)

Probabilité d'accepter ces lots : Plan Contrôle normal				
Taux de défectueux dans les lots	Lettre code C n= 5, c =0 NQA = 2,5%, P ₉₅ = 1,02% P ₅₀ =12,2% P ₁₀ = 36,9%	Lettre code F, n= 20, c =1 NQA= 2,5%, P ₉₅ = 1,8% P ₅₀ =8,25% P ₁₀ = 18,1%	Lettre code G, NQA = 2,5%, n= 32, c =2 P ₉₅ = 2,59% P ₅₀ =8,25% P ₁₀ = 15,8%	Lettre code H, NQA = 2,5%, n= 50, c =3 P ₉₅ = 2,77% P ₅₀ =7,29% P ₁₀ = 12,9%
0%	100%	100%	100%	100%
1%	95%	98,3%	99,6%	99,8%
2,5%	88,1%	91,2%	95,5%	96,4%
5%	77,4%	73,6%	78,6%	76%
10%	59%	39,2%	36,7%	25%
15%	44,4%	17,6%	12,2%	4,6%
20%	32,8%	6,9%	3,2%	0,6%
30%	16,8%	0,8%	0,1%	0%
40%	7,8%	0,1%	0%	0%
50%	3,1%	0%	0%	0%
100%	0%	0%	0%	0%

TABLEAU 12 PROBALITE D'ACCEPTATION DES LOTS A NQA = 2,5%

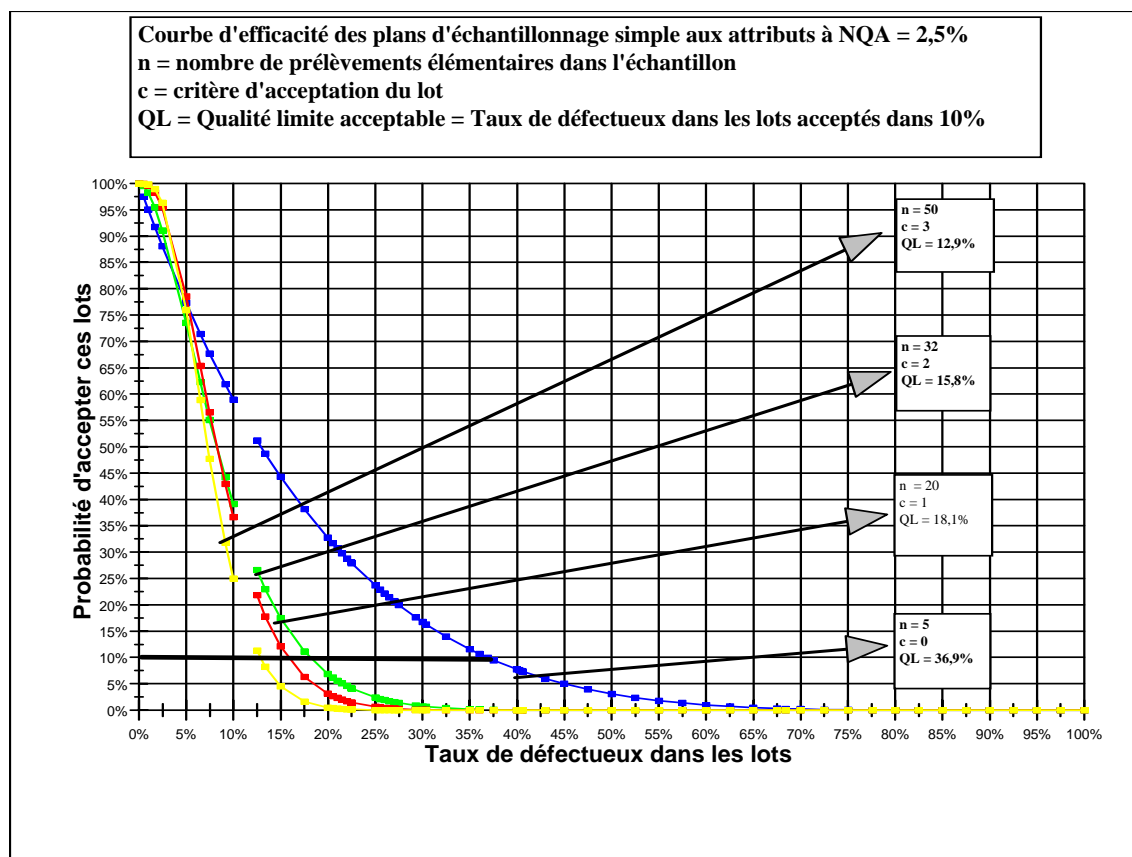


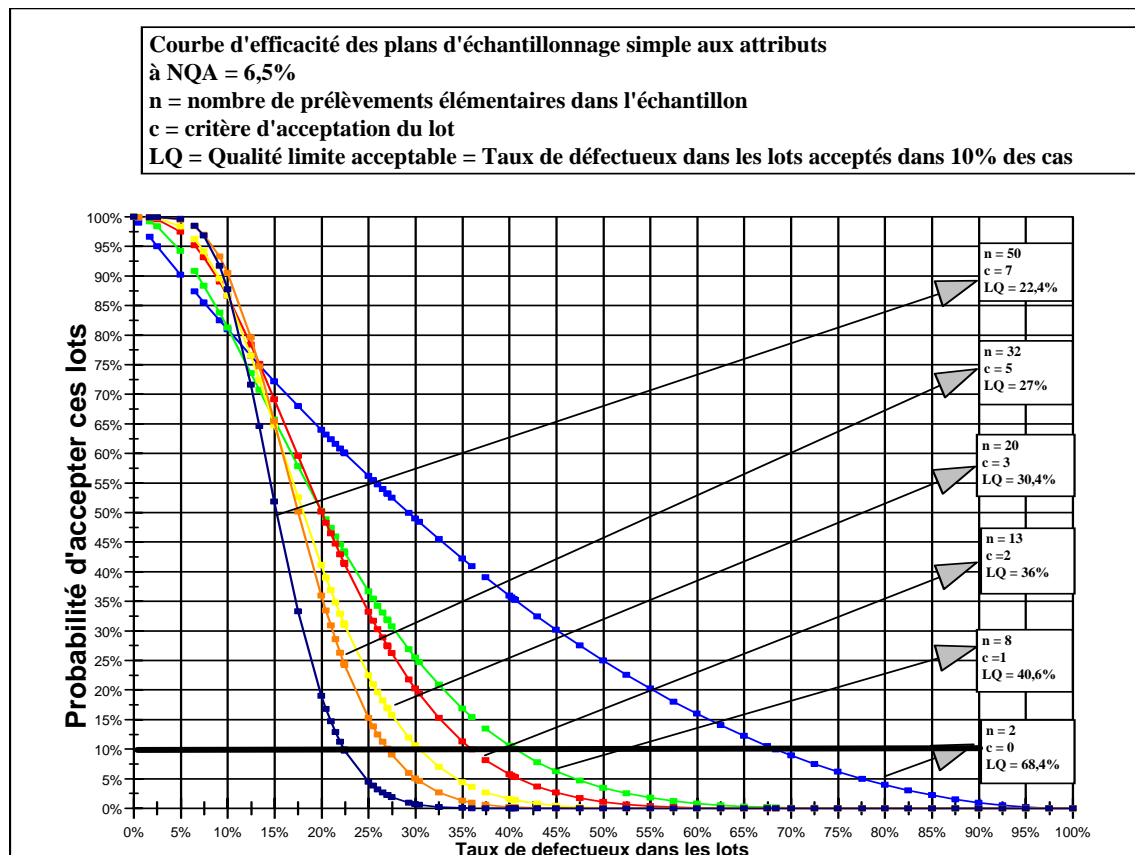
FIGURE 7

4.2.2.3 PLANS A NQA = 6,5% (cf tableau 13 et figure 8)

	Probabilité d'accepter ces lots : Plan Contrôle normal					
Taux de défectueux dans les lots	Lettre code A, NQA=6,5% n= 2, c =0 P ₉₅ = 2,53% P ₅₀ =29,3% P ₁₀ =68,4%	Lettre code D, NQA=6,5% n= 8, c =1 P ₉₅ = 2,64% P ₅₀ =20% P ₁₀ = 40,6%	Lettre code E, NQA=6,5% n= 13, c =2 P ₉₅ = 6,63% P ₅₀ =20% P ₁₀ = 36%	Lettre code F, NQA=6,5% n= 20, c =3 P ₉₅ = 7,13% P ₅₀ =18,1% P ₁₀ = 30,4%	Plan Contrôle normal Lettre code G, NQA=6,5% n= 32, c =5 P ₉₅ = 8,5% P ₅₀ =17,5% P ₁₀ = 27,1%	Plan Contrôle normal Lettre code H, NQA=6,5% n= 50, c =7 P ₉₅ =8,2% P ₅₀ =15,2% P ₁₀ = 22,4%
0%	100%	100%	100%	100%	100%	100%
5 %	90,3%	94,3%	97,5%	98,4%	99,5%	99,7%
6,5%	87,4%	90,9%	95,2%	96,3%	98,4%	98,5%
10 %	81%	81,3%	86,6%	86,7%	90,6%	87,8%
20%	64%	50%	50%	41,1%	36%	19%
30 %	49%	25,5%	20,2%	10,7%	5,1%	0,7%
40%	36%	10,6%	5,8%	1,6%	0,3%	0%
50%	25%	3,5%	1,1%	0,1%	0%	0%
60 %	16%	0,9%	0,1%	0%	0%	0%
80%	4,0%	0%	0%	0%	0%	0%
90%	1%	0%	0%	0%	0%	0%
100%	0%	0%	0%	0%	0%	0%

TABLEAU 13 PROBALITE D'ACCEPTATION DES LOTS A NQA = 6,5%

FIGURE 8



4.2.2.4 Règles et procédures de passage entre les niveaux de contrôle (voir article 9.3; ISO 2859-1:1989)

Contrôle renforcé

Lorsque le contrôle normal est effectué, il doit être renforcé lorsque deux sur cinq lots consécutifs (ou moins) ont été jugés inacceptables lors du contrôle initial (en laissant de côté les lots à nouveau présentés). On ne peut revenir au contrôle normal que lorsque cinq lots successifs ont été acceptés sous contrôle renforcé.

Lorsqu'on effectue un contrôle renforcé, un plan d'échantillonnage approprié est retenu en utilisant la procédure décrite à la section 4.1, mais le tableau II-B de la norme ISO 2859-1: 1989 est utilisé pour choisir les valeurs de n et du critère d'acceptation. En général, un plan renforcé a la même taille d'échantillon que le plan normal correspondant, mais un critère d'acceptation inférieur. Toutefois, si le critère d'acceptation du contrôle normal est de 1 ou de 0, le renforcement est assuré par le maintien du critère d'acceptation et l'augmentation de la taille de l'échantillon.

Contrôle réduit

Lorsque le contrôle normal est effectué, on peut passer à un contrôle réduit à condition que chacune des conditions ci-après soit remplie:

- les 10 lots précédents (ou plus) ont fait l'objet d'un contrôle normal et ont tous été acceptés dès contrôle initial;

- b) le nombre total d'unités non conformes (ou de non conformités) dans les échantillons des 10 lots précédents (ou de tout autre nombre utilisé pour les conditions a) ci-dessus) est égal ou inférieur au nombre approprié donné au tableau 13 (Tableau VIII de la norme ISO 2859-1: 1989);
- c) la production a atteint un "rythme de croisière" (c'est-à-dire qu'il n'y a pas eu d'interruption de la production qui permette d'invalider l'argument selon lequel la qualité actuelle est bonne parce que les antécédents sont bons et que tous les facteurs susceptibles d'influer sur la qualité du produit sont restés les mêmes);
- d) le contrôle réduit est considéré comme souhaitable par l'autorité responsable.

Dans ces conditions, les coûts du contrôle peuvent être réduits en utilisant des plans d'échantillonnage pour contrôle réduit qui se caractérisent, en général, par des échantillons dont la taille représente seulement les deux cinquièmes de celle des plans de contrôle normal correspondants. Lorsqu'on travaille en contrôle réduit, un plan d'échantillonnage approprié est choisi en utilisant la procédure décrite à la section 4.1, mais le tableau II-C de la norme ISO 2859-1: 1989 est utilisé pour choisir la valeur de n et le critère d'acceptation.

Il convient de revenir au contrôle normal si un lot n'est pas accepté en contrôle réduit, ou si la production devient irrégulière ou est retardée; ou bien si d'autres conditions risquent de compromettre le "rythme de croisière".

Interruption du contrôle

Une fois que le contrôle renforcé a été introduit, les procédures d'acceptation de la norme ISO 2859 doivent être interrompues si cinq lots ou davantage ne sont pas acceptés. Le contrôle ne peut reprendre tant que l'autorité responsable n'a pas reçu l'assurance que le producteur a pris les mesures nécessaires pour améliorer la qualité du produit présenté. Le contrôle renforcé doit alors être utilisé comme décrit ci-dessus.

4.3. PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE SIMPLE DU CONTROLE DU POURCENTAGE DE DEFECTUEUX PAR MESURES, RECOMMANDES

(Voir ISO 3951 : 1989 (E))

4.3.1 GENERALITES

Le principe de tels plans d'échantillonnage est exposé en 2.5.1.2

ISO 3951: 1989 (Règles et tables d'échantillonnage pour les contrôles par mesures des pourcentages de non conformes).

<p>Résumé des plans d'échantillonnage aux mesures</p>
--

Choisir la méthode "s" (écart type inconnu) ou la méthode "σ" (l'écart type est stable et connu)



Fixer le niveau de contrôle (normal, renforcé, réduit)



Fixer le NQA



Choisir la taille (n) de l'échantillon et la constante d'acceptabilité (K) et prélever l'échantillon



Mesurer le caractère x dans chaque prélèvement élémentaire de l'échantillon

4.3.1.1 Règle de décision Pour la méthode "s" (cf tableau 4)

a) calculer la moyenne de l'échantillon, \bar{x} , et

b) calculer l'écart type estimé, $s = \sqrt{\sum_{i=1}^n \frac{(x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$,

c) consulter le tableau 4

4.3.1.2 Règle de décision Pour la méthode "σ" (cf tableau 3)

a) calculer la moyenne de l'échantillon, \bar{x} ,

b) consulter le tableau 3

4.3.2 PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE PAR MESURES, RECOMMANDÉS METHODE S

4.3.2.1 GENERALITES

La section recommande les plans d'échantillonnage simple suivants, de nature à couvrir de fréquentes situations de contrôles. Ils sont extraits de la norme ISO 3951 1989, et caractérisés par leur NQA (0,65% et 6,5% sont les cas les plus fréquents), et l'effectif n de l'échantillon en prélèvements élémentaires et K le critère d'acceptation. Chaque plan est accompagné d'un tableau qui indique la probabilité d'accepter les lots taux en fonction du taux de défectueux dans ces lots. Pour chaque NQA, un graphique récapitule les courbes d'efficacité des plans recommandés correspondants.

Les courbes d'efficacité sont construites point par point à partir de l'équation d'approximation suivante

$$u_{PA} = \frac{\sqrt{n} \times (u_{1-p} - K)}{\sqrt{1 + \frac{k^2}{2}}}$$

u_{PA} est le fractile d'ordre P_A de la loi normale centrée réduite,

P_A est la probabilité d'accepter le lot contenant un taux de défectueux égal à p

n est l'effectif de l'échantillon

K est une constante d'acceptation

u_{1-p} est le fractile d'ordre 1-p de la loi normale centrée réduite,

p est le taux de défectueux accepté dans le lot à la probabilité P_A

Le tableau 14 (d'après la procédure NMKL n°12, voir référence 5) décrit le nombre d'individus à échantillonner pour différents effectifs de lot et niveaux d'inspection (inspection normale, renforcée et réduite). Il donne également la constante d'acceptabilité K aux NQA de 0,65 %, 2,5 % et 6,5 % respectivement. De faibles NQA (0,65 %) devraient être utilisés pour

des défauts critiques alors que des NQA plus élevés devraient être utilisés pour des paramètres de composition. Le tableau 14 est une simplification de la méthode s de la norme ISO 3951 :1989.

Table 14: Plans d'échantillonnage aux mesures, écart-type inconnu

0	Effectif du lot (Nombre d'unités)	n et K à NQA (%)	Niveau d'inspection		
			Réduit	Normal	Renforcé
2 - 8	n	3	3	4	
	K à 0,65	1,45	1,65	1,88	
	K à 2,5	0,958	1,12	1,34	
	K à 6,5	0,566	0,765	1,01	
9 - 15	n	3	3	5	
	K à 0,65	1,45	1,65	1,88	
	K à 2,5	0,958	1,12	1,40	
	K à 6,5	0,566	0,765	1,07	
16 - 25	n	3	4	7	
	K à 0,65	1,45	1,65	1,88	
	K à 2,5	0,958	1,17	1,50	
	K à 6,5	0,566	0,814	1,15	
26 - 50	n	3	5	10	
	K à 0,65	1,45	1,65	1,98	
	K à 2,5	0,958	1,24	1,58	
	K à 6,5	0,566	0,874	1,23	
51 - 90	n	3	7	15	
	K à 0,65	1,45	1,75	2,06	
	K à 2,5	0,958	1,33	1,65	
	K à 6,5	0,566	0,955	1,30	
91 - 150	n	3	10	20	
	K à 0,65	1,45	1,84	2,11	
	K à 2,5	0,958	1,41	1,69	
	K à 6,5	0,566	1,03	1,33	
151 - 280	n	4	15	25	
	K à 0,65	1,45	1,91	2,14	
	K à 2,5	1,01	1,47	1,72	
	K à 6,5	0,617	1,09	1,35	
281 - 500	n	5	20	35	
	K à 0,65	1,53	1,96	2,18	
	K à 2,5	1,07	1,51	1,76	
	K à 6,5	0,675	1,12	1,39	
501 - 1 200	n	7	35	50	
	K à 0,65	1,62	2,03	2,22	
	K à 2,5	1,15	1,57	1,80	
	K à 6,5	0,755	1,18	1,42	
1 201 - 1 320	n	10	50	75	
	K à 0,65	1,72	2,08	2,27	
	K à 2,5	1,23	1,61	1,84	
	K à 6,5	0,828	1,21	1,46	
1 321 - 10 000	n	15	75	100	
	K à 0,65	1,79	2,12	2,29	
	K à 2,5	1,30	1,65	1,86	
	K à 6,5	0,886	1,24	1,48	

Table 14 (suite)

10 001 - 35 000	n	20	100	150
	K à 0,65	1,82	2,14	2,33
	K à 2,5	1,33	1,67	1,89
	K à 6,5	0,917	1,26	1,51
35 001 - 150 000	n	25	150	200
	K à 0,65	1,85	2,18	2,33
	K à 2,5	1,35	1,70	1,89
	K à 6,5	0,936	1,29	1,51
150 001 - 500 000	n	35	200	200
	K à 0,65	1,89	2,18	2,33
	K à 2,5	1,39	1,70	1,89
	K à 6,5	0,969	1,29	1,51
500 001 et plus	n	50	200	200
	K à 0,65	1,93	2,18	2,33
	K à 2,5	1,42	1,70	1,89
	K à 6,5	1,00	1,29	1,51

4.3.2.2 PLANS A NQA = 0,65% (cf tableau 15 et figures 9 et 10)

Taux de défectueux dans les lots	Probabilité d'accepter ces lots: Plan Contrôle normal			
	Lettre code D, NQA = 0,65%, n= 5, K =1,65 P ₉₅ = 0,28% P ₅₀ = 6,34% P ₁₀ = 25,9%	Lettre code E, NQA = 0,65%, n= 7, K =1,75 P ₉₅ = 0,32% P ₅₀ = 4,83% P ₁₀ = 18,6%	Lettre code F, NQA = 0,65%, n= 10, K =1,84 P ₉₅ = 0,36% P ₅₀ = 3,77% P ₁₀ = 13,2%	Lettre code G, NQA = 0,65%, n= 15, K =1,91 P ₉₅ = 0,45% P ₅₀ = 3,09% P ₁₀ = 9,4%
0%	100%	100%	100%	100%
1%	96%	96%	97,5%	98%
2%	94%	94%	92,5%	95%
3%	86%	86%	86%	86%
4%	82%	82%	80%	78%
5%	78%	76%	73%	70%
6%	74%	70%	66%	62%
7%	69%	66%	59%	54%
8%	66%	60%	54%	46%
9%	61%	56%	48%	39%
10%	58%	52%	42%	34%
15%	42%	34%	23%	14%
20%	30%	21%	12%	5%
25%	23%	13%	6%	1,5%
30%	15%	8%	2%	0%
35%	10%	5%	1%	0%
40%	6%	2%	0%	0%
45%	4%	1%	0%	0%
50%	2%	0%	0%	0%
100%	0%	0%	0%	0%

TABLEAU 15 PROBALITE D'ACCEPTATION DES LOTS A NQA = 0,65% (PLANS AUX MESURES METHODE s)

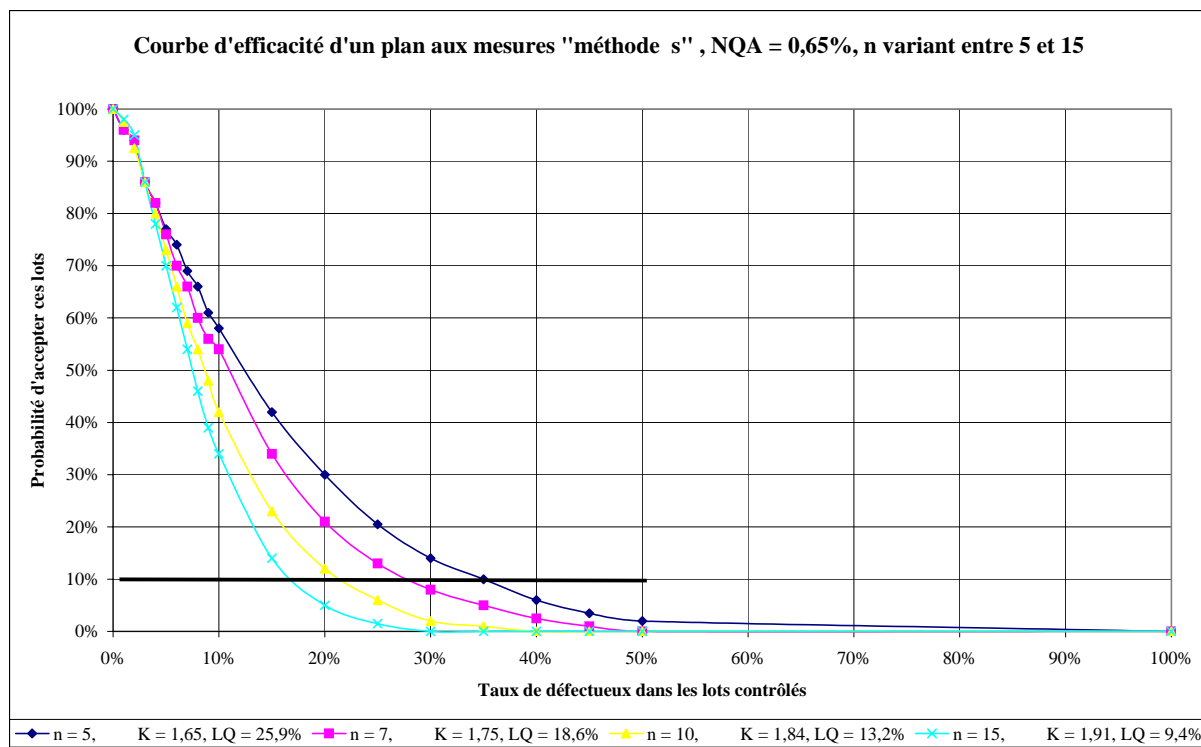


FIGURE 9

	Probabilité d'accepter ces lots: Plan Contrôle normal			
Taux de défectueux dans les lots	Lettre code H, NQA = 0,65%, n= 20, K =1,96 P ₉₅ = 0,49% P ₅₀ = 2,69% P ₁₀ = 7,46%	Lettre code I, NQA = 0,65%, n= 25, K =1,98 P ₉₅ = 0,56% P ₅₀ = 2,53% P ₁₀ = 6,46%	Lettre code J, NQA = 0,65%, n= 35, K =2,03 P ₉₅ = 0,60% P ₅₀ = 2,21% P ₁₀ = 5,1%	Lettre code K, NQA = 0,65%, n= 50, K =2,08 P ₉₅ = 0,64% P ₅₀ = 1,94% P ₁₀ = 4,03%
0%	100%	100%	100%	100%
1%	84%	84%	84%	84%
2%	63%	62%	56%	48%
3%	44%	40%	32%	22%
4%	32%	28%	19%	10%
5%	24%	18%	10%	4%
6%	16%	12%	6%	2%
7%	12%	8%	3,5%	1%
8%	8%	6%	2%	0,5%
9%	6%	4%	1%	0,4%
10%	4%	2%	0%	0%
15%	0%	0%	0%	0%

SUITE DU TABLEAU 15

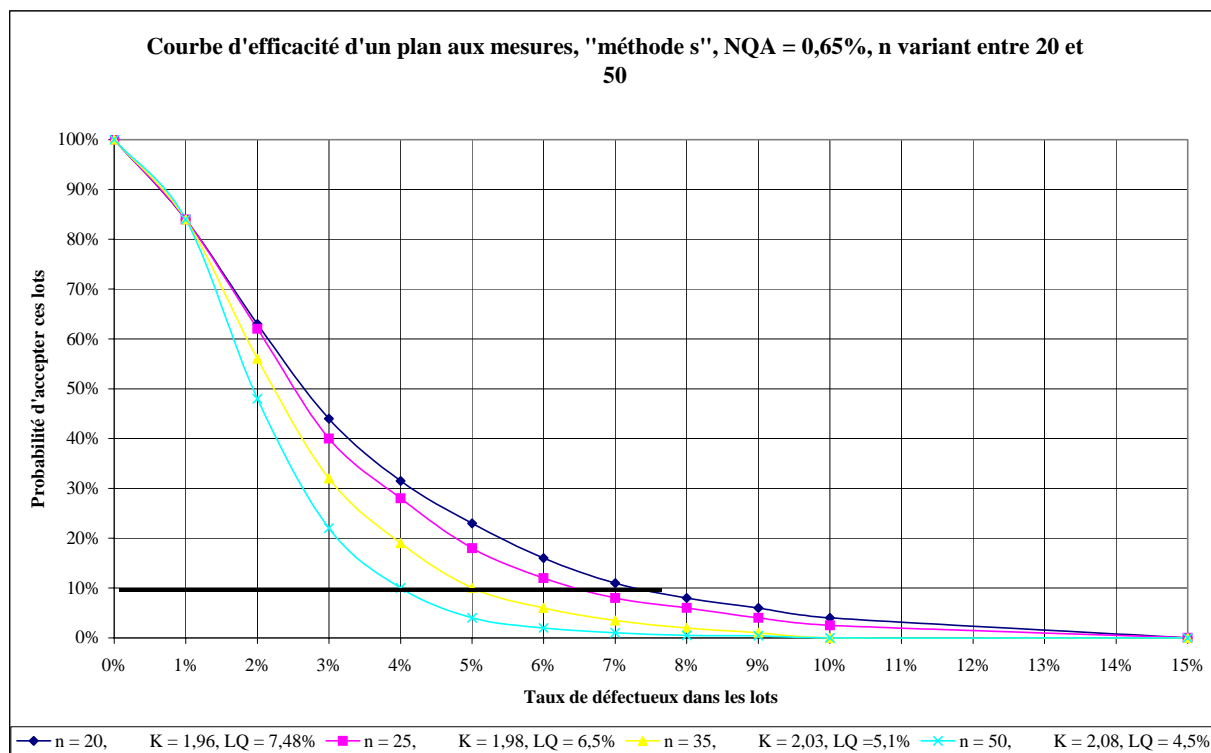


FIGURE 10

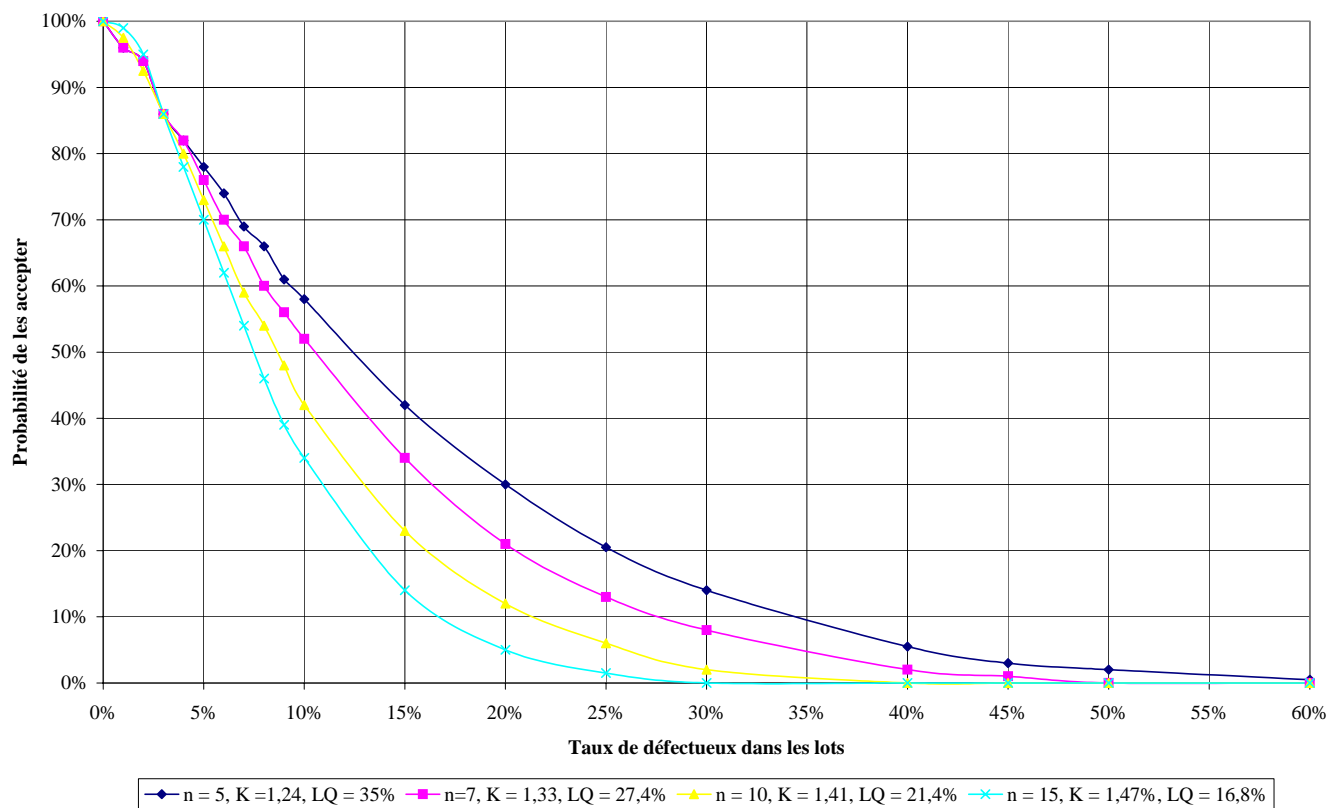
4.3.2.3 PLANS A NQA = 2,5% (cf tableau 16 et figures 11 et 12)

	Probabilité d'accepter ces lots: Plan Contrôle normal			
Taux de défectueux dans les lots	Lettre code D, NQA = 2,5%, n= 5, K =1,24 P₉₅ = 1,38% P₅₀ = 12,47% P₁₀ = 35%	Lettre code E, NQA = 2,5%, n= 7, K =1,33 P₉₅ = 1,5% P₅₀ = 10,28% P₁₀ = 27,4%	Lettre code F, NQA = 2,5%, n= 10, K =1,41 P₉₅ = 1,61% P₅₀ = 8,62% P₁₀ = 21,4%	Lettre code G, NQA = 2,5%, n= 15, K =1,47 P₉₅ = 1,91% P₅₀ = 7,5% P₁₀ = 16,8%
0%	100%	100%	100%	100%
1%	96%	96%	97,5%	99%
2%	94%	94%	92,5%	95%
3%	86%	86%	86%	86%
4%	82%	82%	80%	78%
5%	78%	76%	73%	70%
6%	74%	70%	66%	62%
7%	69%	66%	59%	54%
8%	66%	60%	54%	46%
9%	61%	56%	48%	39%
10%	58%	52%	42%	34%
15%	42%	34%	23%	14%
20%	30%	21%	12%	5%
25%	23%	13%	6%	1,5%
30%	15%	8%	2%	0%
40%	6%	2%	0%	0%
45%	4%	1%	0%	0%
50%	2%	0%	0%	0%
60%	0,5%	0%	0%	0%

**TABLE 16 PROBALITE D'ACCEPTION DES LOTS A NQA = 2,5% (PLANS AUX
MESURES METHODE s**

FIGURE 11

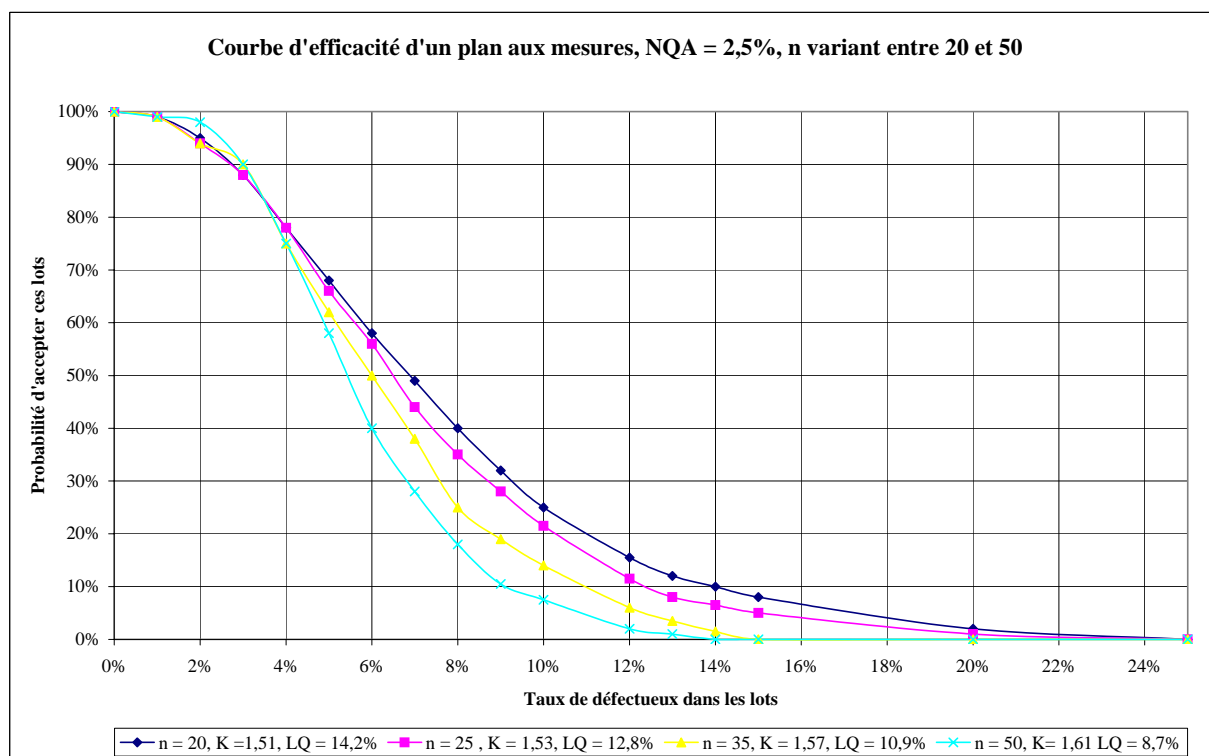
Courbe d'efficacité d'un plan aux mesures, NQA = 2,5%, n variant entre 5 et 15



	Probabilité d'accepter ces lots: Plan Contrôle normal			
Taux de défectueux dans les lots	Lettre code H, NQA = 2,5%, n= 20, K =1,51 P₉₅ = 2,07% P₅₀ = 6,85% P₁₀ = 14,2%	Lettre code I, NQA = 2,5%, n= 25, K =1,53 P₉₅ = 2,23% P₅₀ = 6,54% P₁₀ = 12,8%	Lettre code J, NQA = 2,5%, n= 35, K =1,57 P₉₅ = 2,38% P₅₀ = 6% P₁₀ = 10,9%	Lettre code K, NQA = 2,5%, n= 50, K =1,61 P₉₅ = 2,51% P₅₀ = 5,48% P₁₀ = 8,7%
0%	100%	100%	100%	100%
1%	99%	99%	99%	99%
2%	95%	94%	94%	98%
3%	88%	88%	90%	90%
4%	78%	78%	75%	75%
5%	68%	66%	62%	58%
6%	58%	56%	50%	40%
7%	49%	44%	38%	28%
8%	40%	36%	25,5%	18%
9%	32%	28%	20%	11%
10%	26%	22,5%	14%	8%
12%	17%	12%	6%	2%
13%	13%	10%	4%	1%
14%	10%	7%	3%	0%
15%	8%	5%	0%	0%
20%	2%	1%	0%	0%
25%	0%	0%	0%	0%

SUITE DU TABLEAU 16

FIGURE 12



4.3.3 PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE PAR MESURES RECOMMANDÉS METHODE σ

4.3.3.1 GENERALITES

La section recommande les plans d'échantillonnage simple suivants, de nature à couvrir de fréquentes situations de contrôles, extraits de la norme ISO 3951 1989, et caractérisés par leur NQA (0,65% et 2,5% sont les cas les plus fréquents), et l'effectif n de l'échantillon en prélèvements élémentaires et K le critère d'acceptation. Chaque plan est accompagné d'un tableau qui indique la probabilité d'accepter les lots en fonction du taux de défauts dans ces lots. Pour chaque NQA, un graphique récapitule les courbes d'efficacité des plans recommandés correspondants.

Les courbes d'efficacité sont construites point par point à partir de l'équation suivante

$$u_{PA} = \sqrt{n} \times (u_{1-p} - K)$$

u_{PA} est le fractile d'ordre P_A de la loi normale centrée réduite,

P_A est la probabilité d'accepter le lot contenant un taux de défauts égal à p

u_{1-p} est le fractile d'ordre $1-p$ de la loi normale centrée réduite,

p est le taux de défauts accepté dans le lot à la probabilité P_A

Le tableau 17 (d'après la procédure NMKL n°12, voir référence 5) décrit, pour une inspection normale aux mesures, méthode σ , la correspondance préférable pour une meilleure protection des consommateurs (voir article 2.2.18) entre l'effectif du lot, la lettre code de l'effectif d'échantillon, l'effectif d'échantillon n et la constante d'acceptation K pour des NQA donnés.

Tableau 17. Plans d'échantillonnage aux mesures, écart-type connu

Effectif du lot (Nombre d'unités)	NQA (%)	Niveau d'inspection		
		Réduit n/K	Normal n/K	Renforcé n/K
2 - 8	0,65	2 / 1,36	2 / 1,58	2 / 1,81
	2,5	2 / 0,936	2 / 1,09	2 / 1,25
	6,5	3 / 0,573	3 / 0,755	2 / 0,936
9 - 15	0,65	----	----	2 / 1,81
	2,5	----	----	2 / 1,33
	6,5	----	----	3 / 1,01
16 - 25	0,65	----	----	2 / 1,81
	2,5	----	----	3 / 1,44
	6,5	----	----	4 / 1,11
26 - 50	0,65	----	2 / 1,58	3 / 1,91
	2,5	----	3 / 1,17	4 / 1,53
	6,5	----	3 / 0,825	5 / 1,20
51 - 90	0,65	----	3 / 1,69	5 / 2,05
	2,5	----	4 / 1,28	6 / 1,62
	6,5	----	5 / 0,919	8 / 1,28
91 - 150	0,65	----	4 / 1,80	6 / 2,08
	2,5	----	5 / 1,39	8 / 1,68
	6,5	----	6 / 0,991	10 / 1,31
151 - 280	0,65	----	5 / 1,88	8 / 2,13
	2,5	----	7 / 1,45	10 / 1,70
	6,5	----	9 / 1,07	13 / 1,34
281 - 500	0,65	2 / 1,42	7 / 1,95	10 / 2,16
	2,5	3 / 1,01	9 / 1,49	14 / 1,75
	6,5	4 / 0,641	12 / 1,11	18 / 1,38
501 - 1 200	0,65	3 / 1,69	8 / 1,96	14 / 2,21
	2,5	4 / 1,11	11 / 1,51	19 / 1,79
	6,5	5 / 0,728	15 / 1,13	25 / 1,42
1 201 - 3 200	0,65	4 / 1,69	11 / 2,01	21 / 2,27
	2,5	5 / 1,20	15 / 1,56	28 / 1,84
	6,5	7 / 0,797	20 / 1,17	36 / 1,46
1 320 - 10 000	0,65	6 / 1,78	16 / 2,07	27 / 2,29
	2,5	8 / 1,28	22 / 1,61	36 / 1,86
	6,5	11 / 0,877	29 / 1,21	48 / 1,48
10 001 - 35 000	0,65	7 / 1,80	23 / 2,12	40 / 2,33
	2,5	10 / 1,31	32 / 1,65	54 / 1,89
	6,5	14 / 0,906	42 / 1,24	70 / 1,51
35 001 - 150 000	0,65	9 / 1,83	30 / 2,14	54 / 2,34
	2,5	13 / 1,34	42 / 1,67	71 / 1,89
	6,5	17 / 0,924	55 / 1,26	93 / 1,51
150 001 - 500 000	0,65	12 / 1,88	44 / 2,17	54 / 2,34
	2,5	18 / 1,38	61 / 1,69	71 / 1,89
	6,5	24 / 0,964	82 / 1,29	93 / 1,51
500 001 et plus	0,65	17 / 1,93	59 / 2,18	54 / 2,34
	2,5	25 / 1,42	81 / 1,70	71 / 1,89
	6,5	33 / 0,995	109 / 1,29	93 / 1,51

4.3.3.2 PLANS A NQA = 0,65% (cf tableau 18 et figures 13 et 14)

s	Probabilité d'accepter ces lots: Plan Contrôle normal			
	Lettre code E, NQA = 0,65%, n= 3, K =1,69 P ₉₅ = 0,32% P ₅₀ =4,55% P ₁₀ = 18,6%	Lettre code F, NQA = 0,65%, n= 4, K =1,80 P ₉₅ = .0,36% P ₅₀ =3,6% P ₁₀ = 13,2%	Lettre code G, NQA = 0,65%, n= 5, K =1,88 P ₉₅ = 0,45% P ₅₀ =3% P ₁₀ = 9,41%	Lettre code H, NQA = 0,65%, n= 7, K =1,95 P ₉₅ = .0,49% P ₅₀ =2;56% P ₁₀ = 7,46%
0%	100%	100%	100%	100%
0,65%	91,5%	91,4%	91,2%	92,1%
1%	86,5%	85,4%	84%	84,1%
2%	73,5%	69,4%	65,1%	60,8%
3%	62,9%	56,4%	50%	42,7%
4%	54,2%	46,1%	38,6%	29,9%
5%	46,9%	37,8%	29,9%	20,9%
6%	40,7%	31,2%	23,3%	14,7%
7%	35,5%	25,8%	18,3%	10,4%
8%	31,1%	21,5%	14,4%	7,4%
9%	27,3%	17,9%	11,4%	5,3%
10%	24%	15%	9%	3,8%
15%	12,9%	6,3%	2,9%	0,8%
20%	7,1%	2,8%	1%	0%
25%	3,9%	1,2%	0,3%	0%
30%	2,2%	0,5%	0%	0%
35%	1,2%	0,2%	0%	0%
40%	0,6%	0,1%	0%	0%
45%	0,3%	0%	0%	0%
50%	0,2%	0%	0%	0%
60%	0%	0%	0%	0%

**TABLEAU 18 PROBALITE D'ACCEPTATION DES LOTS A NQA = 0,65% (PLANS
AUX MESURES METHODE σ)**

Taux de défectueux dans les lots	Probabilité d'accepter ces lots: Plan Contrôle normal				
	Lettre code J, NQA = 0,65%, n= 11, K=2,01 P ₉₅ = 0,36% P ₅₀ =2,22% P ₁₀ = 5,1%	Lettre code K, NQA = 0,65%, n= 16,K =2,07 P ₉₅ = 0,64% P ₅₀ =1,92% P ₁₀ = 4,03%	Lettre code L, NQA = 0,65%, n= 23,K =2,12 P ₉₅ = 0,7% P ₅₀ =1,7% P ₁₀ = 3,24%	Lettre code M, NQA = 0,65%, n= 30,K =2,14 P ₉₅ = 0,74% P ₅₀ =1,6% P ₁₀ = 2,88%	Lettre code N, NQA = 0,65%, n= 44, K=2,17 P ₉₅ = 0,77% P ₅₀ =1,5% P ₁₀ = 2,36%
0%	100%	100%	100%	100%	100%
0,65%	94,2%	95,1%	95,6%	97%	98,1%
1%	85,3%	84,7%	83,4%	84,6%	85%
2%	55,8%	47,4%	37,8%	31,8%	22%
3%	33,4%	22,5%	13%	7,8%	2,8%
4%	19,5%	10%	4,1%	1,6%	0,3%
5%	11,3%	4,5%	1,3%	0,3%	0%
6%	6,5%	2%	0,4%	0,1%	0%
7%	3,8%	0,9%	0,1%	0%	0%
8%	2,2%	0,4%	0%	0%	0%
9%	1,3%	0,2%	0%	0%	0%
10%	0,8%	0,1%	0%	0%	0%
15%	0,1%	0%	0%	0%	0%
16%	0%	0%	0%	0%	0%

TABLEAU 18 SUITE

FIGURE 13

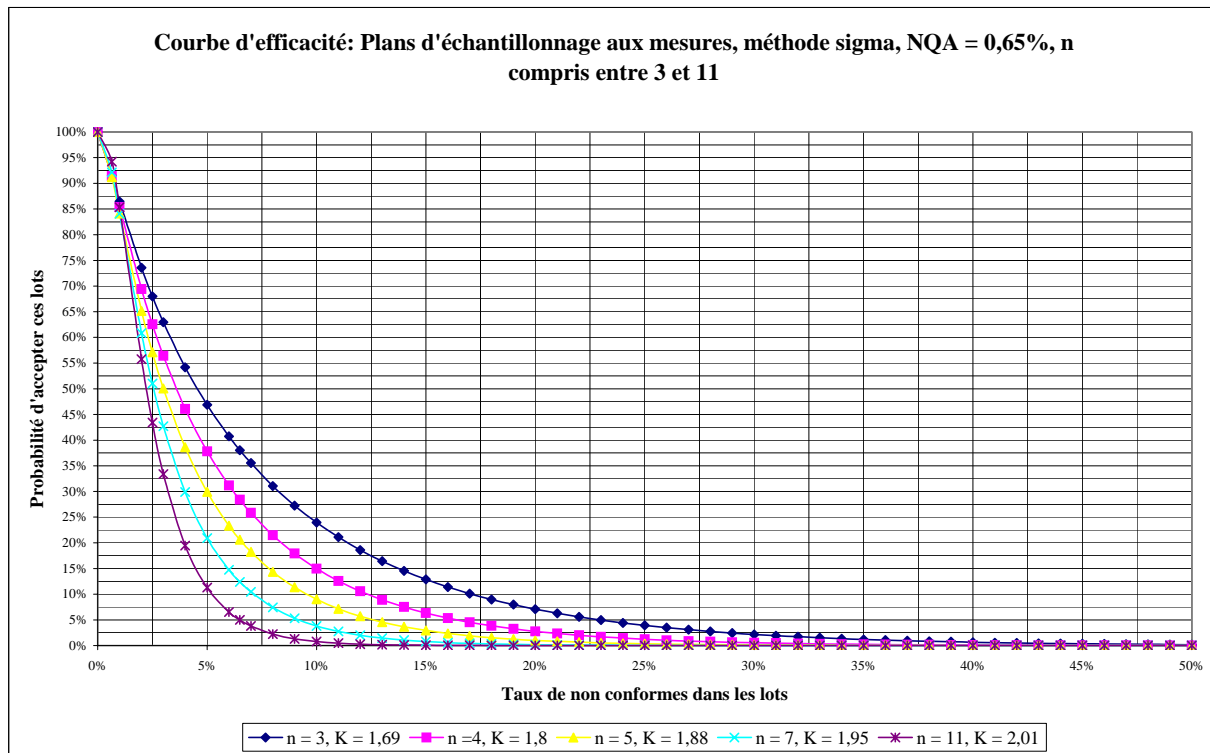
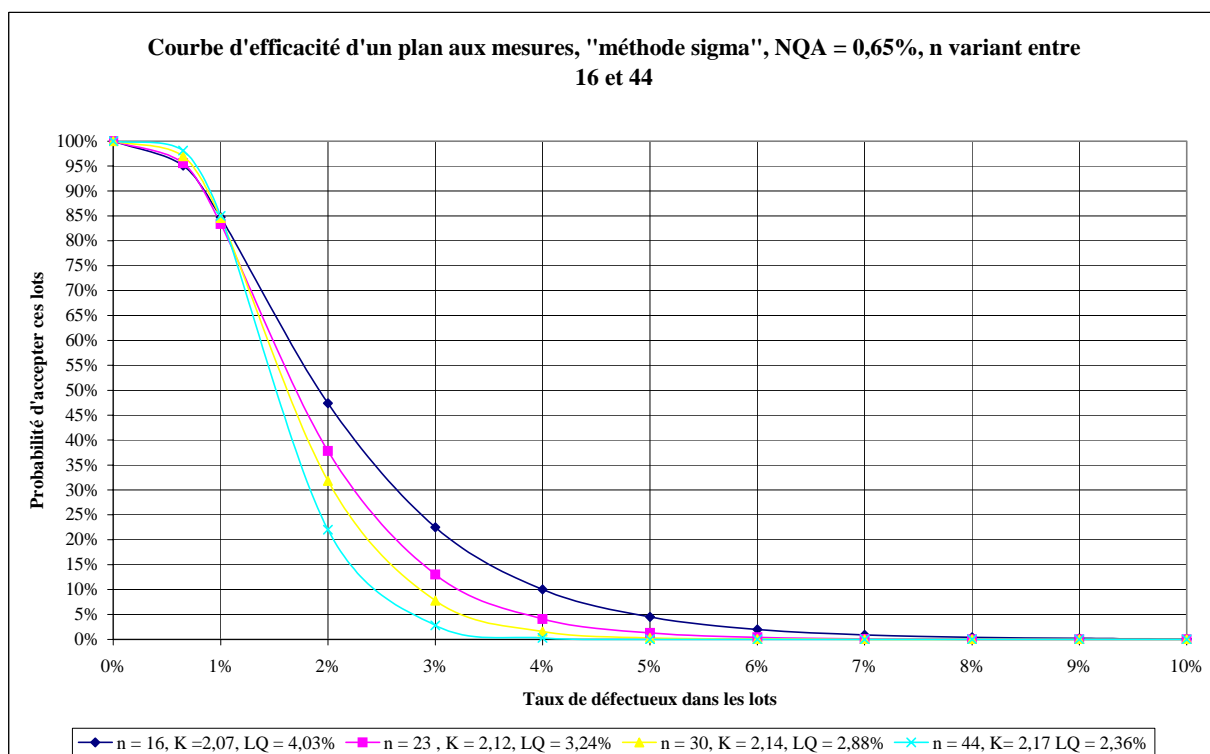


FIGURE 14



4.3.3.3 PLANS A NQA = 2,5% (cf tableau 19 et figures 15 et 16)

Taux de défectueux dans les lots	Probabilité d'accepter ces lots: Plan Contrôle normal				
	Lettre code D, NQA = 2,5%, n= 3, K =1,17 P ₉₅ = 1,38% P ₅₀ =12,1% P ₁₀ = 35%	Lettre code E, NQA = 2,5%, n= 4, K =1,28 P ₉₅ = 1,5% P ₅₀ =10% P ₁₀ = 27,4%	Lettre code F, NQA = 2,5%, n= 5, K =1,39 P ₉₅ = 1,65% P ₅₀ =8,23% P ₁₀ = 21,4%	Lettre code G, NQA = 2,5%, n= 7, K =1,45 P ₉₅ = 1,91% P ₅₀ =7,35% P ₁₀ = 16,8%	Lettre code H, NQA = 2,5%, n= 9, K =1,49 P ₉₅ = 2,07% P ₅₀ =6,81% P ₁₀ = 14,2%
0%	100%	100%	100%	100%	100%
1%	97,7%	98,2%	98,2%	99%	99,4%
2%	73,5%	93,9%	93,1%	94,5%	95,5%
3%	93,7%	88,5%	86,4%	87,3%	87,9%
4%	84,3%	82,7%	79%	78,7%	78,3%
5%	79,5%	76,7%	71,6%	69,7%	67,9%
6%	74,7%	70,9%	64,4%	60,9%	57,7%
7%	70,2%	65,2%	57,6%	52,7%	48,3%
8%	65,8%	59,9%	51,3%	45,3%	39,9%
10%	57,7%	50%	40,4%	32,8%	26,6%
15%	40,9%	31,3%	21,5%	13,7%	8,7%
20%	28,5%	19%	10%	5,4%	2,6%
25%	19,5%	11,3%	5,5%	2%	0,7%
30%	13,2%	6,5%	2,6%	0,7%	0,2%
35%	8,7%	3,7%	1,2%	0,2%	0%
40%	5,6%	2%	0,6%	0,1%	0%
45%	3,5%	1%	0,2%	0%	0%
50%	2,1% %	0,5%	0,1%	0%	0%
60%	0,7%	0,1%	0%	0%	0%
65%	0,4%	0%	0%	0%	0%
70%	0,2%	0%	0%	0%	0%
75%	0,1%	0%	0%	0%	0%
80%	0%	0%	0%	0%	0%
100%	0%	0%	0%	0%	0%

**TABLEAU 19 PROBALITE D'ACCEPTATION DES LOTS A NQA = 2,5% (PLANS
AUX MESURES METHODE σ)**

Taux de défectueux dans les lots	Probabilité d'accepter ces lots: Plan Contrôle normal Lettre code I, NQA = 2,5%, n= 11,K =1,51 P₉₅ = 2,23% P₅₀ =6,55% P₁₀ = 12,8%	Probabilité d'accepter ces lots: Plan Contrôle normal Lettre code J, NQA = 2,5%, n= 15,K =1,56 P₉₅ = 2,38% P₅₀ =5,94% P₁₀ = 10,8%	Probabilité d'accepter ces lots: Plan Contrôle normal Lettre code K, NQA = 2,5%, n= 22,K =1,61 P₉₅ = 2,51% P₅₀ =5,37% P₁₀ = 9,23%	Probabilité d'accepter ces lots: Plan Contrôle normal Lettre code L, NQA = 2,5%, n= 32,K =1,65 P₉₅ = 2,62% P₅₀ =5% P₁₀ = 7,82%	Probabilité d'accepter ces lots: Plan Contrôle normal Lettre code M, NQA = 2,5% n= 42, K=1,67 P₉₅ = 2,73% P₅₀ =4,75% P₁₀ = 7,11%
0%	100%	100%	100%	100%	100%
1%	99,7%	99,9%	99,9%	99,9%	99,9%
2%	96,4%	97,2%	98,1%	98,3%	99,4%
3%	89,1%	89,3%	89,8%	90,4%	91,4%
4%	78,8%	77%	74,5%	71,6%	69,9%
5%	67,3%	62,9%	56,5%	50%	43,5%
6%	55,9%	49,2%	39,8%	29,5%	22,8%
7%	45%	37,2%	26,5%	16,2%	10%
8%	36,4%	27,4%	16,8%	8,3%	4,3%
9%	28,7%	19,8%	10,3%	4%	1,6%
10%	22,4%	14%	6,2%	1,9%	0,6%
11%	17,4%	10%	3,6%	0,8%	0,2%
13%	10%	4,7%	1,2%	0,2%	0%
15%	5,8%	2,1%	0,4%	0%	0%
20%	1,3%	0,3%	0%	0%	0%
25%	0,3%	0%	0%	0%	0%
30%	0,1%	0%	0%	0%	0%
31%	0%	0%	0%	0%	0%

TABLEAU 19 SUITE

FIGURE 15

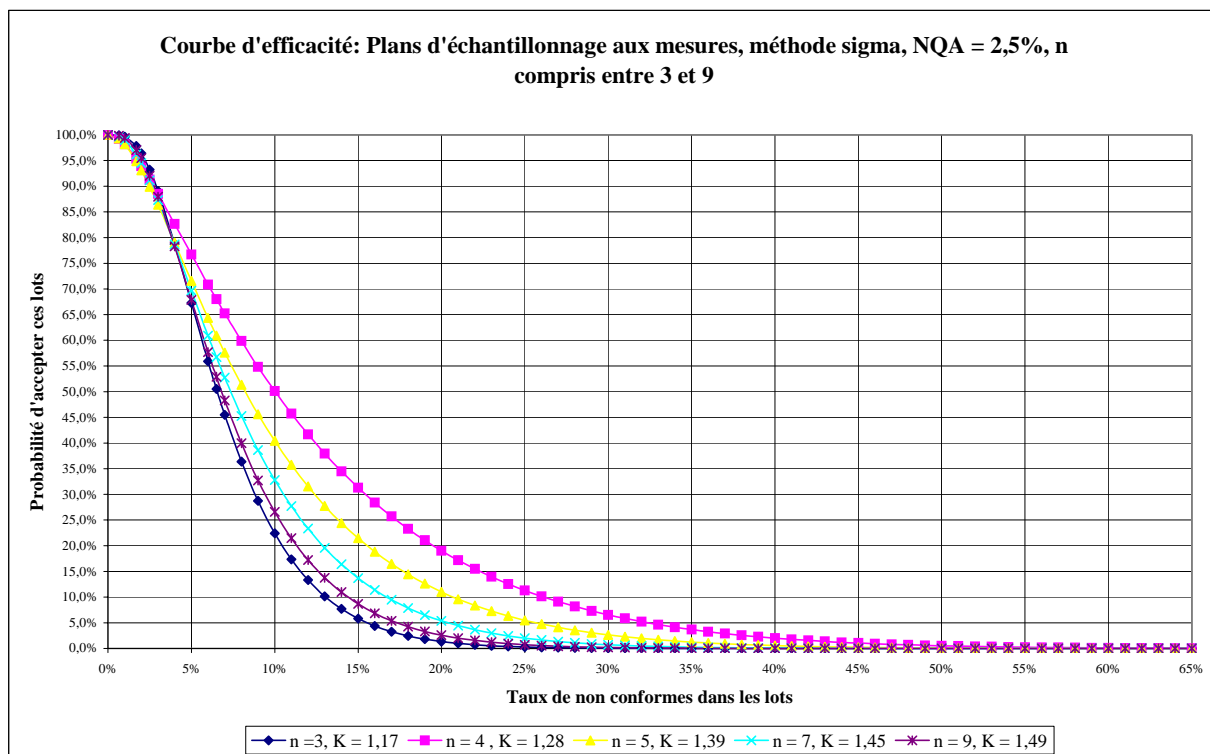
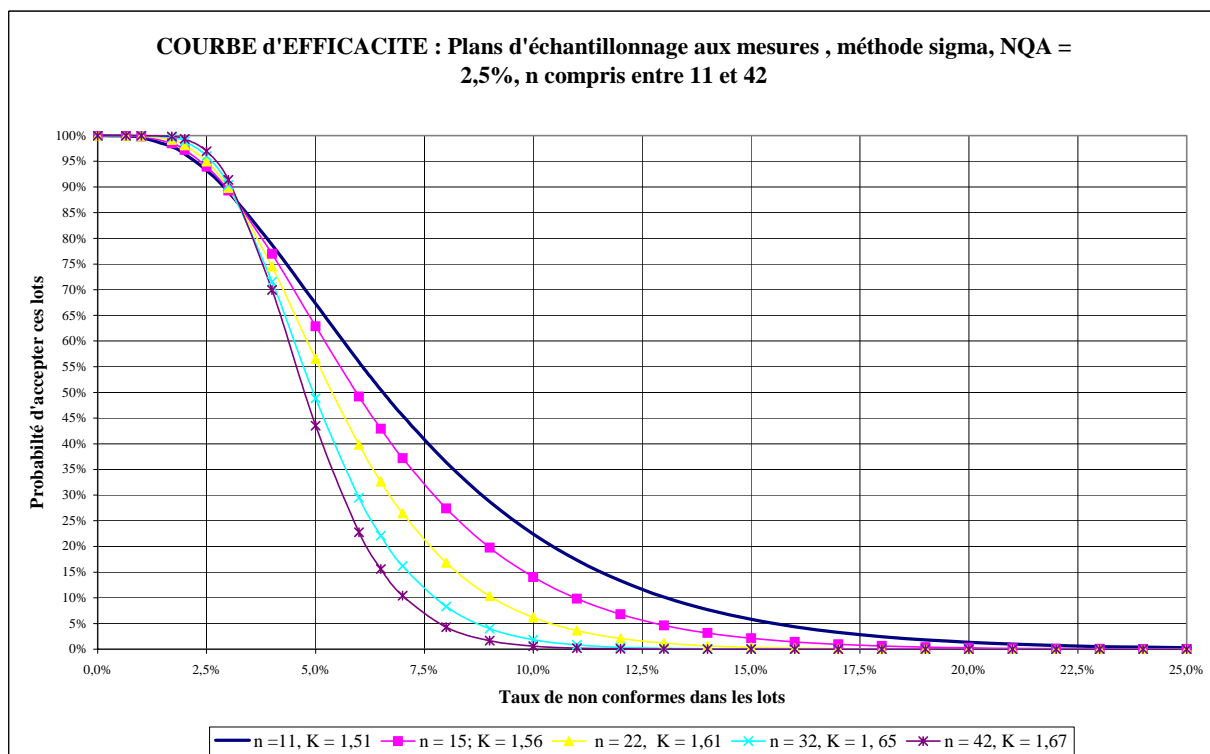


FIGURE 16



4.3.4 REGLES ET PROCEDURES DE PASSAGE ENTRE LES NIVEAUX DE CONTROLE (ARTICLE 19 DE LA NORME ISO 3951:1989)

Lorsque cela s'avère nécessaire, la permutation vers le contrôle renforcé est obligatoire, ce qui peut conduire au rejet des lots contrôlés. Toutefois, la permutation vers le contrôle réduit, lorsque la qualité moyenne de fabrication est stable à un niveau inférieur au NQA, est facultative, à l'initiative de l'autorité responsable. S'il y a suffisamment de preuves, d'après les tableaux de contrôle, que la variabilité est conforme aux critères statistiques, on peut envisager de passer de la méthode "s" à la méthode "σ" en utilisant la valeur de σ à la place de s (voir détails dans la norme ISO 3951, article 22 et annexe A). Le changement de niveau de contrôle implique naturellement un changement de plan d'échantillonnage (effectif d'échantillon et constante d'acceptation).

Le contrôle normal est appliqué au début du contrôle (à moins d'instructions contraires) et doit continuer à être appliqué au cours du contrôle jusqu'à ce qu'un contrôle renforcé devienne nécessaire ou qu'au contraire on puisse se satisfaire d'un contrôle réduit.

Un contrôle renforcé doit être institué quand deux lots soumis au contrôle normal d'origine ne sont pas acceptés sur un ensemble de cinq lots successifs. Le contrôle renforcé peut être abandonné quand cinq lots successifs présentés au premier contrôle ont été acceptés en contrôle renforcé ; on revient alors au contrôle normal.

Il est possible d'instituer un contrôle réduit quand dix lots successifs ont été acceptés au contrôle normal, sous les conditions suivantes:

- a) ces dix lots auraient été acceptés si le NQA avait été fixé à la valeur immédiatement inférieure à celle fixée par le plan (cf Tables II et III ISO 3951-1985)
- b) la production est sous contrôle statistique
- c) le contrôle réduit soit jugé souhaitable par les utilisateurs des plans d'échantillonnage.

Il est impératif de cesser le contrôle réduit et de réinstaurer un contrôle normal si l'une quelconque des conditions suivantes vient à se produire sur des lots présentés en premier contrôle:

- a) un lot n'est pas accepté
- b) la production est retardée ou irrégulière
- c) d'autres conditions (changement de fournisseur, de main d'œuvre, de machines,...) entraînent l'obligation de retourner en contrôle normal.

4.4 PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE SIMPLE POUR CONTRÔLES D'UNE VALEUR MOYENNE

4.4.1 ECART-TYPE INCONNU

Un tel contrôle est effectué par un test qui permet d'assurer que la teneur moyenne de la caractéristique contrôlée est au moins égal à soit :

La quantité indiquée sur l'étiquetage d'une denrée alimentaire
 La teneur fixée par une réglementation ou un code des usages (par exemple poids net ou volume net)

Description du test

n est l'effectif d'échantillon en individus

$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$ est la valeur moyenne du caractère contrôlé calculée sur l'échantillon

$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$ est l'estimateur de l'écart-type calculé sur l'échantillon

α est le niveau de confiance du test, c'est à dire la probabilité de conclure à tort que la teneur moyenne du caractère contrôlé est hors de l'intervalle de confiance estimé

t_α est la valeur d'une variable de Student à $n-1$ degrés de liberté au niveau de confiance $1 - \alpha$ ²⁷.

M est la valeur fixée pour la moyenne du lot.

Le tableau 20 indique les valeurs de la variable t d'une distribution de Student, à $n-1$ degrés de liberté pour quelques effectifs (n) d'échantillons au risque α de 5 % et de 0,5 %.

Valeurs choisies d'une distribution de Student, à $n-1$ degrés de liberté		
n effectif d'échantillon	t-valeur ($\alpha = 5\%$)	t-valeur ($\alpha = 0,5\%$)
5	2,13	4,60
10	1,83	3,25
15	1,76	2,98
20	1,73	2,86
25	1,71	2,80
30	1,70	2,76
35	1,69	2,73
40	1,68	2,71
45	1,68	2,69
50	1,68	2,68

TABLEAU 20

Règles de Décision

M est à considérer par la spécification comme une valeur minimum de la moyenne

Exemple : Teneur en matières grasses d'un lait entier

Le lot est accepté si

$$\bar{x} \geq M - \frac{t_\alpha \times s}{\sqrt{n}}$$

²⁷ α est généralement fixé à 5%, ou 0,5%.

; il est refusé dans le cas contraire

M est à considérer par la spécification comme une valeur maximum la moyenne

Exemple : Teneur en sodium d'une biscotte de régime

Le lot est accepté si

$$\bar{x} \leq M + \frac{t_{\alpha} \times s}{\sqrt{n}}$$

il est refusé dans le cas contraire

M est à considérer par la spécification ni comme une valeur minimum, ni comme une valeur maximum de la moyenne

Exemple : Teneur en vitamine C d'une préparation pour nourrisson

Le lot est accepté si

$$M - \frac{t_{\alpha/2} \times s}{\sqrt{n}} \leq \bar{x} \leq M + \frac{t_{\alpha/2} \times s}{\sqrt{n}}$$

il est refusé dans le cas contraire

4.4.2 ECART-TYPE CONNU

Description du test

n est l'effectif d'échantillon en individus

$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$ est la valeur moyenne du caractère contrôlé calculée sur l'échantillon

σ est l'écart-type connu.

α est le niveau de confiance du test, c'est à dire la probabilité de conclure à tort que la teneur moyenne du caractère contrôlé est hors de l'intervalle de confiance estimé au risque α ²⁸.

M est la valeur fixée pour la moyenne du lot.

u_{α} est la valeur d'une variable normale centrée réduite correspondant au niveau de confiance α ²⁹ ($u_{0,05} = 1,645$, $u_{0,005} = 2,576$)

Règles de Décision

M est à considérer par la spécification comme une valeur minimum de la moyenne

Exemple : Teneur en matières grasses d'un lait entier

²⁸ α est généralement fixé à 5%, ou 0,5%.

²⁹ α est généralement fixé à 5%, ou 0,5%..

Le lot est accepté si

$$\bar{x} \geq M - \frac{u_{\alpha} \times \sigma}{\sqrt{n}}$$

; il est refusé dans le cas contraire

M est à considérer par la spécification comme une valeur maximum de la moyenne

Exemple : Teneur en sodium d'une biscotte de régime

Le lot est accepté si

$$\bar{x} \leq M - \frac{u_{\alpha} \times \sigma}{\sqrt{n}}$$

; il est refusé dans le cas contraire

M est à considérer par la spécification ni comme une valeur minimum, ni comme une valeur maximum de la moyenne

Exemple : Teneur en vitamine C d'une préparation pour nourrisson

Le lot est accepté si

$$M - \frac{u_{\alpha/2} \times \sigma}{\sqrt{n}} \leq \bar{x} \leq M + \frac{u_{\alpha/2} \times \sigma}{\sqrt{n}}$$

il est refusé dans le cas contraire

SECTION 5: CHOIX DE PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE POUR LE CONTRÔLE PAR MESURE DES MATÉRIAUX EN VRAC : ECART-TYPE CONNU

5.1 GENERALITES

(voir ISO/CD 10725-2-3 et ISO 11 648-1)

Normalement, les plans d'échantillonnage décrits à la section 5.1 ne devraient s'appliquer qu'à une série continue de lots provenant d'une source unique. Toutefois, les plans décrits ci-après peuvent être utilisés lorsque les données ont été obtenues, décrivant l'écart type du caractère de qualité, à partir de lots isolés provenant d'une source unique, sur une période prolongée.

Ce projet de norme porte sur la nécessité de plans d'échantillonnage, par mesures, pour des cas où l'estimation de la moyenne du lot ayant un caractère de qualité unique est le principal facteur intervenant dans la détermination de l'acceptabilité du lot.

Les plans d'échantillonnage décrits dans cette norme supposent une répartition normale du caractère de qualité.

Toutefois, les utilisateurs ne doivent pas trop s'inquiéter au sujet de l'écart par rapport à la normale, étant donné que la répartition de la moyenne générale de l'échantillon est habituellement très proche d'une répartition normale, à moins que les tailles d'échantillon ne soient trop petites.

La norme peut s'appliquer:

- à une série continue de lots
- à des lots isolés (quand la valeur de chaque écart type du caractère de qualité est connue et stable; par exemple, lorsqu'un lot isolé par rapport au client peut faire partie d'une série continue de lots produite par le fournisseur)
- lorsque le caractère de qualité spécifié χ est mesurable sur une échelle continue
- lorsque la valeur de chaque écart type du caractère de qualité est connue et stable
- à une gamme de matériaux en vrac, y compris des liquides, des solides (en granulés et en poudre), des émulsions et des suspensions
- lorsqu'une limite de spécification unique est donnée (toutefois, dans des circonstances particulières, la norme est applicable lorsque des limites de spécification double sont données).

5.2 PROCEDURES D'ECHANTILLONNAGE NORMALISEES POUR LE CONTROLE DE LOTS INDIVIDUELS

Les procédures d'échantillonnage normalisées pour le contrôle de lots individuels comportent les étapes suivantes:

- **Choix d'un plan d'échantillonnage**

Le choix d'un plan d'échantillonnage comporte les démarches suivantes, en particulier pour l'inspection de matériau en vrac:

- *La détermination des écarts types, des coûts, de la qualité du risque du producteur, de la qualité du risque du consommateur et de l'intervalle de discrimination (cf définitions 2.2.12)*

Si les cartes de contrôle tant de l'écart type de l'échantillon composite (S_C) que de l'écart type de l'échantillon d'essai (S_T) n'ont pas de points "hors de contrôle", et si rien d'autre ne porte à douter de leur stabilité, on peut en déduire que tous les écarts types sont stables. Des méthodes permettant de confirmer ou de recalculer les écarts types, y compris l'utilisation des tableaux de contrôle, sont décrites dans la disposition 12 de la norme ISO/CD 10725-2.3

- la spécification de *valeurs d'acceptation (s)*

Valeur d'acceptation

Lorsqu'une limite inférieure de spécification est donnée, la valeur d'acceptation plus faible est obtenue par l'équation:

$$\bar{x}_L = m_A - 0.562D$$

Lorsqu'une limite supérieure de spécification est donnée, la valeur d'acceptation plus élevée est obtenue par l'équation:

$$\bar{x}_U = m_A + 0.562D$$

où m_A est le risque du fournisseur et D la distance de discrimination

- **Prélèvements sur le lot**

Un mécanisme d'échantillonnage approprié devrait être utilisé conjointement avec un échantillonnage représentatif pour permettre des prélèvements n_i (n_i est le prélèvement de rang i).

- **Préparation d'un ou de plusieurs échantillons composites**

Les n_i prélèvements sont rassemblés pour produire des échantillons composites n_c . (Une procédure économique recommandée est la préparation d'échantillons répétés en associant tous les prélèvements en nombre impair, pour produire le premier échantillon composite; et tous les prélèvements en nombre pair, pour produire le deuxième échantillon composite).

- **Préparation des échantillons d'essai**

n_t échantillons d'essai pour lesquels la masse et la taille des particules sont spécifiées, sont préparés à partir de chaque échantillon composite, en utilisant des procédures appropriées de concassage/broyage, de division et de mélange de l'échantillon.

- **Prélèvement de prise d'essais en vue d'une mesure**

n_m prises d'essais, dont la masse est spécifiée, sont prélevées sur chaque échantillon d'essai.

- **Mesure du caractère de qualité spécifié des fractions prélevées**

Une mesure unique est faite sur chaque fraction, pour pouvoir prendre des mesures $n_c \cdot n_t \cdot n_m$ par lot.

- **Détermination de l'acceptabilité du lot**

La moyenne générale de l'échantillon (\bar{x}) est calculée à partir des moyennes de l'échantillon composite n_c (qui sont calculées à partir des moyennes de l'échantillon d'essai n_t , qui sont elles-mêmes calculées à partir des résultats de la mesure n_m).

- Lorsqu'une limite inférieure de spécification unique est donnée:

Accepter le lot si $\bar{x} \geq \bar{x}_L$

Rejeter le lot si $\bar{x} < \bar{x}_L$

- Lorsqu'une limite supérieure de spécification unique est donnée:

Accepter le lot si $\bar{x} \leq \bar{x}_U$

Rejeter le lot si $\bar{x} > \bar{x}_U$

- Lorsque des limites de spécification double sont données:

Accepter le lot si $\bar{x}_L \leq \bar{x} \leq \bar{x}_U$

Rejeter le lot si soit $\bar{x} < \bar{x}_L$, soit $\bar{x} > \bar{x}_U$

SECTION 6: RÉFÉRENCES

1. Micro-organismes dans les aliments. 2. Échantillonnage pour analyse microbiologique: Principes et applications spécifiques; Commission internationale pour la définition des caractéristiques microbiologiques des aliments, ICMSF, 1986, ISBN 0-632-015 67-5.
2. Cochran, WG : Sampling Techniques, 3rd Edition, Wiley, New York, 1977
3. Duncan, AJ : Quality Control and Industrial Statistics, 5th Edition, Irwin, Homewood, IL, 1986
4. Montgomery, DC : Introduction to Statistical Quality Control, 4th Edition, Wiley, New York, 2000
5. NMKL N° 12 : Guide on Sampling for Analysis of Foods, 2002

PROJET DE DIRECTIVES SUR L'INCERTITUDE DE MESURE

(A l'étape 8 de la procédure)

Introduction

D'après ISO/IEC 17025:1999, il est important et indispensable que les analystes soient conscients de l'incertitude associée à chaque résultat analytique et sachent l'estimer. Pour ce faire, ils disposent de différentes procédures. Il est demandé aux laboratoires d'analyse alimentaires de se charger du contrôle aux fins du Codex¹, d'utiliser chaque fois que possible des méthodes testées en collaboration², et de vérifier leur application avant de les utiliser pour les analyses de routine. Ces laboratoires ont donc à disposition une série de données analytiques qu'ils peuvent utiliser pour estimer l'incertitude de mesure.

Ces directives ne s'appliquent qu'à l'analyse quantitative.

La plupart des résultats d'analyses quantitatives prennent la forme de « $a \pm 2u$ ou $a \pm U$ », où « a » est la meilleure estimation de la valeur vraie de la concentration du mesurand (le résultat analytique), « u » est l'incertitude type et « U » (égal à $2u$) est l'incertitude élargie. La fourchette « $a \pm 2u$ » représente un niveau de confiance de 95 pour cent dans lequel la vraie valeur serait trouvée. La valeur de « U » ou de « $2u$ » est celle qui est normalement utilisée et indiquée par les analystes; elle est dénommée ci-après « incertitude de mesure » et peut être estimée de différentes manières.

Terminologie

La définition internationale de l'incertitude de mesure est la suivante:

« Paramètre, associé au résultat d'un mesurage, qui caractérise la dispersion des valeurs qui pourraient raisonnablement être attribuées au mesurand ».

REMARQUES:

1. Le paramètre peut être, par exemple, un écart-type (ou un multiple de celui-ci), ou la demi-largeur d'un intervalle de niveau de confiance déterminé.
2. L'incertitude de mesure comprend, en général, plusieurs composantes. Certaines peuvent être évaluées à partir de la distribution statistique des résultats de séries de mesurages et peuvent être caractérisées par des écart-types expérimentaux. Les autres composantes, qui peuvent aussi être caractérisées par des écart-types, sont évaluées en admettant des distributions de probabilité, d'après l'expérience acquise ou d'après d'autres informations.
3. Il est entendu que le résultat du mesurage est la meilleure estimation de la valeur du mesurand, et que toutes les composantes de l'incertitude, y compris celles qui proviennent d'effets systématiques, telles que les composantes associées aux corrections et aux étalons de référence, contribuent à la dispersion.

Recommandations

1. Il faut estimer l'incertitude de mesure associée à tous les résultats analytiques.
2. L'incertitude de mesures d'un résultat analytique peut être estimée par différentes procédures, en particulier celles décrites par l'ISO (1) et EURACHEM (2). Ces documents recommandent des procédures basées sur l'approche composante par composante, les données concernant la validation des méthodes, le contrôle interne de la qualité et les essais d'aptitude. Il n'est pas nécessaire d'entreprendre une estimation de l'incertitude de mesure en utilisant l'approche composante par composante de l'ISO si d'autres types de données sont disponibles et utilisées pour estimer

¹ Comme indiqué dans Codex GL 27-1997 « Directives pour l'évaluation de la compétence des laboratoires d'essais chargés du contrôle des importations et des exportations de denrées alimentaires »

² Vocabulaire international des termes fondamentaux et généraux de métrologie, ISO, 1993, deuxième édition.

l'incertitude. Dans de nombreux cas, l'incertitude totale peut être déterminée par une étude interlaboratoires (en collaboration) par un certain nombre de laboratoires et de matrices en appliquant les protocoles UICPA/ISO/AOAC INTERNATIONAL (3) ou ISO 5725 (4).

3. L'incertitude de mesure et son niveau de confiance seront communiqués, sur demande, à l'utilisateur (client) des résultats.

Références

1. « Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure », ISO, Genève, 1993.
2. Guide EURACHEM/CITAC – Quantifier l'incertitude dans les mesures analytiques (deuxième édition), Secrétariat EURACHEM, BAM, Berlin, 2000. Le guide peut être téléchargé gratuitement à l'adresse suivante: <http://www.eurachem.ul.pt/>
3. « Protocol for the Design, Conduct and Interpretation of Method Performance Studies », ed. W. Horwitz, *Pure Appl. Chem.*, 1995, 67, 331-343.
4. « Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure », Genève, 1994, ISO 5725, Éditions précédentes: 1981 et 1986.

**AVANT-PROJET DE DIRECTIVES CONCERNANT L'ÉVALUATION DE MÉTHODES
D'ANALYSE ACCEPTABLES
(à l'étape 5 de la procédure)**

CHAMP D'APPLICATION

1. Les présentes directives constituent un cadre pour l'évaluation de méthodes d'analyse acceptables.
2. Les présentes directives visent à aider les pays à se conformer aux exigences en matière de commerce de denrées alimentaires afin de protéger le consommateur et de promouvoir des pratiques commerciales loyales.
3. Les laboratoires chargés de l'évaluation doivent être conformes aux Directives Codex CAC/GL 27 relatives à la compétence des laboratoires d'essais auxquels il est fait appel dans le cadre de l'importation et de l'exportation de denrées alimentaires.
4. Si une méthode d'analyse a été approuvée par le Codex, elle doit être utilisée de préférence à toute autre.

CRITÈRES

5. Les laboratoires auxquels il est fait appel pour le contrôle des importations et des exportations de denrées alimentaires doivent évaluer les méthodes en fonction des critères ci-après:
 - exactitude
 - applicabilité (matrice, gamme de concentrations et préférence donnée aux méthodes « générales »)
 - limites de détection et de détermination
 - linéarité
 - fidélité; répétabilité intralaboratoire, reproductibilité interlaboratoire
 - récupération
 - sélectivité (effets des interférences, etc.)
 - sensibilité
6. Ces critères sont définis et leur estimation est expliquée ci-après.

EXACTITUDE**Définition****(en tant que concept)**

L'étroitesse de l'accord entre le résultat obtenu et la valeur de référence acceptée.

Remarque:

Le terme exactitude, lorsqu'il est appliqué à une série de résultats d'essais, implique une combinaison de composantes aléatoires et d'une erreur systématique commune ou un élément de biais {ISO 3534-1}. Lorsque l'on doit utiliser une procédure qui comporte une erreur aléatoire pour obtenir la composante d'erreur systématique, la valeur de la composante d'erreur aléatoire est accrue en raison de la propagation des facteurs d'erreur et est diminuée grâce à la répétition.

(en tant que statistique)

Étroitesse de l'accord entre un résultat obtenu et la valeur de référence acceptée. {ISO 3534-1}

Remarque:

L'exactitude en tant que statistique s'applique à l'unique et final résultat d'essai obtenu; l'exactitude en tant que concept s'applique aux valeurs uniques, répétées ou moyennes.

Estimation

On utilisera chaque fois que possible des matériaux de référence identifiables (matrice correspondante et même niveau d'analyse) pour déterminer l'exactitude de la méthode d'analyse.

Procédure NMKL 9 (2001) – Si des matériaux de référence certifiés sont utilisés pendant un exercice d'évaluation d'une méthode, la valeur moyenne déterminée peut être comparée à la valeur moyenne connue en calculant la valeur z .

$$z = \frac{(X_{\text{obtenu}} - X_{\text{certifié}})}{\sqrt{\frac{\sigma_{\text{obtenu}}^2}{n_{\text{obtenu}}} + \frac{\sigma_{\text{certifié}}^2}{n_{\text{certifié}}}}$$

ou, si l'on ne dispose pas de données sur l'écart type du matériau de référence certifié, des données indiquant une limite de confiance de 95 pour cent peuvent tenir lieu d'estimation de l'écart type du matériau de référence certifié.

$$z = \frac{(X_{\text{obtenu}} - X_{\text{certifié}})}{\sqrt{\frac{\sigma_{\text{obtenu}}^2}{n_{\text{obtenu}}} + \left(\frac{CI}{2}\right)^2}}$$

Une valeur z hors de l'étendue $|z| \leq 2$ indique un biais important qui doit être corrigé.

APPLICABILITÉ**Définition**

Les analytes, matrices et concentrations pour lesquels une méthode d'analyse peut être utilisée de façon satisfaisante pour déterminer la conformité avec une norme Codex.

Remarque:

Outre une indication de la gamme de performance satisfaisante pour chaque facteur, l'applicabilité (domaine d'application) peut également comporter des avertissements concernant des interférences connues provenant d'autres analytes, ou l'inapplicabilité à certaines matrices ou situations.

Estimation

Celle-ci doit décrire les analytes, matrices et concentrations pour lesquels la méthode d'analyse peut être utilisée de façon satisfaisante pour déterminer la conformité avec une norme Codex. Elle peut aussi inclure des avertissements quand à une éventuelle interférence de la part d'autres analytes ou l'inapplicabilité à certaines matrices et situations. La méthode de Youden, plan factoriel fractionné, est fréquemment utilisée pour évaluer l'applicabilité ou la robustesse.

SEUILS DE DÉTECTION ET DE DÉTERMINATION**Définition: seuil de détection**

Le seuil de détection est défini traditionnellement comme échantillon témoin + 3σ , où σ est l'écart type du signal de valeur de l'échantillon témoin (définition de l'UICPA).

Toutefois, une autre définition qui élimine la plupart des objections à l'approche susmentionnée (à savoir, que la forte variabilité à la limite de mesures ne peut jamais être surmontée) consiste à partir de la valeur arrondie de l'écart type de la reproductibilité, quand il n'est plus contrôlable (lorsque $3\sigma_R = 100$ pour cent; $\sigma_R = 33$ pour cent, arrondi à 50 pour cent en raison de la forte variabilité). Cette valeur est directement liée à l'analyte et au système de mesure et ne dépend pas du système de mesure local.

Définition: seuil de détermination

Comme pour le seuil de détection, mais avec 6σ ou 10σ au lieu de 3σ .

Toutefois, une autre définition correspondant à celle proposée pour le seuil de détection consisterait à utiliser $\sigma_R = 25$ pour cent. Cette valeur n'est pas tellement différente de celle attribuée au seuil de détection puisque la limite supérieure du seuil de détection se confond avec la limite inférieure du seuil de détermination.

Estimation

Lorsque les mesures sont effectuées à de faibles concentrations de l'analyte ou à une faible valeur d'une propriété, comme dans l'analyse des traces, il importe de connaître la concentration la plus faible de l'analyte ou valeur d'une propriété susceptible d'être détectée avec un minimum de fiabilité par la méthode. Cette condition est importante de même que l'examen des problèmes qui y sont associés, car la probabilité de la détection ne passe pas soudainement de zéro à l'unité du fait du franchissement d'une limite donnée. Les problèmes ont fait l'objet d'études statistiques détaillées et plusieurs critères de décision ont été proposés.

Aux fins de la validation, il suffit normalement d'indiquer le niveau auquel la détection devient critique. À cet effet, l'approche « blanc + 3s » suffit généralement. Lorsqu'il s'agit de s'assurer du respect d'un règlement ou d'une spécification, une approche plus exacte, telle que celle décrite par l'UICPA et d'autres, sera sans doute plus appropriée. Il est recommandé aux utilisateurs de citer la convention qu'ils ont utilisée pour fixer un seuil de détection.

Seuil de détection - Aide mémoire	
Analyse à effectuer	Calcul à effectuer à partir des données
a) 10 échantillons témoins indépendants mesurés une fois chacun ou b) 10 échantillons témoins indépendants enrichis à la concentration la plus faible acceptable, mesurés une fois chacun	<i>Écart type empirique</i> « s » de a) valeurs du blanc de l'échantillon témoin ou b) valeurs de l'échantillon témoin enrichi Exprimer le seuil de détection comme la concentration de l'analyte correspondant à a) la valeur moyenne de l'échantillon témoin + 3s ou b) 0 + 3s
Cette approche part du principe qu'un signal supérieur de plus de 3s à la valeur de l'échantillon témoin ne peut découler de l'échantillon témoin que dans beaucoup moins de 1 pour cent des cas, et doit donc provenir d'une autre source, par exemple le mesurande. L'approche a) n'est utile que lorsque l'échantillon témoin donne un écart-type différent de zéro. Il peut être difficile de se procurer un véritable échantillon témoin.	
c) 10 échantillons témoins indépendants enrichis à la concentration acceptable la plus faible, mesurés une fois chacun	<i>Écart type empirique</i> « s » des valeurs de l'échantillon témoin enrichi Exprimer le seuil de détection en tant que concentration de l'analyte correspondant à la valeur de l'échantillon témoin +4.65s (découle de la vérification d'hypothèse)
Par « concentration acceptable la plus faible », on entend la concentration la plus faible pour laquelle un degré acceptable d'incertitude peut être obtenu. En suivant la pratique habituelle, à savoir, évaluer l'échantillon et le blanc séparément et effectuer une correction en soustrayant la concentration de l'analyte correspondant au blanc de la concentration correspondant à l'échantillon. Si les mesures sont effectuées dans des conditions de répétabilité, cela donne également une mesure de la précision de la répétabilité.	

Le seuil de détermination est au sens strict la concentration la plus faible de l'analyte qui puisse être déterminée avec un niveau acceptable de fidélité et de justesse de la répétabilité. Le seuil de détermination est également défini par diverses conventions comme la concentration de l'analyte correspondant à la valeur du blanc plus 6 ou 10 écarts type de la moyenne du blanc.

Remarque: Ni le seuil de détection, ni le seuil de détermination ne représentent les niveaux auxquels l'analyse quantitative est impossible. Simplement, la fréquence des incertitudes associées n'est pas loin d'être comparable avec le résultat effectif dans la zone du seuil de détection.

Seuil de détermination - Aide mémoire	
Analyse	Calcul à partir des données
<p>a) 10 échantillons témoins indépendants mesurés une fois chacun.</p> <p>Il peut être difficile d'obtenir un véritable échantillon témoin.</p>	<p><i>Écart type de l'échantillon « s »</i> de la valeur de l'échantillon témoin.</p> <p>Exprimer le seuil de détermination en tant que concentration de l'analyte correspondant à la valeur de l'échantillon témoin plus, soit:</p> <p>i) $6s$, soit ii) $10s$</p>
<p>b) Enrichir des portions aliquotes d'un échantillon témoin à diverses concentrations de l'analyte proches du seuil de détection.</p> <p>Mesurer une fois chacune 10 répétitions indépendantes à chaque concentration.</p> <p>Normalement, le seuil de détermination fait partie de l'étude visant à déterminer la plage de mesure. Il ne devrait pas être déterminé par extrapolation en dessous de l'échantillon témoin enrichi à la concentration la plus faible.</p> <p>Si les mesures sont effectuées dans des conditions de répétabilité, on obtient également une mesure de la fidélité de la répétabilité à cette concentration.</p>	<p>Calculer l'écart type « s » de la valeur de l'analyte pour chaque concentration. Représenter graphiquement s par rapport à la concentration et attribuer une valeur au seuil de détermination par inspection.</p> <p>Exprimer le seuil de détermination en tant que concentration de l'analyte la plus faible qui puisse être déterminée avec un niveau acceptable d'incertitude.</p>

LINÉARITÉ

Définition

Par linéarité, on entend l'aptitude d'une méthode d'analyse, sur une étendue donnée, à provoquer une réaction ou des résultats instrumentaux proportionnels à la quantité de l'analyte à déterminer dans l'échantillon de laboratoire. Cette proportionnalité est exprimée par une expression mathématique définie a priori. Les limites de la linéarité sont les limites expérimentales des concentrations entre lesquelles un modèle d'étalonnage linéaire peut être appliqué avec un niveau de confiance connu (généralement considéré comme égal à 1 pour cent).

Estimation

Pour toute méthode quantitative, il est nécessaire de déterminer la gamme des concentrations de l'analyte ou des valeurs de la propriété à laquelle la méthode est applicable. On remarquera qu'il s'agit de la gamme des concentrations ou des valeurs d'une propriété dans les solutions effectivement mesurées et non dans les échantillons d'origine. À l'extrémité inférieure de la gamme des concentrations, les facteurs limitants sont les valeurs des seuils de détection et/ou d'analyse quantitative. À l'extrémité supérieure de l'étendue des concentrations, les limites seront imposées par divers effets dépendants du système de réaction de l'instrument.

À l'intérieur de l'étendue de mesure, il peut exister une échelle de réaction linéaire. À l'intérieur de l'échelle linéaire, la réaction sera en relation linéaire avec la concentration de la substance ou la valeur de la propriété. L'étendue de cette plage peut être établie au cours de l'évaluation de l'étendue de mesure. On notera que les calculs de régression ne suffisent pas à établir la linéarité. À cette fin, une inspection visuelle de la ligne et des résidus peut être suffisante; des tests objectifs, tels que les tests de validité de l'ajustement, sont meilleurs encore. En règle générale, les vérifications de la linéarité exigent des points pour au moins 10 concentrations ou valeurs de propriété différentes.

Une évaluation de l'étendue de mesure et de l'échelle linéaire est également utile pour planifier l'étalonnage nécessaire lorsqu'on utilise la méthode quotidiennement. Il est souhaitable d'étudier la variance sur toute l'étendue de mesure. À l'intérieur de l'échelle linéaire, un point d'étalonnage peut suffire pour établir l'inclinaison de la ligne d'étalonnage. Ailleurs dans l'étendue de mesure, un étalonnage multipoint (de préférence 6+) sera nécessaire. Le rapport de la réaction instrumentale à la concentration n'a pas à être parfaitement linéaire pour qu'une méthode soit efficace, mais la courbe doit pouvoir être répétée d'un jour sur l'autre. On notera que l'étendue de mesure et l'échelle linéaire peuvent être différentes pour des matrices différentes, selon l'effet des interférences découlant de la matrice.

Étendue de mesure et échelle linéaire – aide-mémoire			
Analyse	Répétitions	Calculs à effectuer à partir des données	Observations
1. Blanc plus matériaux de référence ou blancs enrichis à diverses concentrations	1	Représenter graphiquement la réaction mesurée (en ordonnée) par rapport à la concentration du mesurande (en abscisse). Examiner visuellement pour identifier l'échelle linéaire approximative et les limites supérieure et inférieure de l'étendue de mesure.	Dans l'idéal, les différentes concentrations devraient être préparées indépendamment les unes des autres et non pas à partir de portions aliquotes de la même solution.
Il convient d'analyser au moins 6 concentrations, plus le blanc		Passer au point 2.	On aura une confirmation visuelle de la linéarité de l'étendue de mesure. Ce stade est nécessaire pour vérifier une étendue de mesure considérée linéaire et lorsqu'on a l'intention d'utiliser un étalonnage ponctuel.
2. Matériaux de référence ou blancs enrichis au moins à 6 concentrations différentes dans l'échelle linéaire	3	Représenter graphiquement la mesure (en ordonnée) par rapport à la concentration du mesurande (en abscisse). Examiner visuellement les valeurs aberrantes qui peuvent ne pas être reflétées dans la régression. Calculer un coefficient de régression approprié. Calculer et représenter graphiquement les valeurs résiduelles (différence entre la valeur y effective et la valeur y prédite par la ligne droite, pour chaque valeur x). Une distribution aléatoire sur la ligne droite confirme la linéarité. Des tendances systématiques indiquent une non-linéarité.	Il est dangereux de supprimer les valeurs aberrantes avant d'avoir procédé à une vérification à l'aide de déterminations supplémentaires à des concentrations proches. Si la variance des répliques est proportionnelle à la concentration, il convient de calculer une régression pondérée plutôt qu'une régression non pondérée. Dans certaines circonstances, il vaut mieux essayer d'adapter une courbe non linéaire aux données. Les fonctions autres que quadratiques ne sont pas conseillées en règle générale.
3. Comme pour le seuil de détermination (b)		Passer au point 3. Comme pour le seuil de détermination. Le seuil de détermination constitue effectivement l'extrémité inférieure de l'étendue de la mesure.	Travailler avec des concentrations de plus en plus faibles jusqu'à ce que l'exactitude et la fidélité deviennent inacceptables.

FIDÉLITÉ

Définitions

Étroitesse de l'écart entre des résultats d'essais indépendants obtenus dans les conditions stipulées (ISO 3534-1)

Remarques: (ISO 3534-1)

1. La fidélité dépend seulement de la distribution des erreurs aléatoires et n'a aucune relation avec la valeur vraie ou la valeur spécifiée.
2. La mesure de la fidélité s'exprime habituellement en termes d'infidélité et elle est calculée à partir de l'écart type des résultats d'essais. Une fidélité faible se traduit par un grand écart-type.
3. « Résultats d'essais indépendants » signifie des résultats obtenus d'une façon non influencée par un résultat précédent sur le matériau d'essai identique ou similaire. Les mesures quantitatives de la fidélité dépendent de façon critique des conditions stipulées. Les conditions de répétabilité et de reproductibilité sont des ensembles particuliers de conditions extrêmes stipulées.

Répétabilité [reproductibilité]: fidélité dans des conditions de répétabilité [reproductibilité] [ISO 3534-1]

Conditions de répétabilité: conditions dans lesquelles des résultats d'essais indépendants sont obtenus par la même méthode sur des individus d'essai identiques dans le même laboratoire, par le même opérateur utilisant le même équipement dans un court intervalle de temps. [ISO 3534-1]

Conditions de reproductibilité: conditions dans lesquelles des résultats d'essais indépendants sont obtenus par la même méthode sur des individus d'essai identiques dans des laboratoires différents, avec des opérateurs différents utilisant des équipements différents. [ISO 3534-1]

Remarque:

Lorsque des méthodes différentes donnent des résultats d'essais qui ne varient pas sensiblement, ou lorsque différentes méthodes sont autorisées par le protocole expérimental, comme dans le cas d'un essai d'aptitude ou d'un essai de certification d'un matériau en vue de l'établissement d'une valeur consensuelle d'un matériau de référence, le mot « reproductibilité » peut s'appliquer aux paramètres obtenus. Les conditions doivent être indiquées de façon explicite.

Écart-type de répétabilité [reproductibilité]: écart type des résultats d'essais obtenus dans des conditions de répétabilité [reproductibilité]. [ISO 3534-1]

Remarques: [ISO 3534-1]

1. Il s'agit de la mesure de la dispersion de la distribution des résultats d'essais dans des conditions de répétabilité [reproductibilité].
2. De même, on pourrait définir la « variance de répétabilité [reproductibilité] » et le « coefficient de variation de répétabilité [reproductibilité] » et les utiliser comme mesures de la dispersion des résultats d'essais obtenus dans des conditions de répétabilité [reproductibilité].

Limite de répétabilité [reproductibilité]: valeur égale ou au-dessous de laquelle est située avec une probabilité de 95 pour cent la valeur absolue de la différence entre deux résultats d'essais obtenus dans des conditions de répétabilité [reproductibilité]. [ISO 3534-1]

Remarques:

1. Le symbole utilisé est r [R]. [ISO 3534-1]
2. Si l'on examine les résultats de deux essais uniques obtenus dans des conditions de répétabilité [reproductibilité], la comparaison devrait être faite avec la limite de répétabilité [reproductibilité]

$$r [R] = 2.8 S_r [S_R] \text{ \{ISO 5725-6,4.1.4\}}$$
3. Si on utilise des séries de mesures comme base de calcul des limites de répétabilité [reproductibilité] (maintenant appelées différences critiques), il faut appliquer des formules plus complexes qui sont indiquées dans la norme ISO 5725-6: 1994,4.2.1 et 4.2.2.

Estimation

Les valeurs de répétabilité et reproductibilité calculées peuvent être comparées aux méthodes existantes. Si les résultats sont satisfaisants, la méthode peut être utilisée comme méthode validée. S'il n'existe pas de méthode avec laquelle comparer les paramètres de fidélité, les valeurs de répétabilité et de reproductibilité théoriques peuvent être calculées à partir de l'équation d'Horwitz pour des concentrations jusqu'à 120 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ou avec l'équation modifiée à des niveaux inférieurs à 120 $\mu\text{g}/\text{kg}$ et supérieurs à 13,8 pour cent; comme suit:

$$\begin{aligned}\sigma &= 0,22c && \text{si } c < 1,2 \times 10^{-7} \\ \sigma &= 0,02c^{0,8495} && \text{si } 1,2 \times 10^{-7} \leq c \leq 0,138 \\ \sigma &= 0,01c^{0,5} && \text{si } c > 0,138\end{aligned}$$

RÉCUPÉRATION**Définition**

Proportion de la quantité de l'analyte présente ou ajoutée aux matériaux analysés qui est extraite et présentée pour analyse.

Estimation

Les méthodes d'analyse ne mesurent pas toujours la totalité de l'analyte présent dans l'échantillon. Les analytes peuvent être présents dans les échantillons sous diverses formes qui n'intéressent pas toutes l'analyste. La méthode peut être conçue délibérément de façon à détecter une seule forme de l'analyte. Toutefois, lorsque la méthode ne permet pas de déterminer toutes les formes de l'analyte présent dans l'échantillon, cela peut être dû à un problème inhérent à la méthode. De toute façon, il convient d'évaluer la capacité de la méthode à détecter toutes les formes de l'analyte présent.

Du fait que l'on ignore généralement la quantité exacte de l'analyte particulier présent dans une prise d'essai, il est difficile d'évaluer avec certitude l'efficacité de la méthode d'extraction. L'une des méthodes utilisées pour déterminer l'efficacité de l'extraction consiste à insérer dans des prises d'essais l'analyte à des concentrations diverses, puis à extraire les prises enrichies et à mesurer la concentration de l'analyte. Cette méthode présente toutefois un inconvénient qui tient au fait que la substance introduite de cette façon ne se sera sans doute pas aussi fortement intégrée que celle naturellement présente dans la matrice de la prise soumise à analyse, de sorte que la technique risque de donner une impression trop favorable de l'efficacité de l'extraction. Il s'agit, toutefois, de la façon la plus commune de déterminer l'efficacité de la récupération et cette méthode est jugée acceptable. On gardera présent à l'esprit l'inconvénient décrit ci-dessus. Une autre solution consiste à effectuer des études de récupération sur des matériaux de référence, si des matériaux adaptés sont disponibles. À condition que ceux-ci résultent de la caractérisation de matériaux naturels plutôt que de matériaux synthétiques dans lesquels l'analyte a été introduit, l'étude de récupération devrait représenter de manière assez fidèle l'extraction des prises d'essai réelles.

Récupération – aide-mémoire			
Analyse	Répétitions	Calculs à effectuer à partir des données	Observations
Blancs de matrice ou échantillons non enrichis et enrichis avec l'analyte à diverses concentrations	6	Déterminer la récupération de l'analyte aux diverses concentrations. Récupération (en %) = $(C1-C2)/C3 \times 100$ où C1 = concentration déterminée dans l'échantillon enrichi C2 = concentration déterminée dans l'échantillon non enrichi C3 = concentration de l'enrichissement	Les échantillons enrichis doivent être comparés avec le même échantillon non enrichi pour évaluer la récupération nette de l'enrichissement. La récupération dans des échantillons enrichis ou des blancs de matrice sera en général plus élevée que dans les échantillons réels, où l'analyte est mieux intégré.
Matériaux de référence certifiés		Déterminer la récupération de l'analyte par rapport à la valeur certifiée	Selon la façon dont les matériaux de référence certifiés ont été produits et caractérisés, il peut être possible d'obtenir une récupération supérieure à 100 pour cent.

SÉLECTIVITÉ

Définition

La sélectivité est la capacité d'une méthode à déterminer un ou des analyte(s) particulier(s) dans des mélanges ou des matrices sans interférences d'autres composants.

Sélectivité est le terme recommandé en chimie analytique pour exprimer la capacité d'une méthode individuelle à déterminer le ou les analyte(s) en présence d'interférences d'autres composants. La sélectivité peut être graduée. L'utilisation du terme spécificité pour le même concept doit être découragée car elle crée souvent une confusion.

Estimation

La sélectivité ou la spécificité évaluent la fiabilité des mesures en présence d'interférences. La sélectivité d'une méthode est en général déterminée en étudiant sa capacité à mesurer l'analyte dans des prises d'essai dans lesquelles des interférences spécifiques ont été délibérément introduites (celles considérées comme susceptibles d'être présentes dans les échantillons). Lorsqu'on n'est pas certain que des interférences soient déjà présentes dans l'analyte, on déterminera la sélectivité de la méthode en étudiant son aptitude à mesurer l'analyte par rapport à d'autres méthodes ou techniques indépendantes.

Confirmation de l'identité et de la sélectivité/spécificité – aide-mémoire

Analyse	Répétitions	Calcul	Observations
Analyser des échantillons et des matériaux de référence à l'aide de la méthode en question ou d'autres méthodes indépendantes.	1	Utiliser les résultats obtenus grâce aux techniques de confirmation pour évaluer l'aptitude de la méthode à confirmer l'identité de l'analyte et son aptitude à mesurer l'analyte indépendamment des interférences.	Décider de la quantité de preuves à l'appui raisonnablement nécessaire pour assurer une fiabilité suffisante.
Analyser des échantillons contenant diverses interférences soupçonnées en présence des analytes étudiés.	1	Examiner l'effet des interférences – la présence de l'interférence renforce-t-elle, ou au contraire empêche-t-elle, la détection ou la quantification des mesurandes.	Si la détection ou la quantification sont entravées par des interférences, il faudra améliorer la méthode.

SENSIBILITÉ

Définition

Variation de la réponse divisée par la variation correspondante de la concentration obtenue pour une courbe d'étalonnage, c'est-à-dire la pente, s_i de la courbe d'étalonnage analytique.

Remarque:

Ce terme a été utilisé pour d'autres applications analytiques, renvoyant souvent à la capacité de détection, à la concentration donnant une absorption de 1 pour cent dans la spectrophotométrie d'absorption atomique ou au rapport entre valeurs positives obtenues et valeurs positives vraies, connues dans les essais d'immunologie et de microbiologie. De telles applications de la chimie analytique devraient être déconseillées.

Remarques: [UICPA-1987]

1. Une méthode est dite sensible si une faible variation de la concentration c , ou de la quantité q , entraîne une variation importante de la mesure x , c'est-à-dire lorsque la valeur dérivée dx/dc ou dx/dq est élevée.
2. Bien que le signal s_i puisse varier en fonction de la grandeur c_i ou q_i , la pente, s_i est habituellement constante pour une gamme de concentration raisonnable. S_i peut être également fonction de c ou de q , ou d'autres analytes présentes dans l'échantillon.

Estimation

Il s'agit effectivement du gradient de la courbe de réponse, autrement dit de la modification de la réponse de l'instrument correspondant à une modification de la concentration de l'analyte. Lorsque l'on s'est assuré que la réponse est linéaire par rapport à la concentration, autrement dit sur l'étendue linéaire de la méthode, et que le point d'intersection de la courbe de réponse a été déterminé, la sensibilité est un paramètre utile pour le calcul et l'utilisation de formules de quantification. La sensibilité est parfois utilisée pour indiquer le seuil de détection, mais en général cet emploi n'est pas recommandé.

[Remarque: la plupart des recommandations énoncées dans l'Annexe V proviennent de textes publiés, en particulier des documents suivants:

AOAC-I Peer Verified Methods, Policies and procedures, 1993, AOAC International, 2200 Wilson Blvd., Suite 400, Arlington, Virginia 22201-3301, USA.

W. J. Youden; Steiner, E. H. 'Statistical Manual of the AOAC-Association of Official Analytical Chemists', AOAC-I, Washington DC, 1975, p. 35.

« The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics » Eurachem Guide, 1998, <http://www.eurachem.ul.pt/guides/valid.pdf>.

Nomenclature in evaluation of analytical methods, including detection and quantification capabilities (IUPAC Recommendations 1995). *Pure & Appl. Chem.*, 1995, **67**, 1699-1723.

Detection in Analytical Chemistry – Importance, Theory and Practice. L. A. Curries, ACS Symposium Series 361, American Chemical Society, Washington DC 1988. Plusieurs chapitres sont recommandés, notamment le chapitre 4 (Kirchmer, C. J.) et le chapitre 16 (Kurtz, D. A. *et al.*).

Analytical Methods Committee, « Recommendation for the Definition, Estimation and Use of the Detection Limit », *The Analyst*, 1987, **112**, 199-204.

« Evaluation of Analytical Methods used for Regulation of Foods and Drugs », W. Horwitz, *Anal. Chem.* 1982, 54 (1), 67A - 76A.

M. Thompson, *Analyst*, 2000, 125, 385-386.]

SITUATION EN CE QUI CONCERNE L'APPROBATION DES MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE

Partie I. MÉTHODES D'ANALYSE

- A. Comité sur les graisses et les huiles
- B. Comité du Codex sur les poissons et les produits de la pêche
- C. Groupe intergouvernemental spécial sur les jus de fruits et de légumes
- D. Comité du Codex sur la nutrition et les aliments diététiques ou de régime
- E. Méthodes d'analyse pour les additifs et les contaminants

A. COMITE DU CODEX SUR LES GRAISSES ET LES HUILES¹

PRODUIT	DISPOSITION	MÉTHODE	PRINCIPE	NOTE	TYPE	SITUATION
Matières grasses tartinables et mélanges tartinables	Teneur en matière grasse laitière (acide butyrique)	UICPA 2.310, AOAC 990.27 ou AOCS Ca 5c-87 (97).	Saponification, acidification, séparation d'acides gras hydrosolubles, détermination par CGL	Le CCFO devrait fixer un facteur de conversion	I	AP
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Caractéristiques organoleptiques	COI/T.20/Doc. n° 15.	Test de groupe		I	A
	Acidité libre (indice d'acide)	ISO 660:1996, amendé 2003 ou AOCS Cd 3d-63 (03)	Titrimétrie		I	A
	Composition en acides gras	COI/T.20/Doc. n° 24 et ISO 5508: 1990 et AOCS Ch 2-91(02) ou AOCS Ce 1f-96 (02) Pour préparation d'échantillon ISO 5509: 2000 ou AOCS Ce 2-66 (97)	Chromatographie en phase gazeuse des esters de méthyle		II	A
	Teneur en acides gras <i>trans</i>	COI/T.20/Doc n° 17 ou ISO 15304:2002 ou AOCS Ce 1f-96 (02)	Chromatographie en phase gazeuse des esters de méthyle		II	A

¹ ALINORM 03/17, Annexes II, III et IV

PRODUIT	DISPOSITION	MÉTHODE	PRINCIPE	NOTE	TYPE	SITUATION
	Teneur en cires	COI/T.20/Doc. n° 18 ou AOCS Ch 8-02 (02)	Chromatographie en phase gazeuse		II	A
	Différence entre les teneurs réelle et théorique en triglycérides ECN 42	COI/T.20/Doc. n° 20 ou AOCS Ce 5b-89 (97)	Analyse des triglycérides de chromatographie liquide à haute performance et calcul		I	A
	Composition et teneur en stérols	COI/T.20/Doc. n° 10 ou ISO 12228:1999 ou AOCS Ch 6-91 (97).	Chromatographie en phase gazeuse		II	A
	Teneur en érythrodiol et uvaol	UICPA 2.431.	Chromatographie en phase gazeuse		II	A
	Stigmastadiènes	COI/T.20/Doc. n° 11 ou ISO 15788-1:1999 ou AOCS Cd 26-96 (03).	Chromatographie en phase gazeuse		II	A
	Stigmastadiènes	ISO 15788-2: 2003	Chromatographie liquide à haute performance	Le CCFO devra juger si la méthode est appropriée	III	AP
	Indice de peroxyde	ISO 3960:2001 ou AOCS Cd 8b-90 (03).	Titrimétrie		I	A
	Absorbance dans l'ultraviolet	COI/T.20/Doc. n° 19 ou ISO 3656:2002 ou AOCS Ch 5-91 (01).	Absorbance dans l'ultra violet		II	A
	Alpha-tocophérol	ISO 9936:1997	Chromatographie liquide à haute performance		II	A
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Arsenic	AOAC 952.13	Colorimétrie (diéthylthiocarbamate)		III	A
	Arsenic	AOAC 942.17	Colorimétrie (bleu de molybdène)		III	A
	Arsenic	AOAC 986.15	Spectrophotométrie d'absorption atomique		II	A
	Plomb	AOAC 994.02 ou ISO 12193:2004 ou AOCS Ca 18c-91(97)	Spectrophotométrie d'absorption atomique		II	A
	Traces de solvants halogénés	COI/T.20/Doc. n° 8.	Chromatographie en phase gazeuse		II	A
	Eau et matières volatiles	ISO 662:1998	Gravimétrie		I	A
	Impuretés insolubles dans l'éther de pétrole	ISO 663:2000	Gravimétrie		I	A

PRODUIT	DISPOSITION	MÉTHODE	PRINCIPE	NOTE	TYPE	SITUATION
	Fer et cuivre	ISO 8294:1994 ou AOAC 990.05	Spectrophotométrie d'absorption atomique		II	A
	Indice de saponification	ISO 3657:2002 ou AOCS Cd 3-25 (03)	Titrimétrie		I	A
	Insaponifiable	ISO 3596:2000 ou ISO 18609:2000 ou AOCS Ca 6b-53 (01)	Gravimétrie		I	A
	Acides gras en position 2 dans les triglycérides	ISO 6800:1997 ou AOCS Ch 3-91 (02)	Chromatographie en phase gazeuse		I	A
	Densité relative	UICPA 2.101, avec le facteur de conversion approprié	Pycnométrie		I	A
	Indice de réfraction	ISO 6320:2000 ou AOCS Cc 7-25 (02)	Réfractométrie		II	A
	Indice d'iode	ISO 3961:1996 ou AOAC 993.20 ou AOCS Cd 1d-92 (97) ou NMKL 39 (2003)	Titrimétrie (Wijs)		I	A

Amendements proposés aux méthodes mentionnées dans la norme actuelle pour les huiles végétales portant un nom spécifique

PRODUIT	DISPOSITION	MÉTHODE	PRINCIPE	TYPE	SITUATION
Huiles végétales portant un nom spécifique	Acidité	ISO 660: 1996, amendé en 2003; ou AOCS Cd 3d-63 (03)	Titrimétrie	I	A
	Densité apparente	ISO 6883: 2000, avec le facteur de conversion approprié; ou AOCS Cc 10c-95 (02)	Pycnométrie	I	A
	Arsenic	AOAC 952.13	Colorimétrie (diéthylthiocarbamate)	III	A
	Arsenic	AOAC 942.17	Colorimétrie (bleu de molybdène)	III	A
Huiles végétales portant un nom spécifique	Arsenic	AOAC 986.15	Spectrophotométrie d'absorption atomique	II	A
	Cuivre et fer	ISO 8294: 1994; ou AOAC 990.05; ou AOCS Ca 18b-91 (03)	Spectrophotométrie d'absorption atomique	II	A
	Indice de Crismer	AOCS Cb 4-35 (97) et AOCS Ca 5a-40 (97)	Torbidité	I	A
	Intervalles CGL de la composition en acides gras	ISO 5508: 1990 et ISO 5509: 2000; ou AOCS Ce 2-66 (97) et Ce 1e-91 (01) ou Ce 1f-96 (02)	Chromatographie en phase gazeuse des esters de méthyle	II	A

	Impuretés insolubles	ISO 663: 2000	Gravimétrie	I	A
	Indice d'iode (IV)	Wijs - ISO 3961: 1996; ou AOAC 993.20; ou AOCS Cd 1d-1992 (97); ou NMKL 39 (2003)	Titrimétrie (Wijs) ²	I	A
	Plomb	AOAC 994.02 ; ou ISO 12193: 2004; ou AOCS Ca 18c-91 (03)	Absorption atomique	II	A
	Eau et matières volatiles à 105°C	ISO 662: 1998	Gravimétrie	I	A
	Indice de peroxyde (IP)	AOCS Cd 8b-90 (03); ou ISO 3960: 2001	Titrimétrie	I	A
	Indice de réfraction	ISO 6320: 2000; ou AOCS Cc 7-25 (02)	Réfractométrie	II	A
	Indice de Reichert et indice de Polenske	AOCS Cd 5-40 (97)	Titrimétrie	I	A
	Indice de saponification	ISO 3657: 2002; ou AOCS Cd 3-25 (03)	Titrimétrie	I	A
	Point d'écoulement	ISO 6321:2002 pour toutes les huiles; AOCS Cc 3b-92 (02) pour toutes les huiles sauf les huiles de palme; AOCS Cc 3-25 (97) pour les huiles de palme uniquement	Colonne capillaire à bouts ouverts	I	A
	Teneur en savon	BS 684 Section 2.5; ou AOCS Cc 17-95 (97)	Gravimétrie	I	A
	Teneur en stérol	ISO 12228: 1999; ou AOCS Ch 6-91 (97)	Chromatographie en phase gazeuse	II	A
	Teneur en tocophérol	ISO 9936: 1997; ou AOCS Ce 8-89 (97)	Chromatographie liquide à haute performance	II	A
	Insaponifiable	ISO 3596: 2000; ou ISO 18609: 2000; ou AOCS Ca 6b-53 (01)	Gravimétrie	I	A

² Il est possible de calculer l'indice d'iode à partir des données sur la composition en acides gras obtenues par chromatographie en phase gazeuse, par exemple en utilisant AOCS Cd 1b-87 (97)

B. COMITÉ DU CODEX SUR LES POISSONS ET LES PRODUITS DE LA PÊCHE³

Projet de norme pour le hareng de l'Atlantique salé et les sprats salés (à l'étape 8)

Projet d'amendement à la Norme pour les bâtonnets, les portions et les filets de poisson surgelés – panés ou enrobés de pâte à frire

PRODUIT	DISPOSITION	MÉTHODE	PRINCIPE	TYPE	SITUATION
Hareng de l'Atlantique salé et sprats salés	Teneur en eau	AOAC 950.46B	séchage à l'air	I	E
Bâtonnets de poisson surgelés	Teneur en chair de poisson (déclaration)	AOAC 996.15 et calcul (voir ci-dessous)	voir ci-dessous	I	E

Section 7. Échantillonnage, examen et analyse

7.4 Estimation de la teneur en chair de poisson

Selon la méthode AOAC 996.15. Lorsque des doutes subsistent au sujet de la proportion de poisson dans la partie centrale, on peut utiliser la méthode d'analyse décrite ci-dessous, comme méthode de référence.

Détermination de la teneur en chair de poisson

La teneur en chair de poisson d'un bâtonnet de poisson est calculée à l'aide de l'équation suivante.

$$\text{Teneur en chair de poisson (en\%)} = \frac{\text{Poids du poisson utilisé}}{\text{Poids du produit final}} \times 100$$

Il s'ensuit que pour la plupart des produits, le poids de l'ingrédient poisson est celui de l'ingrédient à l'état brut. Tout chiffre figurant sur l'étiquette d'un produit serait une quantité typique reflétant les variations normales dans la fabrication, selon les bonnes pratiques de fabrication.

Vérification de la teneur en chair de poisson par analyse chimique

La teneur en chair de poisson exprimée en pourcentage, corrigée pour l'azote présent dans les ingrédients autres que la chair de poisson, fourni par l'enrobage de glucides, est calculée comme suit:

$$\% \text{ de poisson} = \frac{\text{Pourcentage azote total} - \% \text{ azote dans ingrédients autres que la chair de poisson}}{\text{Taux N}^*} \times 100$$

³ ALINORM 04/27/18, Annexe II et Annexe VII (Projet d'amendement à la Norme pour les bâtonnets, les portions et les filets de poisson surgelés – panés ou enrobés de pâte à frire: déclaration de la teneur en chair de poisson)

* Taux N (azote) approprié

L'azote présent dans les ingrédients autres que la chair de poisson est calculé comme suit:

% azote présent dans ingrédients autres que la chair de poisson = % glucides x 0,02

Lorsque les glucides sont calculés par différence: % glucides = 100 – (% eau + % graisses + % protéines + % cendres)

Références

Détermination de l'azote: ISO 937:1978

Détermination de l'humidité: ISO 1442:1997

Détermination des graisses totales: ISO 1443:1973

Détermination des cendres: ISO 936: 1998

Tableau 2: Taux azote provisoires à utiliser pour le poisson maigre en tant qu'ingrédient (c'est-à-dire selon les BPF)

ESPÈCES	Azote en %
<i><u>Poisson maigre:</u></i>	
Morue	2,66
Morue hachée	2,61
Lieu noir	2,69
Merlu européen	2,64
Aiglefin	2,72
Lotte	2,78
Plie	2,46
Goberge de l'Alaska	2,59
Merlan	2,68
Moyenne poisson maigre	2,65

C. GROUPE INTERGOUVERNEMENTAL SPÉCIAL SUR LES JUS DE FRUITS ET DE LÉGUMES⁴

1. Projet de norme générale pour les jus et les nectars de fruits: méthodes approuvées

PRODUIT	DISPOSITION	MÉTHODE	PRINCIPE	TYPE	SITUATION
Jus et nectars de fruits	Acide L ascorbique (additifs)	Méthode IFU n° 17a (1995)	Chromatographie liquide à haute performance	II	A
	Acide L-ascorbique (additifs)	ISO 6557-1: 1986	Spectrométrie de fluorescence	IV	A
	Acide L-ascorbique (additifs)	AOAC 967.21 Méthode IFU n° 17 ISO 6557-2: 1984	Indophénol	III	A
	Dioxyde de carbone (additifs et auxiliaires technologiques)	Méthode IFU n° 42 (1976)	Titrimétrie (titrage en retour après précipitation)	IV	A
	Cellobiose	Recommandation IFU n° 4 Octobre 2000	Chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire	IV	A
	Acide citrique ⁵ (additifs)	AOAC 986.13	Chromatographie liquide à haute performance	II	A
	Acide citrique ⁵ (additifs)	EN 1137: 1994 Méthode IFU n° 22 (1985)	Analyse enzymatique	III	A
	Glucose et fructose (ingrédients autorisés)	EN 12630 Méthode IFU n° 67 (1996) NMKL 148 (1993)	Chromatographie liquide à haute performance	III	A
	Glucose-D et fructose-D (ingrédients autorisés)	EN 1140 Méthode IFU n° 55 (1985)	Analyse enzymatique	II	A
	Acide malique (additifs)	AOAC 993.05	Analyse enzymatique et chromatographie liquide à haute performance	III	A
	Acide malique-D	EN 12138 Méthode IFU n° 64 (1995)	Analyse enzymatique	II	A
	Acide malique-D dans le jus de pomme	AOAC 995.06	Chromatographie liquide à haute performance	II	A
	Acide malique-L	EN 1138 (1994) Méthode IFU n° 21 (1985)	Analyse enzymatique	II	A

⁴ ALINORM 03/39A, Annexes II et III

⁵ Tous les jus à l'exception de ceux à base d'agrumes

	Pectine (additifs)	Méthode IFU n° 26 (1964/1996)	Précipitation/photométrie	I	A
	Acide benzoïque et ses sels; acide sorbique et ses sels	Méthode IFU n° 63 (1995) NMKL 124 (1997)	Chromatographie liquide à haute performance	II	A
	Acide benzoïque et ses sels	ISO 5518:1978 ISO 6560: 1983	Spectrométrie	III	A
	Agents de conservation dans les jus de fruits (acide sorbique et ses sels)	ISO 5519: 1978	Spectrométrie	III	A
	Saccharine	NMKL 122 (1997)	Chromatographie liquide	II	A
	Solides solubles	AOAC 983.17 EN 12143 (1996) Méthode IFU n° 8 (1991) ISO 2173: 2003	Indirecte par réfractométrie	I	A
	Saccharose (ingrédients autorisés)	EN 12146 (1996) Méthode IFU n° 56 (1985/1998)	Analyse enzymatique	III	A
	Saccharose (ingrédients autorisés)	EN 12630 Méthode IFU n° 67 (1996) NMKL 148 (1993)	Chromatographie liquide à haute performance	II	A
	Anhydride sulfureux (additifs)	AOAC 990.28 Monier Williams optimisée Méthode IFU n° 7A (2000) NMKL 132 (1989)	Titrimétrie après distillation	II	A
	Anhydride sulfureux (additifs)	NMKL 135 (1990)	Analyse enzymatique	III	A
	Anhydride sulfureux (additifs)	ISO 5522:1981 ISO 5523:1981	Titrimétrie après distillation	III	A
	Acide tartrique dans le jus de raisin (additifs)	EN 12137 (1997) Méthode IFU n° 65 (1995)	Chromatographie liquide à haute performance	II	A
	Azote, total	EN 12135 (1997) Méthode IFU n° 28 (1991)	Digestion/titrage	I	A

2. Projet de Norme générale pour les jus et les nectars de fruits: méthodes approuvées provisoirement
(dans l'attente de la mise au point définitive par le Groupe spécial des dispositions énumérées)

PRODUIT	DISPOSITION	MÉTHODE	PRINCIPE	TYPE	SITUATION
Jus et nectars de fruits	Acide acétique	EN 12632 ou méthode IFU n° 66 (1996)	Analyse enzymatique		AP
	Alcool (éthanol)	Méthode IFU n° 52 (1983/1996)	Analyse enzymatique		AP
	Anthocyanines	Méthode IFU n° 71 (1998)	Chromatographie liquide à haute performance		AP
	Cendres dans les produits à base de fruits	AOAC 940.26 EN 1135 (1994) - Méthode IFU n° 9 (1989)	Gravimétrie		AP
	Sucre de betterave dans les jus de fruits	AOAC 995.17	RMN deutérium		AP
	Acide benzoïque en tant que marqueur dans le jus d'orange	AOAC 994.11	Chromatographie liquide à haute performance		AP
	Rapport C13/C12 d'éthanol dérivé des jus de fruits	JAOAC 79, n° 1, 1996, 62-72	Spectrométrie de masse des isotopes stables		AP
	Pourcentage d'isotopes stables du carbone dans le jus de pomme	AOAC 981.09 - JAOAC 64, 85 (1981)	Spectrométrie de masse des isotopes stables		AP
	Pourcentage d'isotopes stables du carbone dans le jus d'orange	AOAC 982.21)	Spectrométrie de masse des isotopes stables		AP
	Caroténoïdes, total et groupes individuels	EN 12136 (1997) - Méthode IFU n° 59 (1991)	Précipitation/fractionnement		AP
	Total des caroténoïdes	ISO 6558-2:1992	Séparation chromatographique sur colonne et spectrométrie		AP
	Pulpe séparable	EN 12134 - Méthode IFU n° 60 (1991/1998)	Centrifugation/%		AP

	Chlorure (exprimé en chlorure de sodium)	EN12133 Méthode IFU n° 37 (1968)	Titrimétrie électrochimique		AP
	Chlorure dans les jus de légumes	AOAC 971.27 (méthode générale du Codex)) ISO 3634:1979	Titrage		AP
Jus et nectars de fruits	Huiles essentielles	AOAC 968.20 - IFU 45b	Distillation et titrage (méthode de Scott)		AP
	Huiles essentielles (dans les agrumes)	ISO 1955:1982	Distillation et lecture directe du volume		AP
	Fermentescibilité	Méthode IFU n° 18 (1974)	Méthode microbiologique		AP
	Formol	EN 1133 (1994) Méthode IFU n° 30 (1984)	Potentiométrie		AP
	Acides aminés libres	EN 12742 Méthode IFU n° 57 (1989)	Chromatographie		AP
	Acide fumarique	Méthode IFU n° 72 (1998)	Chromatographie liquide à haute performance		AP
	Glucose, fructose, sorbitol	EN 12630 Méthode IFU n° 67 (1996) NMKL 148 (1993)	Chromatographie liquide à haute performance		AP
	Acide gluconique	Méthode IFU n° 76 (2001)	Analyse enzymatique		AP
	Glycérol	Méthode IFU n° 77 (2001)	Analyse enzymatique		AP
	Hespéridine et naringine	EN 12148 (1996) - Méthode IFU n° 58 (1991)	Chromatographie liquide à haute performance		AP
	Isoglucose et sirop d'inuline hydrolysé dans le jus de pomme (ingrédients autorisés)	JAOAC 84, 486 (2001)	Chromatographie en phase gazeuse sur colonne capillaire		AP
	Hydroxyméthylfurfural	Méthode IFU n° 69 (1996)	Chromatographie liquide à haute performance		AP
	Hydroxyméthylfurfural	ISO 7466:1986	Spectrométrie		AP
	Acide D-isocitrique	EN 1139 - Méthode IFU n° 54 (1984)	Analyse enzymatique		AP

	Acide D- et L-lactique	EN 12631 (1999) Méthode IFU n° 53 (1983/1996)	Analyse enzymatique		AP
	Acide malique (rapport acide L-malique/acide malique total dans le jus de pomme)	AOAC 993.05			AP
	Narangine et néohespéridine dans le jus d'orange	AOAC 999.05	Chromatographie liquide à haute performance		AP
	PH	EN 1132 (1994) Méthode IFU n° 11 (1968/1989) ISO 1842:1991	Potentiométrie		AP
	Phosphore/phosphate	EN 1136 (1994) Méthode IFU n° 50 (1983)	Photométrie		AP
	Proline	EN 1141 (1994) Méthode IFU n° 49 (1983)	Photométrie		AP
	Acide quinique dans le cocktail au jus de canneberge et le jus de pomme	AOAC 986.13	Chromatographie liquide à haute performance		AP
	Huile récupérable	AOAC 968.20 - Méthode IFU n° 45b	Distillation et titrage (méthode de Scott)		AP
	Densité relative	EN 1131 (1993) Méthode IFU n° 1 (1989) et Méthode IFU, pas de fiche d'information générale (1971)	Pycnométrie		AP
	Densité relative	Méthode IFU n° 1A	Densitométrie		AP
	Sodium, potassium, calcium, magnésium	EN 1134 (1994) Méthode IFU n° 33 (1984)	Spectroscopie d'absorption atomique		AP
	D-sorbitol	Méthode IFU n° 62 (1995)	Analyse enzymatique		AP
	Pourcentage des isotopes stables du carbone dans la pulpe des jus de fruits	ENV 13070 (1998) Analytica Chimica Acta 340 (1997)			AP
	Pourcentage des isotopes stables du carbone dans les sucres des jus de	ENV 12140 Analytica Chimica Acta.271 (1993)	Spectrométrie de masse des isotopes stables		AP

	fruits				
	Pourcentage des isotopes stables de l'hydrogène dans l'eau des jus de fruits	ENV 12142 (1997)	Spectrométrie de masse des isotopes stables		AP
	Pourcentage des isotopes stables de l'oxygène dans l'eau des jus de fruits	ENV 12141(1997)	Spectrométrie de masse des isotopes stables		AP
	Amidon	AOAC 925.38 Méthode IFU n° 73	Précipitation		AP
	Mesure de $\delta^{18}O$ dans l'eau des sirops dérivés de betterave sucrière dans le jus d'orange concentré congelé	AOAC 992.09	Analyse du pourcentage des isotopes d'oxygène		AP
	Acides titrables, total	EN 12147 (1995) Méthode IFU n° 3, (1968) ISO 750:1998	Titration		AP
	Matière sèche, total	EN 12145 (1996) Méthode IFU n° 61 (1991)	Gravimétrie		AP
	Solides, total	AOAC 985.26	Séchage au four à micro-ondes		AP
	Vitamine C	AOAC 967.22	Microfluorométrie		AP
	Vitamine C	CEN/TC275/WG9 N60	ADN		AP

D. COMITÉ DU CODEX SUR LA NUTRITION ET LES ALIMENTS DIÉTÉTIQUES OU DE RÉGIME

Projet de norme révisée pour les aliments exempts de gluten (à l'étape 7)

PRODUIT	DISPOSITION	MÉTHODE	PRINCIPE	NOTE	TYPE	SITUATION
Aliments exempts de gluten	Gluten	Méthode de dosage immunoenzymatique (ELISA) R5 Mendez	Dosage immunologique	Le CCFNSDU donnera des éclaircissements au sujet de l'application de la méthode	IV	AP

E. MÉTHODES D'ANALYSE POUR LES ADDITIFS ET LES CONTAMINANTS

1. CONTAMINANTS

Amendement aux méthodes approuvées par le CCMAS à sa vingt-troisième session et adoptées en 2001 (CODEX STAN 228-2001), à la suite de la mise à jour des méthodes pour le plomb, le cuivre et le fer dans les graisses et les huiles.

PRODUIT	DISPOSITION	MÉTHODE	PRINCIPE	TYPE	SITUATION
Tous les aliments (à l'exception des graisses et des huiles)	Plomb, cadmium, cuivre, fer et zinc	NMKL 139 (1991) AOAC 999.11	Spectrophotométrie d'absorption atomique après incinération	II	A
Tous les aliments (à l'exception des graisses et des huiles)	Plomb, cadmium, cuivre, fer et zinc	NMKL 161 (1998) AOAC 999.10	Spectrophotométrie d'absorption atomique après digestion au four à micro-ondes	III	A

Amendements à la liste actuelle de méthodes

PRODUIT	DISPOSITION	MÉTHODE	PRINCIPE	NOTE	TYPE	SITUATION
Tous les aliments	Cadmium	AOAC 986.15	Voltamétrie par strippage anodique		III	A
Tous les aliments	Cuivre	AOAC 960.40	Colorimétrie (diéthylthiocarbamate)		III	A
Tous les aliments	Plomb	AOAC 972.25	Spectrophotométrie d'absorption atomique	Méthode du Type II adoptée en 2001 (voir plus haut)	III	A
Tous les aliments, à l'exception des graisses et des huiles	Plomb	AOAC 982.23	Voltamétrie par strippage anodique		III	A
Tous les aliments	Plomb	AOAC 986.15	Voltamétrie par strippage anodique		III	A
Tous les aliments	Zinc	AOAC 969.32	Spectrophotométrie d'absorption atomique	Méthode du Type II adoptée en 2001 (voir plus haut)	III	A

PRODUIT	DISPOSITION	MÉTHODE	PRINCIPE	NOTE	TYPE	SITUATION
Tous les aliments	Zinc	AOAC 986.15	Spectrophotométrie d'absorption atomique		III	A
Graisses et huiles	Nickel	UICPA 2.631 AOAC 990.05 ISO 8294:1994	Spectrométrie par absorption atomique (four au graphite direct)	Éliminée faute de disposition	II	A

2. ADDITIFS

PRODUIT	DISPOSITION	MÉTHODE	PRINCIPE	NOTE	TYPE	SITUATION
Produits carnés	Nitrates et/ou nitrites	EN 12014-3:1998-06 Partie 3	Analyse spectrométrique de la teneur en nitrates et en nitrites des produits carnés après réduction enzymatique des nitrates en nitrites	Approuvée provisoirement à la vingt-quatrième session	III ⁶	A
Produits carnés	Nitrates et/ou nitrites	NMKL 165 (2000) EN 12014-4:1998-06 Partie 4	Chromatographie par échanges d'ions	Approuvée provisoirement à la vingt-quatrième session	III	A

⁶ Les méthodes actuellement utilisées pour les nitrites sont AOAC 973.31 comme méthode du Type II et ISO 2918:1975 comme méthode du Type IV (méthodes qui seront revalidées et mises à jour)

Amendements à la liste actuelle des méthodes pour les additifs

PRODUIT	DISPOSITION	MÉTHODE	PRINCIPE	NOTE	TYPE	SITUATION
Boissons et confiseries (y compris jus de fruits)	Saccharine	NMKL 122 (1997)	Chromatographie en phase liquide	Approuvée en 2003 En attente de la mise au point définitive des dispositions pertinentes pour la saccharine	II ⁷	A
Graisses et huiles	Butylhydroxyanisole, butylhydroxytoluène, hydroquinone de tert-butyle, acide nordihydroguaiarétique et gallate de propyle	AOAC 983.15	Chromatographie en phase liquide	Acide nordihydroguaiarétique, éliminée faute de disposition	II	A

Partie II. ÉCHANTILLONNAGE

COMITÉ DU CODEX SUR LES GRAISSES ET LES HUILES (ALINORM 03/17, Annexe II)

Norme pour les huiles d'olive et les huiles de grignons d'olive

Sections 8.16 et Appendice-Section 4.12 Échantillonnage

Selon ISO 661:1989 et ISO 5555:2001.

⁷ Incorporation dans la liste définitive après mise au point définitive des dispositions pour la saccharine dans le projet de norme pour les jus et les nectars de fruits ou dans la Norme générale pour les additifs alimentaires

UTILISATION DES RÉSULTATS ANALYTIQUES: PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE, RAPPORTS ENTRE LES RÉSULTATS ANALYTIQUES, L'INCERTITUDE DE MESURE, LES FACTEURS DE RECUPÉRATION ET LES DISPOSITIONS DANS LES NORMES CODEX

QUESTIONS EN CAUSE

Plusieurs éléments relatifs à l'analyse et à l'échantillonnage empêchent d'appliquer uniformément les normes. En particulier, différentes approches peuvent être adoptées concernant les méthodes d'échantillonnage et l'emploi de corrections pour l'incertitude de mesure et la récupération.

Actuellement, il n'y a pas d'indications officielles sur la manière d'interpréter les résultats analytiques dans tout le système Codex. D'ailleurs, différentes décisions peuvent être prises après l'analyse du « même échantillon ». Ainsi, certains pays utilisent un système d'échantillonnage « chaque élément doit être conforme », tandis que d'autres prennent en compte « la moyenne du lot », certains déduisent l'incertitude de mesure associée au résultat, d'autres non, certains pays corrigent les résultats d'analyse pour la récupération, d'autres non. Cette interprétation peut aussi être influencée par le nombre de chiffres significatifs compris dans toute spécification de produit.

Il est essentiel que les résultats analytiques soient interprétés de la même manière pour qu'il y ait une équivalence dans tout le système Codex.

Il est souligné qu'il ne s'agit pas d'un problème d'analyse ou d'échantillonnage en tant que tel, mais d'un problème administratif comme l'ont démontré les résultats d'activités récentes dans le secteur des analyses, en particulier l'élaboration de Directives internationales pour l'emploi de facteurs de récupération dans les rapports d'analyse, ainsi que divers guides traitant de l'incertitude de mesure.

RECOMMANDATIONS

Il est recommandé que lorsqu'un Comité du Codex s'occupant de produits examine et approuve une spécification de produits et les méthodes d'analyse connexes, il déclare l'information ci-après dans la norme Codex:

1. Plans d'échantillonnage

Le plan d'échantillonnage approprié pour vérifier la conformité des produits avec la spécification. Il faudra indiquer en particulier:

- si la spécification s'applique à chaque élément d'un lot, à la moyenne d'un lot ou à la partie non conforme;
- le niveau de qualité acceptable;
- les conditions d'acceptation d'un lot contrôlé, en rapport avec la caractéristique qualitative/quantitative déterminée sur l'échantillon.

2. Incertitude de mesure

Une marge de tolérance doit être fixée pour l'incertitude de mesure lorsqu'on décide si un résultat analytique répond ou non à la spécification. Cette exigence peut ne pas s'appliquer dans des situations où il existe un danger direct pour la santé, par exemple dans le cas de pathogènes d'origine alimentaire.

3. Récupération

[Le cas échéant, les résultats analytiques seront donnés sur une base corrigée pour la récupération et celle-ci devra être signalée dans tout rapport d'analyse.]

4. Chiffres significatifs

Les unités dans lesquelles les résultats doivent être exprimés et le nombre de chiffres significatifs à inclure dans le résultat obtenu.