

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

Point 4b) de l'ordre du jour

CX/MAS 02/5

PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES
COMITÉ DU CODEX SUR LES MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE
Vingt-quatrième session
Budapest (Hongrie), 18-22 novembre 2002
CRITERES D'ÉVALUATION DES METHODES D'ANALYSE ACCEPTABLES
AUX FINS DU CODEX

PROJET D'AMENDEMENT AUX PRINCIPES RELATIFS A L'ELABORATION DES
METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE DU CODEX DANS LE MANUEL DE
PROCEDURE

Historique

Le Comité sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage a considéré l'application des critères pour évaluer les méthodes d'analyse acceptables au cours de plusieurs sessions depuis 1992. Lors de récentes sessions du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage, des documents ont été examinés dans lesquels étaient présentés les arguments en faveur de l'amendement de la procédure Codex actuelle selon laquelle les valeurs numériques fixées dans les normes Codex sont déterminées à l'aide de méthodes prescrites d'échantillonnage et d'analyse. Ces méthodes sont élaborées et adoptées conformément aux procédures Codex. Il a été fait état des diverses critiques formulées à l'encontre de cette procédure Codex, en particulier des suivantes:

1. L'analyste n'a plus de liberté de choix et, dans certains cas, il se trouve contraint d'appliquer une méthode qui ne convient pas;
2. Cette procédure interdit l'usage de l'automatisation;
3. Il est difficile, sur le plan administratif, de remplacer une méthode qui s'est révélée insatisfaisante ou moins efficace qu'une autre méthode disponible.

La 23ème session du Comité (2001) a approuvé le principe d'une nouvelle démarche pour l'adoption d'une série définie de critères auxquels devraient satisfaire les méthodes, sans pour autant confirmer expressément telle ou telle méthode. Elle a proposé certaines procédures pour la mise en œuvre de la démarche par critères dans le système du Codex (voir ALINORM 01/23, par. 39-41 et Annexe II- PartieA), comme suit:

- *Principes pour l'élaboration de méthodes d'analyse du Codex*: inclusion d'une nouvelle section pour établir des *Critères généraux régissant le choix des méthodes d'analyse fondé sur l'utilisation de critères*
- *Relations entre les Comités s'occupant de produits et les Comités s'occupant de questions générales - Méthodes d'analyse et d'échantillonnage*: inclusion d'un texte supplémentaire sur la démarche critères

La 16ème session du Comité du Codex sur les Principes généraux a approuvé ces amendements (voir aussi CX/GP 01/2, Annexe 1, Partie 1). Ils ont été ensuite adoptés par la 24ème session de la Commission et inclus dans la 12ème édition du Manuel de Procédure.

De plus, le CCMAS avait proposé l'inclusion de nouvelles *Directives et instructions de travail* pour faciliter la démarche critères dans les *Principes pour l'élaboration des méthodes d'analyse du Codex*, pour inclusion dans le Manuel de Procédure (Partie 2 de l'Annexe II, ALINORM 01/23).

Ces propositions ont été soumises au Comité sur les Principes généraux pour approbation (Voir CX/GP 01/2, Annexe 1, Partie 2). La délégation suédoise s'est référée à ses observations écrites dans lesquelles elle proposait des modifications de rédaction et de présentation en vue de simplifier le texte, d'améliorer la présentation du document et d'assurer que le texte puisse être incorporé au Manuel de procédure. Le Comité n'a pas examiné le texte en détail par manque de temps et a recommandé que le CCMAS réexamine le texte lors de sa prochaine session (ALINORM 01/33A, par. 11).

La délégation suédoise a proposé un texte révisé préparé en coopération avec le Japon et le Royaume-Uni à la 24ème session de la Commission (ALINORM 01/10-Add.1 - Observations des gouvernements). Quelques délégations ont appuyé ce texte alors que d'autres délégations ont fait observer que, compte tenu du caractère très technique du document, il fallait plus de temps pour étudier les amendements proposés et que le Comité spécialisé devrait en poursuivre l'examen. La Commission est convenue de renvoyer le texte révisé au Comité sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage pour examen complémentaire (ALINORM 01/41, para. 90).

Les *Instructions de travail pour l'application de la démarche critères dans le Codex* sont distribuées par la présente pour observations et considération par le Comité. Les gouvernements et les organisations internationales qui souhaitent présenter des observations sur le texte pour inclusion dans le Manuel de Procédure devraient le faire par écrit, de préférence par courrier électronique, au Secrétaire, Commission du Codex Alimentarius, Programme Mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires, Viale delle Terme di Caracalla, 00100 Rome, avec copie à Dr. Mária Váradi, Central Food Research Institute (KÉKI), Herman Ottó út 15, H-1022 Budapest, Fax : +361 212 9853 or 361 355 8928, Email : m.varadi@mail.cfri.hu **avant le 18 octobre 2002.**

Texte proposé

Instructions de travail pour l'application de la démarche critères dans le Codex

Tout Comité du Codex s'occupant de produits pourra continuer de proposer une méthode d'analyse appropriée pour la substance chimique à déterminer, ou mettre au point une série de critères auxquels chaque méthode devra se conformer. Dans certains cas un Comité du Codex s'occupant de produits peut trouver plus facile de recommander une méthode spécifique et de demander au CCMAS de "convertir" cette méthode en un critère approprié. Le critère sera ensuite confirmé par le CCMAS et, après confirmation, fera partie intégrante de la norme de produit Codex remplaçant la méthode d'analyse recommandée. Si un Comité du Codex s'occupant de produits décide d'élaborer lui-même le critère au lieu de laisser cette tâche au CCMAS, il devra suivre les instructions données pour l'élaboration de critères spécifiques, comme indiqué ci-après. Ces critères doivent être approuvés/recommandés pour la détermination en question.

Cependant, la responsabilité principale de présenter des méthodes d'analyse et des critères appartient aux comités sur les produits. Si un Comité sur les produits ne peut pas fournir une méthode d'analyse ou des critères malgré de nombreuses demandes, alors le CCMAS peut fournir une méthode appropriée et "convertir" cette méthode en critères appropriés.

Les caractéristiques d'analyse Codex "approuvées" comprendront au minimum les critères numériques ci-après ainsi que les critères généraux indiqués dans la Terminologie Analytique utilisée par le Codex (voir page 78):

- précision (dans un laboratoire et dans plusieurs laboratoires, mais dérivant de données d'essais interlaboratoires plutôt que de considérations sur l'incertitude des mesures)
- récupération
- sélectivité (effets d'interférence, etc.)
- applicabilité (matrice, fourchette de concentration et préférence accordée aux méthodes "générales")
- limites de détection/détermination, s'il convient pour la détermination considérée.
- linéarité

Le CCMAS produira les données correspondant aux critères indiqués ci-dessus.

Conversion de méthodes d'analyse spécifiques en critères méthodologiques par le CCMAS

Lorsqu'un Comité s'occupant de produits soumet une méthode de Type III au CCMAS pour confirmation, il devrait aussi soumettre l'information sur les critères énumérés ci-dessus pour permettre au CCMAS de les convertir en caractéristiques d'analyse généralisées appropriées.

- ◆ exactitude
- ◆ applicabilité (matrice, fourchette de concentration et préférence accordée aux méthodes "générales")
- ◆ limite de détection
- ◆ limite de détermination
- ◆ précision; répétabilité intralaboratoire (dans un laboratoire), reproductibilité interlaboratoires (dans un laboratoire et dans plusieurs laboratoires), mais dérivant de données d'essais interlaboratoires plutôt que de considérations sur l'incertitude des mesures
- ◆ récupération
- ◆ sélectivité
- ◆ sensibilité
- ◆ linéarité

Ces termes, et d'autres termes importants, sont définis dans la Terminologie Analytique utilisée par le Codex (voir page 78).

Le CCMAS évaluera la performance d'analyse réelle de la méthode qui a été obtenue au stade de la validation. Cette évaluation tiendra compte des caractéristiques de précision appropriées obtenues lors des essais interlaboratoires éventuellement effectués sur la méthode considérée et des résultats d'autres travaux de mise au point réalisés au cours de l'élaboration de la méthode. La série de critères ainsi élaborée fera partie intégrante du rapport du CCMAS et sera incorporée dans la norme de produit Codex appropriée.

En outre, le CCMAS identifiera des valeurs numériques pour les critères auxquels il souhaiterait que ces méthodes se conforment, c'est-à-dire que son action sera aussi bien proactive que réactive.

Evaluation de l'acceptabilité des caractéristiques de précision d'une méthode d'analyse

Les valeurs de répétabilité et de reproductibilité calculées peuvent être comparées avec les méthodes existantes. Si ces valeurs sont satisfaisantes, la méthode peut être utilisée comme méthode validée. S'il n'y a pas de méthode avec laquelle on peut comparer les paramètres de précision, les valeurs théoriques de répétabilité et de reproductibilité peuvent être calculées à l'aide de l'équation d'Horwitz. (M. Thompson, *Analyst*, 2000, **125**, 385-386.)

Mesures rétroactives

Un grand nombre de méthodes ont déjà été adoptées par le Codex. Il est proposé de les laisser telles quelles et, si la démarche-critères est adoptée, de ne présenter sous forme de critères que les méthodes qui doivent encore être élaborées en normes Codex ou confirmées par le CCMAS, excepté dans les cas où des méthodes multiples sont considérées pour confirmation comme méthodes du type III par le CCMAS, par exemple pour la détermination des éléments trace.

Addition à la TERMINOLOGIE ANALYTIQUE UTILISÉE PAR LE CODEX ET RENSEIGNEMENTS SUR LES VALEURS NUMÉRIQUES ACCEPTABLES

TERMES POUVANT ÊTRE UTILISÉS DANS LA DEMARCHE-CRITERES

Limite de détection

La limite de détection est définie conventionnellement comme échantillon à blanc + 3σ , où σ est l'écart type de l'indice de valeur de l'échantillon à blanc.

Cependant, une définition alternative qui répond à la plupart des objections à l'approche ci-dessus (à savoir la grande variabilité à la limite de mesure ne peut pas être résolue) est de se baser sur l'écart-type arrondi de la reproductibilité lorsqu'il n'est plus sous contrôle ($3\sigma_R = 100\%$; $3\sigma_R = 33\%$, arrondi à 50% du fait de la grande variabilité). Une telle valeur est directement liée à l'analyte et au système de mesure et n'est pas basé sur le système de mesure local.

Limite de détermination

Comme pour la limite de détection, mais on retient 6σ ou 10σ plutôt que 3σ .

Cependant, une définition alternative similaire à celle de la limite de détection consiste à utiliser $\sigma_R = 25\%$. Cette valeur ne diffère pas beaucoup de celle de la limite de détection car la limite supérieure de la limite de détection se confond sans distinction avec la limite inférieure de la limite de détermination

Récupération

C'est la partie de la quantité de substance à analyser présente ou ajoutée au matériau d'essai qui est extrait et présenté pour la mesure.

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.

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.

Linéarité

La capacité d'une méthode, dans une certaine échelle, de donner une réponse ou des résultats proportionnelle; à la qualité de l'analyte à déterminer dans l'échantillon de laboratoire. Cette proportionnalité est exprimée par une expression mathématique définie a priori. Les limites de linéarité sont les limites expérimentales de concentrations entre lesquelles un modèle de calibration linéaire peut être appliqué avec un niveau de confiance connu (généralement considéré comme égal à 1%).