

**PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES****COMITÉ DU CODEX SUR LES MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE****Trente-quatrième session****Budapest (Hongrie), 4 – 8 mars 2013****DOCUMENT DE TRAVAIL RELATIF À L'ACTUALISATION DES RÉFÉRENCES AUX
MÉTHODES D'ANALYSE ET DE TEXTES Y AFFÉRENTS****(élaboré par le Brésil)****GÉNÉRALITÉS**

Lors de la vingt-sixième session du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage, tenue en 2005, les membres se sont penchés sur la question de savoir s'il convenait de mentionner l'année de publication des méthodes d'analyse. Ils ont examiné l'ISO/IEC 17025, à laquelle fait référence le document CAC/GL 27 et qui exige d'utiliser les dernières versions des méthodes d'analyse. Cependant, les versions des méthodes approuvées par le Comité étaient souvent obsolètes et des méthodes qui n'existaient plus figuraient dans ledit document. Le Comité a fait remarquer que l'actualisation de l'année de publication ne traduisait que des changements d'ordre rédactionnel et que l'on modifiait le numéro de référence en cas d'évolution substantielle de la méthode. Bien que la proposition de supprimer l'année de publication n'ait pas été approuvée, le Comité est convenu d'inclure, aux fins d'éclaircissement, une note dans la liste des méthodes (CODEX STAN 234-1999) de sorte que l'on utilise la version la plus à jour de la méthode concernée. L'observateur de l'AOCs était d'avis que l'insertion d'une note ne pouvait être qu'une mesure temporaire et que seule la suppression de l'année de publication permettrait de résoudre totalement le problème.

En 2009, à sa trentième session, le Comité a examiné une proposition qui visait à actualiser régulièrement les références relatives aux méthodes d'analyse du Codex étant donné que les méthodes élaborées par des organisations internationales étaient mises à jour et que cela devait se refléter dans les méthodes du Codex. La délégation de l'AOCs, au nom de l'IAM, a proposé que les membres de l'IAM communiquent leurs références actualisées aux comités pertinents du Codex. S'ils étaient en activité, les comités du Codex chargés des produits se penchaient régulièrement sur la mise à jour des méthodes ayant trait aux denrées dont ils s'occupaient. Cependant, il était possible que les références deviennent obsolètes lorsque les comités étaient ajournés ou que les normes n'étaient pas révisées pendant une longue période. On a de nouveau proposé de supprimer l'année de publication associée aux méthodes afin de régler le problème, mais le Comité a rappelé qu'il avait déjà débattu de la question et qu'il était convenu de maintenir cette mention car elle était nécessaire du point de vue réglementaire. Il a également rappelé qu'aux termes de l'ISO/IEC 17025, mentionnée dans le document CAC/GL 27, les analystes étaient tenus d'avoir recours à la dernière version des méthodes d'analyse et qu'il avait décidé d'insérer une note à cet effet dans la norme CODEX STAN 234. Il a conclu que les organisations membres de l'IAM pouvaient fournir des informations aux fins de la mise à jour des méthodes d'analyse et que, pour ce qui était de l'actualisation ou de la révision d'autres textes comme les Directives, la suggestion devait émaner d'un membre.

À la trente-troisième session du Comité sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage, on a signalé que certaines méthodes nécessitant une actualisation – celles de l'UICPA, entre autres – figuraient encore dans les normes élaborées par des comités ajournés. La délégation du Brésil a indiqué que plusieurs méthodes approuvées n'étaient plus utilisées ou exigeaient une mise à jour pour d'autres motifs et que les références à des documents élaborés par d'autres organisations dans certaines directives devraient être également révisées. Elle a alors proposé d'examiner cette question lors de la prochaine session. Le Secrétariat a rappelé que, si l'actualisation des méthodes relevait de la responsabilité des comités pertinents, sous réserve qu'ils soient en

activité, le Comité sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage pouvait toutefois réviser les méthodes lorsque les comités concernés étaient ajournés. Par ailleurs, on a indiqué que les organisations chargées de l'établissement de normes communiquaient leurs mises à jour au Comité pour examen au titre du point relatif à l'acceptation. Le Comité est convenu que le Brésil élaborerait un document de travail sur l'actualisation des références aux méthodes d'analyse et de textes y afférents pour examen lors de la session suivante.

Le souci de maintenir les références à jour s'est manifesté à maintes occasions. C'est pourquoi le présent document détaille certaines questions qui pourraient s'avérer utiles aux débats du Comité. La délégation suisse a participé à son élaboration.

ÉVALUATION DES RÉFÉRENCES

Les tableaux I à VII présentent plusieurs exemples de méthodes qui doivent être révisées ou modifiées.

Tableau I – Méthodes d'analyse non trouvées ou retirées

PRODUIT	DISPOSITION	MÉTHODE	PRINCIPE	TYPE
Arachides (céréales, fruits à coque et produits dérivés, y compris arachides)	Somme des aflatoxines B1, B2, G1 et G2	EN 12955: 1999-07	Chromatographie liquide de haute performance avec dérivation post-colonne et purification sur colonne d'immunoaffinité	III
Matières protéiques de soja	Graisses	CAC/RM 55-1976 – Méthode 1	Gravimétrie (extraction)	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Densité relative	IUPAC 2.101 avec le facteur de conversion approprié	Pycnométrie	I
Margarine	Vitamine E	IUPAC 2.411	Chromatographie sur couche mince suivie d'une spectrophotométrie ou d'une chromatographie gaz-liquide	II
Margarine	Eau	CAC/RM 17-1969 (décrite dans la Norme)	Gravimétrie	I
Laits en poudre et crèmes en poudre	Acidité totale	ISO 6091:1980	Titrimétrie, titrage à pH 8,4	I
Produits à base de matière grasse laitière	Matière grasse laitière	Norme IDF 24:1964	Gravimétrie (calculs à partir de la teneur en extrait sec dégraissé et en eau)	IV
Produits à base de matière grasse laitière	Matière grasse végétale (stérols)	Norme IDF 54:1979; ISO 3594:1976	Chromatographie en phase gazeuse	II

PRODUIT	DISPOSITION	MÉTHODE	PRINCIPE	TYPE
Sauce de poisson (CODEX STAN 302-2011)	Dosage de l'azote aminé par dosage de l'urée formaldéhyde	AOAC 2.066 et soustraction de l'azote ammoniacal (AOAC 2.065)		
Sauce de poisson (CODEX STAN 302-2011)	Dosage du chlorure de sodium	FAO 1981		
Miel	Sucres ajoutés (pour le profil glucidique)	AOAC 998.18	Spectrométrie de masse de rapport isotopique du carbone	I

Tableau II – Méthodes d'analyse mentionnées de façon incorrecte

PRODUIT	DISPOSITION	MÉTHODE	PRINCIPE	TYPE	MÉTHODE CORRECTE
Produits transformés à base de viande et de chair de volaille	Étain	AOAC 985 (méthode générale du Codex)	Spectrophotométrie d'absorption atomique	II	AOAC 985.16
Bouillons et consommés	Azote total	AOAC 928.08	Kjeldahl	II	AOAC 928.08

Tableau III – Méthodes d'analyse applicables à un autre analyte ou dont la description ou le type est erroné

PRODUIT	DISPOSITION	MÉTHODE	PRINCIPE	TYPE	OBSERVATIONS
Matières grasses (toutes)	Arsenic	AOAC 985.16 (méthode générale du Codex)	Spectrophotométrie d'absorption atomique	III	Méthode d'analyse élémentaire/étain
Chocolat et autres produits à base de cacao	Beurre de cacao	AOAC 963.15 IOCCC 14-1972	Gravimétrie (au moyen d'un extracteur de Soxhlet)	I	L'analyte doit être décrit simplement comme une graisse
Jus et nectars de fruits	Glucose et fructose – dosage du glucose, du fructose et du saccharose	EN 12630; Méthode FIJU n° 67 (1996); NMKL 148 (1993)	Chromatographie liquide de haute performance	II	CODEX STAN 247-2005 correspond au type II et CODEX STAN 234 au type III
Sucre (dextrose anhydre et dextrose monohydraté)	D-glucose	ISO 5377:1981	Titrimétrie	I	La méthode mesure le pouvoir réducteur et l'équivalent dextrose
Préparations de suite	Fibres alimentaires totales	AOAC 991.43	Gravimétrie (digestion enzymatique)		De nombreuses préparations de suite peuvent contenir des GOS/FOS qui (dans certains pays) sont considérés comme des fibres et ne sont pas mesurés par la méthode AOAC 991.43

Tableau IV – Méthodes d'analyse obsolètes

PRODUIT	DISPOSITION	MÉTHODE	PRINCIPE	TYPE	VERSION ACTUALISÉE DE LA MÉTHODE
Maïs dégermé, farine de maïs et gruau de maïs	Teneur en eau	ISO 712:1998	Gravimétrie	I	ISO 712:2009
Jus et nectars de fruits	Acide benzoïque et ses sels; acide sorbique et ses sels	Méthode FIJU n° 63 (1995); NMKL 124 (1997)	Chromatographie liquide de haute performance	II	Méthode FIJU n° 63 (révisée en 2005); NMKL (2007)
Beurre de cacao	Matière insaponifiable	AOCS Ca 6b-53 (01)	Titrimétrie après extraction à l'éther diéthylique	I	AOCS Ca 6b-53 de 2011
Matières grasses	Vitamine D	AOAC 936.14	Titration biologique	II	Cette méthode se fonde sur un essai biologique chez le rat datant de 1936; des méthodes plus adaptées sont disponibles et validées pour la margarine, par exemple EN 12821 (norme européenne); dosage de la vitamine D par chromatographie liquide de haute performance

Tableau V – Méthodes d'analyse remplacées

PRODUIT	DISPOSITION	MÉTHODE	PRINCIPE	TYPE	OBSERVATIONS
Huiles végétales portant un nom spécifique	Teneur en savon	BS 684 Section 2.5	Gravimétrie	I	Remplacée par BS EN ISO 10539:2002
Laits fermentés	Matière grasse laitière	AOAC 905.02	Gravimétrie	I	Remplacée par AOAC 989.05

Tableau VI – Méthodes d'analyse présentant des doublons

PRODUIT	DISPOSITION	MÉTHODE	PRINCIPE	TYPE	OBSERVATIONS
Caséine alimentaire et produits dérivés	Caséine dans les protéines	Norme IDF 29:1964	Titrimétrie, Kjeldahl	I	<p>ISO 17997-2 IDF 029-2:2004 – Lait – Détermination de la teneur en azote de caséine – Partie 2: Méthode directe</p> <p>ISO 17997-1 IDF 029-1:2004 – Lait – Détermination de la teneur en azote de caséine – Partie 1: Méthode indirecte (méthode de référence)</p> <p>IDF 092:1979 vise à déterminer la teneur en protéines; IDF 29:1964 non trouvée</p>

Tableau VII – Méthodes d'analyse mentionnées uniquement dans des normes relatives à des produits

PRODUIT	DISPOSITION	MÉTHODE	PRINCIPE	TYPE	OBSERVATIONS
Miel	Dosage des sucres ajoutés au miel (authenticité)	AOAC 977.20 pour le profil glucidique; AOAC 991.41: norme interne pour l'analyse des rapports isotopiques stables du carbone	Chromatographie en phase liquide Spectrométrie de masse de rapport isotopique du carbone	I	CODEX STAN 234 mentionnait AOAC 998.18 (n'existe pas)
Miel	Détermination de l'activité diastasique	AOAC 958.09	Spectrophotométrie		Cette méthode n'est mentionnée que dans CODEX STAN 12-1981
Miel	Détermination de la teneur en hydroxyméthylfurfural	AOAC 980.23	Spectrophotométrie	I	Cette méthode n'est mentionnée que dans CODEX STAN 12-1981
Jus et nectars de fruits	Acide isocitrique D	EN 1139 (1999); Méthode FIJU n°54 (1984)	Dosage enzymatique	II	Cette méthode n'est mentionnée que dans CODEX STAN 247-2005

En outre, le Comité a décidé à sa vingt-huitième session d'actualiser les documents de référence mentionnés dans le document CAC/GL 28-1995 (voir les paragraphes 16 et 17 du rapport) mais les anciennes références figurent encore dans les Directives.

Voici d'autres exemples de références obsolètes relevées dans des documents du Codex:

- le document CAC/GL 27-1997 (Directives pour l'évaluation des compétences des laboratoires d'essais chargés du contrôle des importations et des exportations de denrées alimentaires) fait référence à l'ISO/IEC Guide 58 et non à la version actualisée, l'ISO/IEC 17011;
- certains paragraphes du document CAC/GL 54-2004 (Directives sur l'incertitude de mesure) font référence à 17025:1999 et d'autres à 17025:2005; dans le même document sont mentionnées plusieurs normes obsolètes: VIM 1993, ISO GUM 1993 et la deuxième édition du Guide EURACHEM/CITAC «Quantifier l'incertitude dans les mesures analytiques» (2000) au lieu de leurs versions actuelles, à savoir 2008, 2008 et 2012, respectivement;
- dans le document CAC/GL 72-2009 (Projet de directives sur la terminologie analytique) sont cités VIM 2007 et l'ISO/IEC Guide 30:1992 au lieu des éditions 2012 et 2008, respectivement;
- le Manuel de procédure mentionne aussi la version obsolète de 17025:1999 ainsi que l'ISO 8402, qui a été retirée.

Autre point extrêmement important à examiner, toutes les parties intéressées doivent avoir accès sans encombre aux informations sur les méthodes. Or de nombreuses normes Codex renvoient, par exemple, aux documents CAC/Vol. IX – Éd.1 – Partie III, CAC Volume 13 et CAC/RM, que l'on ne peut consulter en ligne.

MÉTHODES D'ANALYSE MENTIONNÉES DANS LES NORMES DU CODEX

On a observé que les références aux méthodes d'analyse prenaient des formes différentes selon le Comité du Codex concerné, comme expliqué ci-après:

- a) **Description complète**, comme la détermination du poids égoutté dans la Norme pour le poisson en conserve (CODEX STAN 119-1981);
- b) **Mention de la méthode de référence**, comme le dosage de l'arsenic dans la Norme pour les huiles végétales portant un nom spécifique (CODEX STAN 210-1999) selon les méthodes AOAC 952.13, AOAC 942.17 et AOAC 986.15;
- c) **Tableau indiquant la disposition, la méthode, le principe et le type**, comme dans la Norme pour les pousses de bambou en conserve (CODEX STAN 241-2003);
- d) **Invitation à consulter les textes pertinents du Codex relatifs aux méthodes d'analyse et d'échantillonnage**, comme dans la Norme pour les produits aqueux à base de coco: lait de coco et crème de coco (CODEX STAN 240-2003);
- e) **Invitation à consulter la norme CODEX STAN 234-1999**, comme dans la Norme pour les produits à base de matières grasses laitières (CODEX STAN 280-1973).

Il est indispensable de présenter les informations de manière uniforme dans les documents du Codex, afin d'éviter tout risque de confusion. Prenons l'exemple de la note insérée dans la norme CODEX STAN 234-1999 qui stipule que l'on doit utiliser la dernière version des méthodes, conformément à l'ISO/IEC 17025. Cette disposition ne s'applique ici qu'aux produits visés par ladite norme. Comment donc appliquer les directives CAC/GL 27, qui exigent de recourir aux versions les plus récentes des méthodes d'analyses dans le cas des produits non visés par CODEX STAN 243-1999?

De plus, la dernière version de la méthode d'analyse recommandée doit être utilisée aux fins d'accréditation par l'ISO/IEC 17025, sauf justification contraire. En général, les nouvelles versions apportent des améliorations. De ce fait, la mention d'une version ancienne dans une norme du Codex oblige les laboratoires à suivre une règle obsolète.

ACTUALISATION DES MÉTHODES D'ANALYSE ET DE LEURS TYPES

Conformément au Manuel de procédure, la Commission du Codex Alimentarius et ses organes subsidiaires sont partisans du fait que les normes Codex et les textes apparentés soient révisés tel que nécessaire afin de garantir qu'ils sont pertinents et reflètent les connaissances scientifiques actuelles et autres informations pertinentes. Si nécessaire, une norme ou un texte apparenté sera révisé ou supprimé en conformité avec la Procédure d'élaboration des normes Codex et textes apparentés, selon la même procédure que celle suivie pour l'élaboration de nouvelles normes. Chaque membre de la Commission du Codex Alimentarius a la responsabilité de repérer et d'adresser au comité compétent toute nouvelle information scientifique ou toute autre donnée pertinente pouvant justifier la révision d'une norme Codex ou d'un texte apparenté.

La Commission décide l'élaboration d'une norme et désigne l'organe subsidiaire ou autre organisme chargé d'entreprendre ce travail. La décision d'élaborer des normes peut être prise également par des organes subsidiaires de la Commission, sous réserve de l'approbation consécutive de la Commission.

Le Comité sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage est chargé de conduire étape par étape les procédures d'élaboration des méthodes d'analyse et d'échantillonnage s'appliquant de façon générale aux aliments.

Les méthodes d'analyse spécifiques à des produits étaient initialement traitées par les comités responsables des denrées concernées ou par des équipes spéciales intergouvernementales ad hoc. Toutefois, seuls six de ces comités/équipes spéciales sont toujours en activité et onze ont été ajournés, supprimés ou dissous (voir le tableau ci-dessous).

Comités/équipes spéciales ad hoc chargés des produits	Situation
Céréales, légumes secs, légumineuses et produits dérivés	Ajourné
Chocolat et autres produits à base de cacao	Ajourné
Matières grasses et produits apparentés	En activité
Poisson et produits de la pêche	En activité
Aliments diététiques ou de régime	En activité
Fruits et légumes frais	En activité
Glaces de consommation	Supprimé
Viande	Supprimé
Jus de fruits et de légumes	Dissous
Lait et produits laitiers	Ajourné
Eaux minérales naturelles	Ajourné
Fruits et légumes traités	En activité
Produits transformés à base de viande et de chair de volaille	Supprimé
Aliments surgelés	Supprimé
Bouillons et consommés	Supprimé
Sucres	En activité
Protéines végétales	Ajourné

Source: site Internet de la Commission du Codex Alimentarius

Aux termes du Manuel de procédure, la Commission peut, de la même manière que pour les amendements d'ordre rédactionnel, procéder à la mise à jour de références consécutive à l'adoption, à l'amendement ou à la révision de normes Codex et d'autres textes d'application générale (y compris les dispositions du Manuel de procédure), à la mise à jour de méthodes d'analyse et d'échantillonnage ainsi qu'à l'alignement de dispositions, par souci de cohérence, sur celles de normes ou textes apparentés analogues qui ont été adoptés par la Commission.

Les propositions tendant à modifier ou à réviser les normes Codex et textes apparentés doivent être soumises à la Commission par l'organe subsidiaire intéressé, par le Secrétariat ou par un membre de la Commission lorsque l'organe subsidiaire intéressé n'existe plus ou a été ajourné *sine die*. Si l'amendement proposé est d'ordre rédactionnel, l'élaboration d'un document de projet ne sera pas exigée.

La Commission se prononce sur la nécessité de modifier ou de réviser la norme en question. Dans le cas d'un amendement d'ordre rédactionnel, la Commission sera habilitée à adopter l'amendement à l'étape 8 de la Procédure uniforme. Dans le cas d'un amendement proposé et accepté par un organe subsidiaire, la Commission sera habilitée à adopter ledit amendement à l'étape 5. Dans les autres cas, la Commission approuvera la proposition en tant que nouveau travail et celui-ci sera transmis à l'organe subsidiaire compétent, à supposer que cet organe soit toujours en activité. Lorsque cet organe a cessé de fonctionner, la Commission détermine la meilleure suite à donner au nouveau travail.

En ce qui concerne les méthodes d'analyse, il va de soi que la tâche est dévolue au Comité sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage lorsque les comités s'occupant de produits ne sont plus en activité, bien que le Manuel de procédure dispose que, lorsque des organes subsidiaires du Codex ont été supprimés ou dissous, ou que des comités du Codex ont été ajournés *sine die*, le Secrétariat passe régulièrement en revue toutes les normes Codex et textes apparentés élaborés par ces organes et détermine la nécessité d'éventuels amendements, en particulier ceux découlant des décisions prises par la Commission. Si la nécessité d'amendements d'ordre rédactionnel est reconnue, le Secrétariat doit alors élaborer des projets d'amendements pour examen et adoption par la Commission. Si la nécessité d'amendements sur le fond est reconnue, le Secrétariat doit rédiger, en coopération avec le secrétariat national du comité ajourné, le cas échéant, un document de travail exposant les raisons des modifications proposées et le contenu de celles-ci, autant que de besoin, et demander aux membres de la Commission de faire connaître leurs vues.

D'autres organisations sont également soucieuses de maintenir leurs normes à jour. Ainsi, toutes les normes ISO sont actualisées au moins tous les cinq ans. Les membres participants des comités techniques ou des sous-comités ISO décident à la majorité si une norme internationale doit être confirmée, révisée ou retirée (www.iso.org).

CONCLUSIONS

Les Directives pour l'évaluation des compétences des laboratoires d'essais chargés du contrôle des importations et des exportations de denrées alimentaires (CAC/GL 27) recommandent d'appliquer l'ISO/IEC 17025, qui exige d'utiliser les méthodes d'analyse dans leur version la plus actuelle.

La note figurant dans la norme CODEX STAN 234-1999, qui stipule que les laboratoires sont tenus de recourir à la dernière version des méthodes d'analyse conformément à l'ISO/IEC 17025, ne résout pas le problème que pose l'utilisation de versions obsolètes dans le cas des méthodes non visées par ce texte.

La modification de l'année de publication ne traduit que des changements d'ordre rédactionnel. En effet, lorsqu'une méthode évolue de manière substantielle, on lui attribue un nouveau numéro de référence. Il est donc inutile de mentionner l'année de publication des méthodes d'analyse, à moins que l'utilisation d'une version particulière se justifie.

Actuellement, le fait que des références à des méthodes d'analyse figurent dans de nombreux documents et prennent différentes formes complique leur maintien à jour.

Les mécanismes d'actualisation des méthodes d'analyse et d'autres documents du Comité sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage n'ont pas permis d'aboutir à une situation satisfaisante et il est possible que les méthodes recommandées soient de plus en plus éloignées des réalités de l'analytique. La crédibilité des recommandations du Codex peut s'en trouver diminuée.

RECOMMANDATIONS

1. Il convient d'envisager la possibilité de modifier les normes du Codex, le Manuel de procédure et d'autres documents pertinents du Comité sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage afin que le numéro de la norme y figure seul.
2. Si possible, il est préférable d'utiliser l'approche par critères plutôt que de faire référence à des méthodes spécifiques.
3. Il faut harmoniser les références aux méthodes d'analyse dans les normes du Codex.
4. Les normes du Codex relatives à des produits pourraient simplement renvoyer à un document général regroupant toutes les méthodes d'analyse, ce qui permettrait une révision permanente et dynamique.
5. Enfin, il est recommandé au Secrétariat du Codex de publier, avant chaque session du Comité, une liste de l'ensemble des méthodes figurant dans la norme 234 et ayant été approuvées plus de cinq ans auparavant, pour examen à la session d'acceptation des méthodes¹. Pour chacune des méthodes inscrites sur ladite liste, le Comité doit choisir entre la confirmation et la révision. La révision concerne des méthodes que le Comité n'estime plus adaptées, par exemple, parce qu'elles ne sont pas suffisamment ouvertes pour protéger convenablement la santé des consommateurs.
 - 5.1. Dans les cas où un comité chargé du produit concerné est toujours en activité, le Comité sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage lui proposera une nouvelle méthode adaptée ou l'encouragera à formuler une proposition.
 - 5.2. Dans les cas où le comité en question aura été ajourné, le Comité sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage procédera lui-même à la mise à jour.

¹ Il faudrait, à cet effet, apporter une modification mineure d'ordre rédactionnel à la norme CODEX STAN 234 en y ajoutant une colonne intitulée « date d'acceptation ».