

COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS

F



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



Organisation
mondiale de la Santé

Viale delle Terme di Caracalla, 00153 Rome, Italie - Tél: (+39) 06 57051 - Fax: (+39) 06 5705 4593 - E-mail: codex@fao.org - www.codexalimentarius.net

ALINORM 10/33/23

PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES

COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS

Trente-troisième session
Genève (Suisse), 5-9 juillet 2010

RAPPORT DE LA TRENTE ET UNIÈME SESSION DU COMITÉ DU CODEX SUR LES MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE

Budapest (Hongrie)
8-12 mars 2010

Note: La lettre circulaire 2010/6-MAS est incluse dans le présent document

COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS



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



Organisation
mondiale de la Santé

Viale delle Terme di Caracalla, 00153 Rome, Italie - Tél: (+39) 06 57051 - Fax: (+39) 06 5705 4593 - E-mail: codex@fao.org - www.codexalimentarius.net

CX 4/50.2

CL 2010/6-MAS
Mars 2010

F

AUX: - Points de Contact du Codex
- Organisations internationales intéressées

DU: - Secrétariat, Commission du Codex Alimentarius, Programme mixte FAO/OMS
sur les normes alimentaires, FAO, 00153 Rome, (Italie)

OBJET: Distribution du rapport de la trente et unième session du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (ALINORM 10/33/23)

A. QUESTIONS À SOUMETTRE À LA COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS À SA TRENTE-TROISIÈME SESSION POUR ADOPTION

Projet de directives à l'étape 5/8

1. Avant-projet de lignes directrices relatives aux critères de performance et à la validation des méthodes de détection, d'identification et de quantification de séquences d'ADN spécifiques et de protéines spécifiques contenues dans les aliments (par. 33, Annexe III)

Méthodes d'analyse et d'échantillonnage

2. Méthodes d'analyse dans les normes Codex à différentes étapes, y compris les méthodes d'analyse pour les eaux minérales naturelles (parr. 57-82, Annexe II)

Les gouvernements et organisations internationales souhaitant proposer des amendements ou formuler des observations sur les points 1 et 2 ci-dessus doivent le faire par écrit, conformément au Guide concernant l'examen des normes à l'étape 8 (voir Manuel de Procédure de la Commission du Codex Alimentarius) à l'adresse ci-dessus **avant le 15 mai 2010.**

Avant-projet de Directives à l'étape 5

3. Avant-projet de révision des directives sur l'incertitude de mesure (par. 56, Annexe IV)

Les gouvernements souhaitant formuler des observations concernant les incidences que l'avant-projet de directives pourrait avoir sur leurs intérêts économiques peuvent le faire en écrivant, conformément à la procédure d'élaboration accélérée des normes Codex au Secrétaire, Commission du Codex Alimentarius, Programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires à l'adresse ci-dessus **avant le 15 mai 2010.**

RÉSUMÉ ET CONCLUSIONS

Les débats et les conclusions de la trente et unième session du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage peuvent se résumer comme suit:

Questions à soumettre à la Commission à sa trente-troisième session pour adoption

Le Comité:

- a avancé à l'étape 5/8 le Projet de lignes directrices relatives aux critères utilisés dans le cadre des méthodes de détection, d'identification et de quantification de séquences d'ADN spécifiques et de protéines spécifiques contenues en particulier dans les aliments (par. 33, Annexe III);
- a avancé à l'étape 5 le Projet de révision des directives sur l'incertitude de mesure (par. 56 Annexe IV);
- a confirmé ou mis à jour le statut de plusieurs méthodes d'analyse dans des normes du Codex, et des méthodes d'analyse proposées pour les eaux minérales naturelles (parr. 57-82, Annexe II);

Autres questions intéressant la Commission:

Le Comité:

- est convenu de considérer plus avant à sa prochaine session les procédures d'évaluation de la conformité et de règlement des différends, compte tenu de l'incertitude de mesure, de l'incertitude de l'échantillonnage et d'autres questions pertinentes (par. 98).

TABLE DES MATIÈRES

Ouverture de la session	1-2
Adoption de l'ordre du jour	3-5
Questions soumises au Comité par la Commission du Codex Alimentarius et d'autres comités	6-12
Avant-projet de lignes directrices relatives aux critères utilisés dans le cadre des méthodes de détection, d'identification et de quantification de séquences d'ADN spécifiques et de protéines spécifiques contenues en particulier dans les aliments dérivés des biotechnologies	13-33
Avant-projet de révision des directives sur l'incertitude de mesure	34-56
Approbation des dispositions relatives aux méthodes d'analyse figurant dans les normes Codex	57-82
Guide sur l'incertitude de l'échantillonnage	83-98
Méthodes d'analyse pour les eaux minérales naturelles	99-109
Rapport de la réunion inter-institutions sur les méthodes d'analyse	110-118
Autres questions et travaux futurs	119
Date et lieu de la prochaine session	120

LISTE DES ANNEXES

	<u>Pages</u>
Annexe I Liste des participants	15
Annexe II Statut de l'approbation des méthodes d'analyse et d'échantillonnage	29
Annexe III Avant-projet de lignes directrices relatives aux critères de performance et à la validation des méthodes de détection, d'identification et de quantification de séquences d'ADN spécifiques et de protéines spécifiques contenues dans les aliments dérivés des biotechnologies	46
Annexe IV Avant-projet de révision des directives sur l'incertitude de mesure	69

INTRODUCTION

1. Le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage a tenu sa trente et unième session à Budapest (Hongrie), du 8 au 12 mars 2010, à l'aimable invitation du Gouvernement hongrois. La session a été présidée par M. Árpád Ambrus, Directeur général adjoint, Agence hongroise de sécurité sanitaire des aliments. M. Béla Kovacs, Professeur à l'Université de Debrecen, a fait office de vice-président. Ont participé à la session 162 délégués et observateurs représentant 46 États Membres, une organisation membre (UE) et 15 organisations internationales.

OUVERTURE DE LA SESSION

2. La session a été ouverte par M. Miklós Süth, Secrétaire d'État, Ministère de l'agriculture et du développement rural, qui a rappelé l'importance des travaux du Comité, notamment pour la Hongrie qui accueille la session depuis 1972. Il a insisté sur la nécessité que le Comité arrête des méthodes d'analyse et fournissent des orientations homogènes et claires aux pays, comme base pour leur législation nationale. M. Süth a pris note de l'ordre du jour détaillé de la session du Comité et a souligné l'importance des travaux sur l'élaboration de critères à utiliser dans le cadre des méthodes de détection dans les aliments dérivés des biotechnologies modernes ainsi que des travaux sur l'incertitude de mesure et l'incertitude de l'échantillonnage. Il a en outre informé le Comité au sujet de la Conférence mondiale sur les chaînes alimentaires durables qui se tiendra en Hongrie en août 2010 et qui rassemblera toutes les parties prenantes et a souhaité que les délégués puissent aussi participer à cet important événement. Enfin, M. Süth a souhaité aux délégués un plein succès pour leurs débats et le déroulement de la session.

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

3. Le Comité a fait siennes les propositions suivantes:
- modifier l'ordre du jour et examiner le point 6 (Guide sur l'incertitude de l'échantillonnage) avant le point 5 (Approbation des dispositions relatives aux méthodes d'analyse figurant dans les normes Codex); et
 - envisager la rédaction d'un document de travail sur les Directives pour le règlement des litiges portant sur les résultats analytiques (essais) sous le point 9 de l'ordre du jour, comme proposé par la délégation brésilienne.
4. Le Comité a adopté l'ordre du jour provisoire comme ordre du jour de la session ainsi amendé.
5. La délégation de l'Union européenne a présenté le document de séance CRD 23 portant sur la répartition des compétences entre l'Union européenne et ses États Membres conformément à l'Article II.5 du Règlement intérieur de la Commission du Codex Alimentarius.

QUESTIONS SOUMISES AU COMITÉ PAR LA COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS ET D'AUTRES COMITÉS DU CODEX (Point 2 de l'ordre du jour)²

6. Le Comité a rappelé que le Brésil avait fait part de son inquiétude en ce qui concerne les conséquences pour les pays exportateurs des *Directives pour le règlement des litiges portant sur les résultats analytiques (essais)*, adoptés par la Commission à sa trente-deuxième session.
7. Le Président a rappelé que les *Directives* ci-dessus étaient techniquement valables mais que quelques éclaircissements pourraient être nécessaires en ce qui concerne leur application et que, dans ce but, il avait préparé des notes explicatives sur les *Directives* après avoir invité les délégations intéressées à fournir leurs contributions. Il a également fait remarquer que ces *Directives* n'abordaient qu'un seul aspect du règlement des litiges et a proposé de poursuivre le débat sur cette question avant de trancher sur la nécessité de poursuivre ces travaux.
8. La délégation brésilienne a indiqué qu'elle avait préparé un document qui mettait en exergue ses préoccupations et les incidences des *Directives* et que l'un de ses experts ferait également un exposé devant les délégués après la session plénière concernant les simulations mathématiques décrites dans le document de travail.

¹ CX/MAS 10/31/1

² CX/MAS 10/31/2, CX/MAS 10/31/2-Add.1, CRD 5 (observations des Philippines), CRD 7 (Directives pour le règlement des litiges portant sur les résultats analytiques (essais): notes explicatives et questions))

9. Certaines délégations ont fait observer que les questions soulevées au sujet des Directives sur le règlement des litiges concernaient l'évaluation de la conformité et qu'elles seraient également examinées dans le cadre de la révision des *Directives sur l'incertitude de mesure* et du document de travail sur l'incertitude de l'échantillonnage.

10. Le Comité a décidé d'examiner les questions liées à l'application des Directives au titre du point 9 de l'ordre du jour: autres questions et travaux futurs, y compris les documents préparés par le Président et par le Brésil.

11. Le Comité a pris note de l'éclaircissement fourni par le Comité sur la nutrition et les aliments diététiques ou de régime en ce qui concerne le calcul de l'énergie et des facteurs de conversion pour les préparations pour nourrissons et l'emploi de méthodes recourant aux micro-essais pour la détermination de la vitamine B₆.

12. Il a été convenu que la réponse du Comité sur les fruits et légumes traités à une question précédente portant sur la *Norme pour les tomates en conserve* et la correction à la *Norme pour les cacao en poudre* serait examinée au titre du point 5 de l'ordre du jour : approbation des méthodes d'analyse.

AVANT-PROJET DE LIGNES DIRECTRICES RELATIVES AUX CRITÈRES UTILISÉS DANS LE CADRE DES MÉTHODES DE DÉTECTION, D'IDENTIFICATION ET DE QUANTIFICATION DE SÉQUENCES D'ADN SPÉCIFIQUES ET DE PROTÉINES SPÉCIFIQUES, CONTENUES EN PARTICULIER DANS LES ALIMENTS DÉRIVÉS DES BIOTECHNOLOGIES MODERNES (Point 3 de l'ordre du jour)³

13. Le Comité a rappelé qu'à sa dernière session, il avait été décidé de renvoyer le texte à l'étape 2 pour nouvelle rédaction par un groupe de travail électronique co-présidé par l'Argentine, l'Allemagne et le Royaume-Uni pour distribution, observations et examen par la présente session.

14. La délégation argentine a présenté le rapport du groupe de travail électronique et expliqué le processus suivi pour rédiger le texte et les bons résultats obtenus en utilisant une plateforme reposant sur l'Internet, créée spécialement pour mener à bien les activités du Codex, ce qui avait permis à de nombreux pays de participer. Cette plateforme était à la disposition des autres membres et des groupes de travail futurs du Codex. Le Comité a noté qu'un nombre particulièrement grand de personnes avaient pris une part active à l'élaboration des lignes directrices. Ce nombre témoigne clairement de l'importance et de la pertinence du document.

15. Encore que le groupe de travail ait tenu compte de l'élargissement du champ d'application décidé lors de la dernière session, il n'a pas été possible d'arriver à une version définitive en ce qui concerne le texte en rapport avec le champ d'application et le groupe de travail a proposé plusieurs options pour le titre. Un consensus s'est toutefois dégagé pour la grande partie du texte restant.

16. Le Comité a remercié l'Argentine et le groupe de travail pour leur excellent travail.

17. Le Comité a décidé qu'il fallait clarifier le champ d'application avant de poursuivre le débat sur la proposition de lignes directrices.

Débat général (Champ d'application)

18. Plusieurs délégations ont appuyé l'élargissement du champ d'application et ont proposé un autre libellé pour le paragraphe 6:

« Les présentes lignes directrices contiennent des critères d'information aux fins de la validation des méthodes d'analyse des aliments comportant la détection, l'identification et la quantification de séquences d'ADN spécifiques et de protéines spécifiques pouvant être présentes dans les aliments et qui seront utilisées par les laboratoires chargés de l'analyse des aliments. Ces méthodes peuvent prévoir des

³ CX/MAS 10/31/3, CX/MAS 10/31/3-Add.1 (observations de: Argentine, Canada, Iran, Japon, Kenya, Nouvelle-Zélande, Panama, États-Unis d'Amérique, BIO, IFT, ILSI et ISO), CRD 3 (avant-projet de révision de directives, préparé par l'Argentine), CRD 4 (observations de l'ISO), CRD 5 (observations des Philippines), CRD 11 (observations du Japon), CRD 13 (observations de l'Union européenne), CRD 16 (observations de l'ILSI), CRD 17 (observations de AOCS), CRD 18 (observations de l'ICGMA), CRD 19 (observations de Croplife), CRD 20 (observations des États-Unis d'Amérique et de l'UE), CRD 27 (Rapport du groupe de travail réuni durant la session), CRD 28 (Tableau à inclure dans les directives tel que préparé par le Japon).

approches moléculaires et immunologiques pour, entre autres, déterminer l'authenticité des aliments et les biomarqueurs pour les aliments contenant du matériau dérivé d'organismes à ADN recombiné »

Ou un autre titre possible I:

“Avant-projet de lignes directrices relatives aux critères de performance et à la validation des méthodes de détection, d'identification et de quantification de séquences d'ADN spécifiques et de protéines spécifiques contenues dans les aliments”.

La délégation argentine a expliqué que le nouveau paragraphe 6 était plus clair et se référait explicitement aux biomarqueurs pour les aliments dérivés des biotechnologies modernes tandis que le paragraphe original n'était pas approprié car la phrase « dans les aliments dérivés des biotechnologies modernes » pouvait donner à penser qu'il s'agissait de la matrice et non de l'analyte, ce qui n'était pas le but premier du texte.

19. De l'avis de la délégation japonaise, le document est exhaustif et informatif mais il est trop détaillé et devrait cibler les points essentiels. Quant au champ d'application, la délégation a rappelé au Comité qu'il avait fait l'objet de vastes débats lors de la dernière session, débats qu'il n'y a pas lieu de relancer, et qu'il faudrait plutôt se concentrer sur le texte proposé. La délégation de la République de Corée a appuyé ce point de vue.

20. La délégation de l'Union européenne a insisté sur l'importance de ces travaux compte tenu de la nécessité de disposer de méthodes pour identifier les aliments génétiquement modifiés et, tout en soutenant la décision d'élargir le champ d'application, elle a appuyé le titre initial qui selon elle conviendrait même si le champ d'application était élargi. Elle a également rappelé qu'il s'agissait au départ de trouver des méthodes pour identifier les aliments génétiquement modifiés, dont le besoin a été souligné à plusieurs reprises tant par le Groupe spécial sur les aliments dérivés des biotechnologies que par le Comité sur l'étiquetage des denrées alimentaires. Elle a donc déclaré qu'elle pourrait appuyer l'autre titre proposé au paragraphe 6 s'il y était indiqué que les méthodes utilisées pourraient aussi être appliquées aux aliments dérivés des biotechnologies modernes.

21. En réponse à une proposition d'utiliser « organisme à ADN recombiné » au lieu de « biotechnologies modernes », il a été précisé que le terme « biotechnologies modernes » était largement compris et défini dans le cadre du Codex.

22. Après un échange de vues, le Comité a approuvé l'autre paragraphe 6 possible modifié pour indiquer que les aliments dérivés des biotechnologies étaient inclus dans le champ d'application.

23. Le Comité est en outre convenu qu'un groupe de travail réuni pendant la session, présidé par l'Argentine, réviserait le corps du texte en tenant compte du champ d'application adopté et des observations écrites reçues.

TITRE

24. Plusieurs délégations ont appuyé l'autre titre possible I qui ne faisait pas mention des aliments dérivés des biotechnologies modernes, notant qu'il n'était pas nécessaire d'insister sur ces aliments, comme indiqué dans la proposition initiale puisque cet aspect était déjà couvert par le champ d'application et induirait l'utilisateur en erreur car ces techniques étaient également utilisées pour l'authentification des aliments et à d'autres fins. Plusieurs autres délégations ont appuyé le titre initial déclarant qu'il reflétait le champ d'application convenu, qu'il était clair pour les utilisateurs et conforme à l'intention première d'élaborer des lignes directrices pour des méthodes applicables aux aliments dérivés des biotechnologies modernes. D'autres délégations ont fait observer que la Commission avait invité le Comité à envisager d'élargir le champ d'application, ce qu'il avait fait et qu'il n'était pas nécessaire de répéter le champ d'application dans le titre et qu'il devait être bref, simple et compréhensible.

25. Le Comité a examiné plusieurs propositions en vue de raccourcir le titre en mentionnant simplement l'« analyse » et non pas « la détection, l'identification et la quantification » et pour indiquer que les méthodes mentionnées dans les lignes directrices étaient applicables non seulement à l'identification des aliments dérivés des biotechnologies modernes, mais aussi à l'authentification des aliments, à la spécification et à d'autres fins (par ex. identification des allergènes, agents pathogènes, etc.), soit comme note de bas de page soit directement dans le titre. Le recours à une note de page a suscité des réserves du fait que les lecteurs ne lisent pas nécessairement ces notes et que celles-ci ne sont pas visibles dans les titres des textes publiés sur le site internet du Codex ; par conséquent, les utilisateurs pourraient ne pas comprendre que ces lignes directrices s'appliquent également aux aliments dérivés des biotechnologies modernes. On a fait remarquer

que les utilisateurs des techniques décrites devraient bien connaître leurs applications, y compris celle pour les aliments dérivés des biotechnologies modernes.

26. Après un vaste débat, le Comité est convenu d'un autre titre possible I et a inséré une note de bas de page pour indiquer l'application des méthodes.

Corps du texte des lignes directrices

27. Le Comité a examiné les lignes directrices révisées (CRD 27) telles que préparées par le groupe de travail réuni durant la session, notant que le groupe avait axé ses débats sur le document CRD 3 qui comprenait toutes les observations écrites reçues.

28. Outre des modifications d'ordre rédactionnel, des améliorations du texte effectuées pour plus de clarté et la mise à jour de références, le Comité a pris les décisions suivantes:

Section 4.1.4 – Unités de mesure et présentation des résultats

29. Le Comité a examiné la dernière section du paragraphe 22 qui avait été mise entre crochets, le groupe de travail n'étant pas parvenu à un consensus à ce sujet. Après les explications fournies par la délégation argentine selon laquelle la référence à l' « incertitude biologique » ne convenait pas pour cette section, que son inclusion était trompeuse du fait que l' « incertitude » était liée à la répartition des erreurs de méthode et non pas à d'autres facteurs externes et que cela était sans rapport avec les usages alimentaires, le Comité est convenu de l'éliminer.

Tableau synthétique des critères régissant l'acceptation des méthodes

30. Le Comité a examiné une proposition de la délégation japonaise d'insérer un tableau résumant les critères régissant l'acceptation des méthodes dont il est fait mention dans les appendices aux lignes directrices pour en faciliter la lecture (voir CRD 28).

31. Après des échanges de vues, le Comité a décidé de ne pas insérer le tableau du fait que les critères étaient clairement spécifiés dans les appendices et qu'il était difficile de résumer les informations contenues dans les appendices en un seul tableau.

32. Reconnaissant que de vastes débats avaient eu lieu et qu'un accord avait été conclu, le Comité est convenu d'avancer les lignes directrices à l'étape 5/8 pour adoption.

État d'avancement de l'avant-projet de lignes directrices

33. Le Comité est convenu de transmettre l'avant-projet de lignes directrices à la trente-troisième session de la Commission pour adoption à l'étape 5/8 en recommandant d'omettre les étapes 6 et 7 (voir Annexe III).

AVANT-PROJET DE RÉVISION DES DIRECTIVES SUR L'INCERTITUDE DE MESURE (Point 4 de l'ordre du jour)⁴

34. Le Comité a rappelé qu'à sa dernière session il avait décidé de renvoyer l'avant-projet de révision des directives pour nouvelle rédaction par un groupe de travail électronique dirigé par le Royaume-Uni, observations à l'étape 3 et examen à la prochaine session.

35. En présentant le document, la délégation du Royaume-Uni a rappelé que la révision des directives avait eu lieu à la demande de plusieurs délégations qui souhaitaient obtenir des explications plus détaillées et que la révision avait pour but de clarifier l'importance et les répercussions de l'incertitude de mesure, notamment en ce qui concerne la conformité avec les normes. La délégation a insisté sur le fait qu'il importait de tenir compte de l'incertitude de mesure au moment d'établir des spécifications étant donné leurs incidences aux fins de l'application et a rappelé que la révision ne portait que sur l'incertitude de mesure, et ne comprenait pas l'incertitude de l'échantillonnage, comme en avait décidé précédemment le Comité.

Débat général

36. La délégation néo-zélandaise n'a pas appuyé l'approche adoptée concernant l'incertitude de mesure, et ce pour plusieurs raisons: les procédures du Codex sont fondées sur le contrôle de la fréquence ou du coût des décisions erronées, et il ne conviendrait pas de juger de la conformité d'un lot sur la base d'un seul

⁴ CX/MAS 10/31/4, CX/MAS 10/31/4-Add.1 (observations de l'Argentine, du Brésil, de la Nouvelle-Zélande, du Panama et de la FIL), CRD 8 (observations du Japon), CRD 12 (observations de la Hongrie), CRD 14 (observations de l'Union européenne), CRD 25 (Section 8 révisée et nouvelle section)

échantillon; l'application des dispositions révisées en ce qui concerne l'exportation et l'importation ferait gonfler outre mesure les coûts du respect de la conformité tant pour les exportateurs que pour les producteurs. La délégation a également rappelé sa position générale, à savoir que l'incertitude de l'échantillonnage devrait être considérée en même temps que l'incertitude de mesure et qu'il faudrait élaborer des directives dans ce but. Elle s'est déclarée insatisfaite du procédé utilisé pour la rédaction des documents car elle avait formulé des observations qui avaient été ignorées durant la révision du document.

37. Le Comité a noté que le Comité sur le lait et les produits laitiers avait indiqué que les plans d'échantillonnage devraient être fondés sur des principes statistiques valables et que l'approche de l'évaluation de l'incertitude de mesure devrait tenir entièrement compte des spécificités du lait et des produits laitiers (voir CX/MAS 10/31/2).

38. Plusieurs délégations, tout en appuyant le but de la révision consistant à examiner uniquement l'incertitude de mesure et à inclure des notes explicatives, ont fait remarquer que certaines dispositions dépassaient le champ d'application des directives et que certaines recommandations étaient trop prescriptives et se référaient à des décisions que seuls des gouvernements devraient prendre au moment de l'évaluation de la conformité avec les normes, notamment dans la section 8. Le Comité a également pris bonne note des préoccupations suscitées par la référence à l'accréditation, qui n'était pas requise par les directives Codex actuelles.

39. Le Comité a examiné le document section par section et, outre des modifications d'ordre rédactionnel ou des corrections, a effectué les amendements et formulé les observations ci-après.

Introduction

40. Le Comité a noté certaines observations sur le libellé de l'Introduction, mais a décidé d'éliminer toute la section car elle reprenait les dispositions du Manuel de procédure. Il a été rappelé que les notes explicatives visaient à interpréter les Directives, celles-ci étant destinées aux gouvernements, et que toute disposition pertinente contenue dans le Manuel pourrait être réécrite pour une application générale et à l'usage des gouvernements.

Section 1

41. La délégation néo-zélandaise a rappelé sa proposition précédente et ses observations écrites tendant à ce que la fourchette « $a \pm 2u$ » soit modifiée car elle ne fournissait pas un niveau de confiance de 95%. Le Comité a toutefois noté que la Section 1 reprenait seulement le texte principal des Directives et qu'elle ne pouvait être modifiée sans que soient modifiées également les Directives, la section a donc été maintenue en l'état.

Section 2

42. Le Comité est convenu qu'aucune référence ne devrait être faite à l'accréditation du fait que dans le cadre du Codex, elle n'était nécessaire que par souci de conformité avec les dispositions de la norme ISO/IEC 17025:2005 et le texte a été amendé en conséquence.

Section 3

43. Le titre a été modifié pour indiquer que l'incertitude de mesure pouvait venir aussi bien de l'échantillonnage que de l'analyse. La deuxième phrase et une partie de la dernière phrase de la section ont été éliminées parce que non pertinentes.

Section 4

44. La première phrase a été remaniée afin de clarifier que c'est l'incertitude du résultat analytique qui est l'un des facteurs lorsque l'on estime la conformité aux normes; une référence au contrôle de la qualité a été ajoutée dans la deuxième phrase et le reste du texte a été remanié pour plus de clarté.

Section 5

45. La dernière phrase du premier paragraphe a été éliminée car elle se référait à l'accréditation, conformément à la décision antérieure d'éliminer les références à l'accréditation.

46. Le Comité est convenu d'éliminer la section tirée du Guide EURACHEM et la liste des références étant donné que tous les autres textes devraient être inclus par référence dans la section 10 à la fin du document. Il a été reconnu que ces références seraient utiles à titre d'information mais qu'il fallait éviter

toute confusion en ce qui concerne leur statut et une phrase introductive a été ajoutée pour indiquer qu'elles n'étaient pas approuvées par le Codex sauf si cela était spécifié dans les directives Codex.

Section 6

47. Le Comité a rappelé que les laboratoires devraient se conformer à la norme ISO/IEC 17025 et a amendé le texte en conséquence, éliminant la référence à l'accréditation comme décidé précédemment.

Section 7

48. Les titres des colonnes du tableau ont été modifiés comme suit: concentration nominale, incertitude élargie type et fourchette de concentrations prévue. La dernière rangée ne se référant pas à un chiffre spécifique mais à une concentration inférieure à 100 µg/kg, la fourchette de concentrations prévue a été corrigée pour indiquer qu'elle varierait en fonction de la concentration nominale.

49. Le troisième paragraphe sur l'analyse microbiologique a été éliminé car il n'était pas couvert par les Directives.

Section 8

50. De l'avis de plusieurs délégations, les dispositions figurant à la section 8, notamment concernant les situations I à IV, contenaient des instructions trop prescriptives car les mesures à prendre et l'interprétation du résultat incombaient aux autorités compétentes.

51. Plusieurs délégations ont proposé d'éliminer toute la section, et d'autres ont estimé que les explications seraient utiles mais ne devraient pas contenir de phrases prescriptives. Il a également été observé que les Directives pour l'estimation de l'incertitude des résultats (CAC/GL59-2006) s'appliquant aux pesticides fournissaient des explications utiles qui pourraient être utilisées et adaptées aux fins des présentes Directives. Après quelques échanges de vues, le Comité a examiné une section révisée proposée par la délégation du Royaume-Uni (CRD 25).

52. Dans la section 8.1, premier paragraphe, il a été convenu qu'il s'agissait de décider si un échantillon répond à la spécification et le texte a été modifié en conséquence. Pour ce qui concerne la terminologie, il a été clarifié que la spécification renvoie à la disposition et que le niveau maximal est le point extrême supérieur de la disposition, et que l'expression « limite de contrôle supérieure » a été remplacée par « niveau maximal » dans tout le texte. La référence aux agents pathogènes présents dans les aliments a été éliminée afin d'éviter toute confusion, et certaines modifications d'ordre rédactionnel ont été faites par souci de clarté. Une nouvelle phrase a été insérée pour expliquer l'exemple présenté dans le diagramme.

53. Après examen de plusieurs propositions tendant à ce que les explications soient formulées pour chaque situation décrite dans le diagramme, ces explications ont été supprimées car les situations étaient clairement décrites dans le texte. Le Comité a approuvé le texte remanié des situations I à IV comme proposé dans le document CRD 25.

Section 9

54. Selon plusieurs délégations, la Section 9 : Utilisation de l'incertitude de mesure et définition d'une situation litigieuse portait sur la question du règlement des litiges et pouvait créer une confusion ou faire double emploi avec les Directives pour le règlement des litiges portant sur les résultats analytiques (essais) adoptées en 2009. Le Comité est donc convenu de supprimer la section 9 étant donné qu'il a été proposé d'examiner les questions liées aux situations litigieuses et à l'incertitude de l'échantillonnage dans une perspective globale sous le point 6 de l'ordre du jour.

55. Le Comité s'est penché sur une section supplémentaire proposée par la délégation néo-zélandaise dans le document CRD 25 concernant « la demande et la notification de l'incertitude de mesure », décrivant les conditions dans lesquelles les autorités compétentes pouvaient demander des informations sur l'incertitude de mesure. Après quelques échanges de vues, le Comité a néanmoins rappelé que les Directives comprenaient une disposition générale à cet effet et qu'il n'était pas nécessaire d'insérer une nouvelle section.

État d'avancement de l'avant-projet de révision des directives sur l'incertitude de mesure

56. Le Comité est convenu d'avancer l'avant-projet de directives, tel qu'amendé lors de la présente session, pour adoption à l'étape 5 par la Commission du Codex Alimentarius à sa trente-troisième session (Voir Annexe IV).

APPROBATION DES DISPOSITIONS RELATIVES AUX MÉTHODES D'ANALYSE FIGURANT DANS LES NORMES CODEX (Point 5 de l'ordre du jour)⁵

57. Le rapport du groupe de travail a été présenté par son président, M. Roger Wood (Royaume-Uni). Le Comité a examiné les méthodes proposées pour approbation et outre quelques modifications d'ordre rédactionnel a apporté les amendements et formulé les recommandations ci-après.

Poissons et produits de la pêche

Projet de norme pour le caviar d'esturgeon

58. Le Comité a approuvé la méthode pour déterminer la teneur en sel sous forme de chlorure et exprimée en chlorure de sodium comme méthode de Type I en raison de la procédure d'extraction empirique et a proposé un amendement corrélatif au type de la même méthode dans la Norme pour les poissons salés séchés de la famille des Gadidés (CODEX STAN 167-1989).

Lait et produits laitiers

59. Le Comité a noté que de nombreuses corrections aux méthodes existantes avaient été proposées par le Comité sur le lait et les produits laitiers (CCMMP), à la suite de la mise à jour des méthodes par la FIL et l'ISO.

60. Quelques amendements ont été apportés au Type proposé par le CCMMP pour un certain nombre de méthodes. Il a été observé que la même méthode pouvait être citée comme étant du Type IV ou du Type I selon le statut de la validation pour la matrice concernée.

61. Certaines méthodes AOAC proposées par le CCMMP ont été éliminées, notamment AOAC 989.05 pour les matières grasses totales, AOAC 927.05 pour l'eau, AOAC 926.08 et AOAC 933.05 pour les matières grasses laitières, AOAC 990.19 pour les matières sèches laitières non grasses. Les méthodes AOAC qui équivalaient aux méthodes conjointes FIL | ISO ont été maintenues comme autres méthodes applicables le cas échéant.

62. S'agissant de la pureté des matières grasses laitières dans le beurre, les matières grasses laitières à tartiner et les produits à base de matière grasse laitière, il a été convenu que le principe était le «calcul à partir de la détermination des triglycérides par chromatographie en phase gazeuse» et la méthode a été approuvée comme étant de Type I.

63. Concernant le sel dans le beurre, le CCMMP avait proposé la méthode FIL | ISO comme méthode de Type III et AOAC 960.29 comme méthode de Type IV. Le groupe de travail a expliqué qu'au départ il existait une méthode conjointe AOAC, ISO et FIL, qui a par la suite été révisée par la FIL et l'ISO et qu'aucune caractéristique n'avait été fournie relativement à la précision pour la méthode AOAC. Le Comité est convenu de les classer comme méthode de Type III unique.

64. Le Comité a approuvé les deux méthodes pour la natamycine (Type II et III) comme proposé par le CCMMP en réponse à une question posée par le CCMAS en 2008 sur l'utilisation de ces deux méthodes.

65. Du fait que l'une des méthodes pour les matières grasses laitières dans le cottage cheese s'applique seulement jusqu'à 5 pour cent de lactose alors que l'autre s'applique à toute la gamme des produits, il a été fait mention de la teneur en lactose afin de clarifier la nécessité des deux méthodes de Type I.

66. Étant donné que la méthode de détermination des cendres (y compris P₂O₅) dans la caséine comestible dépend du type de produit (caséine de présure ou caséine acide), on a inséré une note de bas de page recommandant à l'analyste d'indiquer le champ d'application de la méthode.

67. Il a été convenu que les méthodes par calcul seraient présentées comme une méthode de Type I unique, en indiquant le principe de chaque méthode utilisée et qu'une présentation semblable devrait être utilisée dans la norme CODEX STAN 234.

68. Les méthodes pour les produits à base de fromage fondu ont été supprimées car les normes s'appliquant à ces produits avaient été proposées pour révocation (CODEX STAN 286-1978, 287-1978 et 285-1978).

⁵ CX/MAS 10/31/5, CX/MAS 10/31/5-Add.1, CRD 1 (Rapport du groupe de travail sur l'approbation des méthodes d'analyse et d'échantillonnage), CRD 10 (observations de la Suisse), CRD 21 (liste révisée des méthodes pour les fibres alimentaires), CRD 24 (liste des méthodes pour les eaux minérales naturelles)

69. Le Comité a approuvé les amendements aux méthodes d'échantillonnage pour le lait et les produits laitiers, comme l'avait proposé le CCMMP.

70. Il a été noté que le Comité sur le lait et les produits laitiers avait achevé son travail et avait proposé de s'ajourner *sine die*, tandis que la FIL et l'ISO poursuivraient leurs travaux sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage pour le lait et les produits laitiers. Le Comité a décidé qu'il continuerait de revoir les méthodes applicables au lait et aux produits laitiers après l'ajournement du Comité sur le lait et les produits laitiers.

Nutrition et aliments diététiques ou de régime

Méthodes pour les fibres alimentaires

71. Après l'adoption des dispositions pour les fibres alimentaires dans le Tableau des conditions applicables aux allégations figurant dans les *Directives pour l'emploi des allégations relatives à la nutrition et à la santé*, à sa dernière session (2009), le Comité sur la nutrition et les aliments diététiques ou de régime a finalisé les méthodes d'analyse pour les fibres alimentaires.

72. Le Comité a noté que le groupe de travail avait examiné à fond les méthodes proposées pour la détermination des fibres alimentaires sans parvenir à une conclusion sur la pertinence de plusieurs méthodes et sur leur type; il avait alors décidé que certaines délégations intéressées établirait une liste révisée pour clarifier les produits couverts et les composants des fibres alimentaires déterminés par les méthodes proposées.

73. La délégation des États-Unis et l'observateur de AOCS ont informé le Comité que le tableau révisé dans le document CRD 21 tenait compte des caractéristiques de plusieurs méthodes AOAC et AAAC.

74. Le Comité a noté que la plupart de ces méthodes étaient empiriques et que certaines d'entre elles pouvaient faire double emploi, il a donc décidé qu'elles pourraient être approuvées comme méthodes de Type IV afin de les rendre disponibles comme méthodes Codex et a demandé au CCNFSDU de définir leur champ d'application avec plus de précision. Il a ajouté que ces méthodes pourraient être approuvées par la suite lorsque ces éclaircissements auront été apportés, étant donné que certaines pourraient convenir comme méthodes de Type I.

75. Le Comité a également apporté des amendements à la liste des méthodes et formulé des observations à ce sujet. Il a notamment proposé de modifier le titre du premier groupe de méthodes pour indiquer qu'elles mesurent la fraction de poids moléculaire le plus élevé des fibres alimentaires sur la base de la solubilité et non pas du nombre d'unités monomériques. On a toutefois conservé le titre actuel, en tenant compte de la définition des fibres alimentaires.

76. Pour les deux premières méthodes de la liste, il a été convenu de clarifier que les composants des fibres alimentaires étaient déterminés sous les « dispositions ». Bien qu'il ait été proposé de modifier la description du produit pour se référer à des aliments spécifiques étudiés dans le cadre d'études coopératives, il a été rappelé que la définition des fibres alimentaires s'appliquait à tous les aliments. On a donc conservé le libellé général « tous les aliments » en y ajoutant une description des produits concernés dans certains cas. Il a également été rappelé que selon la note de bas de page 1, les utilisateurs devraient consulter la description de chaque méthode pour les matrices alimentaires concernées.

77. Le Comité a examiné la proposition de supprimer la méthode AOAC 2001.03 car, selon certaines délégations, elle avait été remplacée par la méthode AOAC 2009.01 validée plus récemment; toutefois, le Comité n'a pu parvenir à une conclusion sur cette question et est convenu de demander au CCNFSDU un éclaircissement sur la nécessité de cette méthode.

78. Le Comité a décidé de supprimer la méthode AAAC Intl 32 06 01 ou AOAC 992.16 car elles s'appliquent au même analyte et aux mêmes matrices que AOAC 991.43 et font double emploi, et AAAC Intl 32-22-01 ou AOAC 992.28 car elles mesurent les mêmes composants que AOAC 995.16, elles ne sont pas utilisées et il n'y a plus de trousse disponibles.

Fruits et légumes traités

79. À sa vingt-huitième session (2007) le CCMAS a approuvé temporairement la méthode ISO/UNIUN pour la détermination du poids égoutté des tomates concassées dans la *Norme pour les tomates en conserve* dans l'attente de la confirmation de la référence correcte à la norme ISO. À sa vingt-quatrième session, le Comité sur les fruits et légumes traités (CCPFV) n'a pu identifier la référence ISO correcte et a demandé le

retrait de cette méthode et l'approbation de la méthode AOAC 968.30 comme étant une méthode pour les tomates en conserve concassées uniquement, avec la note de bas de page: "Utiliser un tamis n° 14 au lieu de 7/16' ou n° 8".

80. Le Comité est convenu d'approuver la méthode comme étant de Type I et a demandé au CCPFV un éclaircissement en ce qui concerne la modification des mailles du tamis, par rapport à la méthode AOAC originale.

Produits cacaotés et chocolat

81. Le Comité est convenu de supprimer la méthode AOAC 934.07 pour la détermination du plomb (Section 7.4) dans la Norme pour les poudres de cacao car la Norme ne contient aucune disposition pour le plomb.

82. Le Comité a remercié M. Roger Wood et le groupe de travail pour leur excellent travail et a décidé que le groupe de travail serait de nouveau convoqué avant la prochaine session. L'état d'avancement de l'approbation des méthodes d'analyse et d'échantillonnage figure à l'Annexe II.

GUIDE SUR L'INCERTITUDE DE L'ÉCHANTILLONNAGE (Point 6 de l'ordre du jour)⁶

83. Le Comité a rappelé qu'à sa dernière session, il avait été convenu qu'un groupe de travail électronique dirigé par le Royaume-Uni réviserait le document de travail à la lumière des observations reçues durant la session et élaborerait des principes fondamentaux applicables à l'incertitude de l'échantillonnage afin que cette session puisse examiner la question plus à fond et décider de la démarche future.

Débat général

84. Le Président du Comité a proposé de tenir un débat général sur l'approche et les objectifs du document faisant observer que cette question pourrait aussi être examinée dans le contexte de la question soulevée par le Brésil concernant les Directives pour le règlement des litiges portant sur les résultats analytiques (essais) (CRD 7) et qui seront examinées dans un exposé informel d'un délégué du Brésil durant la session.

85. Le Comité a pris note de la position de la délégation argentine qui, s'exprimant au nom de plusieurs pays de la région Amérique latine et Caraïbes présents à la session, a signalé que la réception tardive du document n'avait pas donné aux membres le temps nécessaire pour en examiner le contenu et a donc proposé que la question de l'incertitude de l'échantillonnage soit renvoyée à la prochaine session et traitée séparément.

86. Aucun autre point de vue n'ayant été exprimé, le Comité a adhéré à la proposition du Président de permettre aux délégués de réfléchir sur cette question en tenant compte de l'inquiétude manifestée par le Brésil lors de la session informelle au sujet du règlement des litiges afin de décider de la marche à suivre.

Observations générales concernant le document de travail

87. Le Royaume-Uni a présenté le document, précisant au Comité qu'il décrivait quelques questions soulevées à la lumière d'autres activités internationales menées dans le domaine de l'incertitude de l'échantillonnage, illustre le problème et montrait où et comment l'échantillonnage était traité dans le Code (par exemple dans les *Directives générales sur l'échantillonnage* – CAC/GL 50-2004); et d'ajouter qu'il pourrait être nécessaire dans l'avenir d'élaborer un document d'orientation et des notes explicatives sur le modèle des directives sur l'incertitude de mesure. Le document comprenait également une estimation des incertitudes de l'échantillonnage qui pourraient se manifester dans le secteur alimentaire. La délégation a fait observer que l'incertitude de l'échantillonnage était un élément aussi important que l'incertitude de mesure lorsque l'on accepte ou que l'on refuse un lot. Néanmoins, dans de nombreux systèmes alimentaires, l'incertitude de l'échantillonnage était une question si vaste qu'il ne serait pas pratique de l'examiner durant la phase de la mise en application.

⁶ CX/MAS 10/31/6, CRD 7 (Directives pour le règlement des litiges portant sur les résultats analytiques (essais): notes explicatives et questions), CRD 9 (observations du Mexique), CRD 12 (observations de la Hongrie), CRD 15 (observations de l'Union européenne), CRD 25 (proposition pour une section 8 préparée par le Royaume-Uni et la Nouvelle-Zélande), CRD 26 (Proposition pour un document de travail sur l'évaluation de la conformité à l'aide d'essais sur les produits),

88. Le Comité a remercié le groupe de travail pour avoir rédigé le document. La délégation néo-zélandaise a toutefois exprimé son inquiétude quant au fonctionnement du groupe de travail et à la manière dont les observations ont été prises en considération.

89. Dans son ensemble, le Comité a estimé qu'il était trop tôt pour travailler sur l'incertitude de l'échantillonnage car les connaissances actuelles étaient insuffisantes et que plus d'informations et de données étaient nécessaires pour les produits alimentaires là où l'incertitude de l'échantillonnage pouvait jouer un rôle et qu'il était important de traiter cette question complexe sur une base scientifique.

90. Le Président a attiré l'attention sur les pratiques suivies actuellement pour l'établissement des limites maximales Codex décrites dans CODEX STAN 193-1995. Dans le cas des contaminants et des résidus de pesticides présents dans les aliments, les limites maximales sont fondées sur la concentration moyenne du mesurande dans des échantillons composites dont la masse minimale est spécifiée et comportant plusieurs échantillons primaires/prélèvements d'échantillons, tandis que les limites maximales de résidus de médicaments vétérinaires se réfèrent au résidu dans une seule unité d'un lot (par exemple un morceau de viande prélevé sur une carcasse ou un seul poulet).

91. Par conséquent, lorsque l'échantillon est prélevé conformément à la directive pertinente, la concentration du mesurande devrait être conforme à la spécification, ainsi l'incertitude de l'échantillonnage ne devrait pas être prise en compte. D'autre part, la distribution hétérogène du mesurande dans un lot entraîne une variation dans le contenu de l'échantillon, variation qui est la source de l'incertitude de l'échantillonnage, dont il y aurait lieu de tenir compte avec l'incertitude de l'analyse lorsque la conformité à la spécification est vérifiée avant d'introduire le produit sur le marché.

92. Quelques préoccupations ont été exprimées du fait qu'il n'existe pas de définition claire de l'incertitude de l'échantillonnage, que le document n'expliquait pas suffisamment comment les nombres figurant dans le tableau étaient obtenus pour l'évaluation et que cette approche pouvait être un fardeau, notamment pour les producteurs.

93. La délégation néo-zélandaise était d'avis que l'approche suggérée dans le document ne prenait pas en considération celle du Codex qui prévoyait le contrôle du risque de prendre des décisions erronées et se préoccupait notamment des procédures décrites dans le guide EURACHEM/EUROLAB/CITAC/Nordtest. La délégation, appuyée par plusieurs autres, a fait observer que le problème résidait davantage dans l'évaluation de la conformité et a proposé d'élaborer des principes pour l'évaluation de la conformité qui tiendraient compte de l'incertitude de l'échantillonnage et de l'incertitude de mesure.

94. L'observateur d'Eurachem a expliqué que les indications contenues dans le guide associaient les pratiques en vigueur pour établir la variation de l'échantillonnage et décrivaient des méthodes relativement économiques pour estimer l'ampleur du problème de sorte que l'utilisateur pouvait décider comment gérer le problème; que l'indication pouvait être fournie pour citer l'incertitude et que cette information pouvait être utilisée pour choisir les plans d'échantillonnage dans les Directives générales sur l'échantillonnage. Le problème consistait à interpréter d'une manière cohérente l'incertitude de l'échantillonnage.

95. L'observateur a en outre expliqué comment étaient obtenus les chiffres figurant dans le tableau et qu'ils étaient fondés sur des données provenant de la littérature à grande diffusion.

96. Compte tenu de ce qui précède, le Comité est convenu d'interrompre la rédaction du document sur l'incertitude de l'échantillonnage comme question distincte.

97. Quant aux préoccupations du Brésil relativement au règlement des litiges, il a été souligné que les *Directives pour le règlement des litiges portant sur les résultats analytiques (essais)* (CAC/GL 70-2009) concernaient un petit nombre de sources possibles de litiges et que d'autres orientations générales étaient nécessaires pour les producteurs sur la manière de vérifier la conformité d'un produit avec les limites Codex.

98. En notant la proposition d'orientations générales concernant le règlement des litiges autres que ceux déjà couverts par les directives susmentionnées et la proposition précédente de principes pour l'évaluation de la conformité, le Comité est convenu d'établir un groupe de travail électronique dirigé par le Brésil, avec l'assistance de la Nouvelle-Zélande, travaillant uniquement en anglais et chargé des tâches suivantes:

- établir un document de travail qui examinerait les procédures pour l'évaluation de la conformité et le règlement des litiges et indiquerait d'autres orientations nécessaires qui tiendraient compte:

- des nouvelles questions en rapport avec l'évaluation de la conformité et le règlement des litiges sur la base de l'analyse du produit.
- de tous les documents soumis durant la présente session.
- recueillir des informations supplémentaires sur l'incertitude de l'échantillonnage selon les besoins.
- examiner l'évaluation de la conformité dans le contexte des principes et directives pour l'inspection et la certification des aliments mises au point par le CCFICS.
- tenir compte de la liste de questions suivantes:
 - principes de l'évaluation de la conformité
 - incertitude de mesure et incertitude de l'échantillonnage
 - le concept de « aptitude au but poursuivi »
 - procédures de contrôle de la production et des processus pour parvenir à la conformité aux spécifications d'une manière plus efficace que le contrôle des produits finis.
- évaluation de la conformité fondée sur les résultats des essais, les plans d'échantillonnage et les règles de décision
 - tenir compte des procédures déjà mises en place par ce comité et d'autres comités
 - étudier des moyens pour l'application pratique des *Directives générales sur l'échantillonnage*
 - examiner le risque de prendre des décisions erronées sur la conformité et la non-conformité
 - conséquences de la non-conformité
 - nature et sources des litiges en notant les sources de litiges mentionnées dans la note de bas de page 3 de la lettre circulaire CL 70.
 - règlement des litiges en tenant compte de CL 70.

MÉTHODES D'ANALYSE POUR LES EAUX MINÉRALES NATURELLES (point 7 de l'ordre du jour)⁷

99. Le Comité a rappelé qu'à sa dernière session, il avait été convenu d'envoyer une lettre circulaire demandant des informations sur les méthodes d'analyse pour les substances énumérées à la section 3.2 de la Norme pour les eaux minérales naturelles, comme l'avait demandé la Commission à sa trente et unième session (2008) après l'adoption des substances à visée sanitaire énoncées dans la Norme pour les eaux minérales naturelles. Étant donné que de nombreuses méthodes avaient été proposées, le groupe de travail avait décidé d'appliquer la démarche-critères et d'évaluer les méthodes proposées dans les *Instructions de travail pour l'application de la démarche-critères dans le Codex*.

100. En réponse à la question de savoir si les métaux lourds devaient être pris en considération, il a été noté que la lettre circulaire demandait des informations sur les méthodes pour les substances citées à la section 3.2, en particulier les sections 3.17 à 3.20 mais non exclusivement sur les dernières sections et que le Comité pouvait donc se pencher sur les métaux lourds, en tenant compte du fait que le Comité sur les eaux minérales naturelles a été ajourné et que le CCMAS pourrait aussi envisager de mettre à jour les méthodes.

101. Le Comité a examiné la liste des méthodes préparées par les observateurs de NMKL et de l'ISO dans le CRD 24, qui comprenait les valeurs numériques pour la fourchette minimale applicable, la limite de détection, la limite de quantification, RSD_R et la récupération correspondant à chaque limite maximale, et une liste des méthodes évaluées par rapport à ces critères. La première partie de la liste comprenait les substances pour lesquelles une limite maximale est définie dans la Norme pour les eaux minérales naturelles (3.2.1 à 3.2.16).

⁷ CX/MAS 10/31/7 (observations de l'Argentine, de la Lituanie et des Philippines) CRD 1 (Rapport du groupe de travail sur l'approbation des méthodes d'analyse et d'échantillonnage), CRD 6 (observations du Kenya et de la Thaïlande), CRD 10 (observations de la Suisse), CRD 24 (liste des méthodes pour les eaux minérales naturelles)

102. Comme la méthode ISO 11885:2007 pour l'antimoine, l'arsenic, le plomb, le sélénium ne comporte pas de limite de détection, elle a été supprimée de la liste des méthodes d'analyse pour ces substances mais conservée pour la détermination d'autres substances lorsqu'elle est conforme aux critères. L'observateur de EFBW a indiqué que cette méthode était couramment utilisée pour l'analyse des eaux minérales et que ses caractéristiques convenaient pour déterminer toutes les substances figurant dans la liste. Le Comité est néanmoins convenu que si la démarche-critères était appliquée et que la limite de détection dépassait la limite maximale, la méthode ne pouvait être acceptée car la sélection était fondée sur les critères. Toutefois, cela ne signifiait pas que la méthode ne pouvait être utilisée dans la pratique ou qu'elle ne convenait pas à cette fin lorsqu'il était possible de respecter les critères du Codex.

103. La norme pour les eaux minérales naturelles se réfère à du « borate exprimé en Bore », il a été précisé que la méthode ISO 9390:1990 détermine le borate alors que les méthodes ISO 11885:2007 et ISO 17294-2:2003 déterminent le B total. On a donc inséré une note pour plus de clarté et conservé les trois méthodes.

104. Le Comité a examiné la liste des méthodes applicables aux substances pour lesquelles aucune limite maximale n'a été fixée, car la norme indique qu'elles « doivent être présentes en quantité inférieure à la limite de quantification »: agents tensioactifs, huile minérale, PCB et hydrocarbures aromatiques polycycliques. Le Comité est convenu que les critères appliqués étaient la fourchette applicable, la limite de détection, RSD_R , et la récupération.

105. S'agissant des agents tensioactifs, il a été clarifié que la norme ISO 7875-1:1996 s'applique aux agents tensioactifs anioniques et utilise du chloroforme et que la norme ISO 7875-2:1984 s'applique aux agents tensioactifs non ioniques. En tenant compte du fait que la première méthode n'a pas fait l'objet d'un essai coopératif et qu'aucune donnée relative à la précision n'était disponible pour la seconde, on a supprimé ces méthodes tout en faisant remarquer qu'elles étaient couramment utilisées pour l'analyse des eaux minérales naturelles.

106. Il a été décidé de préciser que les méthodes ISO et AOAC proposées pour les pesticides s'appliquent aux pesticides organochlorés et aux PCB.

107. Le Comité a débattu de la question du type de méthodes et plusieurs délégations ont proposé d'inscrire ces méthodes comme étant de Type III. Toutefois, il a été convenu que dans le cas de la démarche-critères, aucun type ne devrait être spécifié car la liste indique uniquement que les méthodes respectent les critères.

108. Faisant suite à une demande d'éclaircissement sur le statut des méthodes en vigueur pour les eaux minérales naturelles énumérées dans la norme CODEX STAN 234, il a été noté que certaines de ces méthodes étaient obsolètes et le Comité a décidé que les méthodes actuelles applicables aux substances à visée sanitaire seront remplacées par les méthodes passées en revue à la présente session et présentées selon le modèle utilisé dans le CRD 24.

109. Le Comité a décidé de soumettre les méthodes d'analyse pour les substances à visée sanitaire dans la section 2 de la Norme pour les eaux minérales naturelles pour adoption par la Commission à sa trente-troisième session (voir Annexe II).

RAPPORT D'UNE RÉUNION INTER-INSTITUTIONS SUR LES MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE (Point 8 de l'ordre du jour)⁸

110. Le Secrétaire de la Réunion inter-institutions, M. Richard Cantrill (AOCS), a présenté le rapport de la vingt-deuxième réunion des organisations internationales travaillant dans le domaine des méthodes d'analyse et d'échantillonnage (IAM) tenue le 5 mars 2010. Les participants s'étaient penchés sur les questions figurant à l'ordre du jour du Comité et sur les activités des organisations concernées, dont certaines sont décrites ci-dessous.

111. L'IAM avait examiné la démarche-critères et comment les organisations de normalisation traitent les valeurs HorRat en déterminant l'acceptabilité des méthodes d'analyse contenant des données relatives à la précision.

112. Le Comité a noté que l'atelier IAM/MoniQa sur les méthodes d'analyse du Codex organisé avant la réunion avait eu beaucoup de succès et avait réuni de très nombreux délégués. Les participants avaient été invités à avancer des propositions pour un prochain atelier qui pourrait se dérouler en 2011.

⁸ CRD 2 (Rapport de la vingt-deuxième session des organisations internationales travaillant dans le domaine des méthodes d'analyse et d'échantillonnage (Réunion inter-institutions))

113. Après le débat de la dernière session du Comité sur les méthodes brevetées, l'IAM avait préparé un premier projet de document, présenté dans l'Appendice au CRD 2 pour information. Il y était noté que les méthodes brevetées n'étaient pas clairement définies, que leur utilisation pourrait susciter des préoccupations, notamment parce qu'elles pourraient empêcher la mise au point de techniques nouvelles et meilleures, fausser la compétition entre les fabricants de réactifs et créer des difficultés aux autorités gouvernementales si ces réactifs n'étaient pas rapidement disponibles pour les méthodes officielles. Il a été rappelé que la méthode R5 pour la détermination du gluten illustre certains de ces problèmes car les réactifs n'étaient pas disponibles en général. Plusieurs façons de traiter cette question étaient proposées dans le CRD 2, y compris le recours à la démarche-critères du Codex.

114. La délégation néo-zélandaise a rappelé qu'il avait été proposé précédemment de faire avancer une nouvelle procédure pour l'évaluation des méthodes et s'est déclarée prête à participer aux débats futurs sur cette question.

115. L'observateur de AO ECS a rappelé que la méthode R5 est actuellement la méthode la plus précise du point de vue scientifique, et que si des méthodes différentes étaient autorisées, cela créerait de graves problèmes quant à la manière de traiter différents résultats pour le même échantillon d'aliment: si une méthode détecte une teneur en gluten supérieure à 20mg/kg et qu'une autre méthode en détecte une concentration inférieure à 20mg/kg, il ne sera pas possible de déterminer ou non si l'aliment peut être étiqueté comme étant « exempt de gluten ». De plus, l'observateur a noté qu'une méthode qui sous-estime la teneur en gluten dans les aliments entraîne de graves risques pour la santé des consommateurs intolérants au gluten.

116. Bonne note a été prise du fait que l'IAM poursuivrait son examen des méthodes brevetées, inviterait d'autres que ses membres à y participer et informerait le Comité des faits nouveaux à sa prochaine session.

117. Le Comité a été informé que la norme ISO 5725 était en cours de révision et que le document futur serait composé de quatre parties, à réviser avant la publication, et que les travaux se poursuivaient sur la norme ISO/TC34/SC 16 concernant les « Méthodes horizontales pour l'analyse moléculaire de biomarqueurs ».

118. Le Comité a remercié les organisations internationales participant à la réunion inter-institutions pour leur contribution à ses travaux et l'organisation de l'atelier IAM/MoniQa ainsi que l'Agence hongroise de sécurité sanitaire des aliments pour avoir accueilli l'IAM. Il a été noté que la prochaine réunion de l'IAM se tiendrait avant la trente-deuxième session du Comité.

AUTRES QUESTIONS ET TRAVAUX FUTURS (point 9 de l'ordre du jour)⁹

119. Le Comité n'a pas examiné la question de l'élaboration d'un document de travail sur les Directives pour le règlement des litiges portant sur les résultats analytiques (essais) (voir point 1 de l'ordre du jour) sous ce point de l'ordre du jour étant donné qu'elle était traitée de manière plus appropriée lors du débat sur l'incertitude de l'échantillonnage (voir point 6 de l'ordre du jour).

DATE ET LIEU DE LA PROCHAINE SESSION (point 10 de l'ordre du jour)

120. Le Comité a été informé que la trente-deuxième session du Comité devrait se tenir en Hongrie du 7 au 11 mars 2011 et que la date et le lieu exacts seraient fixés par le pays hôte et le Secrétariat du Codex.

⁹ CRD 7 (Directives pour le règlement des litiges portant sur les résultats analytiques (essais): questions soulevées par le Brésil concernant ce document)

ÉTAT D'AVANCEMENT DES TRAVAUX

Objet	Étape	Mesure à prendre par	Référence dans le document ALINORM 10/32/23
Projet de lignes directrices relatives aux critères de performance et à la validation des méthodes de détection, d'identification et de quantification de séquences d'ADN spécifiques contenues dans les aliments	5/8	Gouvernements 33 ^{ème} session de la Commission	par. 33 Annexe III
Approbation des dispositions relatives aux méthodes d'analyse figurant dans les normes Codex, y compris les méthodes d'analyse pour les eaux minérales naturelles		Gouvernements 33 ^{ème} session de la Commission	par. 57-82 Annexe II
Avant-projet de révision des directives sur l'incertitude de mesure	5	Gouvernements 32 ^{ème} session du CCMAS	par. 56 Annexe IV
Orientations générales pour l'examen des procédures pour l'évaluation de la conformité et le règlement des litiges, l'incertitude de mesure et de l'échantillonnage et autres questions connexes		Brésil/Nouvelle-Zélande/ Gouvernements 32 ^{ème} session du CCMAS	par. 98

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

Chairperson: **Prof. Dr. Árpád Ambrus**
Président: Hungarian Food Safety Office
Presidentente: Gyáli út 2-6.
Budapest, HU-1097
T: +36 1 439 0356
F: +36 1 387 9400
e-mail: arpad.ambrus@mehib.gov.hu

Vice-Chairperson: **Dr. Béla Kovács**
Vice-Président: associate professor
Vicepresidentente: University of Debrecen, Institute of Food Science,
Quality Assurance and Microbiology
Böszörményi Street 138, Debrecen
Böszörményi u.138. HU-4032 Debrecen
T: +36305476600
F: +3652417572
e-mail: kovacsb@agr.unideb.hu

**MEMBER COUNTRIES
PAYS MEMBRES
PAÍSES MIEMBROS**

ALGERIA
ALGÉRIE
ARGELIA

Mrs. Hafida Moudjed
Chef de service du Laboratoire
Institut National de la Protection des Végétaux
16000, Cité mer soleil BTD No 33, Hussein-Dey
Tel.: +0773471334
Fax: +215151231
e-mail: moudjedphytopharmacie@hotmail.fr

ANGOLA
ANGOLA
ANGOLA

Dr. Lídia Garcia Júnior Morais
2nd Executive Secetaire of Codex Angola
Ministério da Agricultura, Largo Antonio Jacinto
°ANDAR
Tel.: +244923316678
Fax: +2442222323724
e-mail: lidiamorais43@hotmail.com

ARGENTINA
ARGENTINE
ARGENTINA

Mrs. Veronica Maria Torres Leedham
DILAB-SENASA - MAGYP
Paseo Colón 315, 4to piso-DPTO E,
Buenos Aires
Tel.: +541141215028
00541141215029
e-mail: vtorres@senasa.gov.ar

Dr. Nora Angelini
DILAB- SENASA- MAGYP
Av. Paseo Colon 4P-E,
Buenos Aires
Tel.: + 54-11-4121-5028
Fax: +54-11-4121-5029
e-mail: nangelin@senasa.gov.ar

Prof. Martin Alfredo Lema
Policy Especialist
Ministry of Agriculture, Livestock and Fisheries
Av. Paseo Colón 922, piso 2, of. 247 C1063ACW,
Buenos Aires
Tel.: +54-11- 4349-2070
Fax: +54-11- 4349-2178
e-mail: mlema@minagri.gob.ar

AUSTRALIA
AUSTRALIE
AUSTRALIA

Mr. Richard Coghlan

National Measurement Institute, Department of
 Innovation, Industry, Science and Research
 PO Box 385, PYMBLE NSW 2073
 Tel.:+61 2 9449 0161
 Fax:+61 2 9449 1653
 e-mail:richard.coghlan@measurement.gov.au

Ms. Karina Budd

National Residue Survey, Australian Government
 Department of Agriculture, Fisheries and Forestry
 GPO Box 858, CANBERRA ACT 2601
 Tel.:+61 2 6272 5795
 Fax:+61 2 6272 4023
 e-mail:karina.budd@daff.gov.au

D.r Kerry Emslie

National Measurement Institute, Department of
 Innovation, Industry, Science and Research
 PO Box 385, PYMBLE NSW 2073
 Tel.:+ 61-2-9449-0141
 Fax:+61 2 9449 1653
 e-mail:kerry.emslie@measurement.gov.au

Mr. John Widdowson

Manager, Chemical Testing*
 National Association of Testing Authorities Australia,
 71-73 Flemington Road
 NORTH MELBOURNE VIC 3057
 Tel.:+61 3 9329 1633
 Fax:+61 3 9326 5148
john.widdowson@nata.com.au

AUSTRIA
AUTRICHE
AUSTRIA

Mr. Thomas W. Kuhn

Austrian Agency for Health and Food Safety
 Tel.:+43 50555326000
 Fax:+43 5055532630
 e-mail:thomas.kuhn@ages.at

BELGIUM
BELGIQUE
BÉLGICA

Mr. Rudi Vermeylen

Belgian Federal Agency for the Safety of the Food
 Chain
 AC-Kruidtuin-Food Safety Center, Kruidtuinlaan 55 B
 1000
 Tel.:+32-22118732
 Fax:+32-22118739
 e-mail:rudi.vermeylen@favv.be

BRAZIL
BRÉSIL
BRASIL

Mr. Hoeck Miranda

Regulation and Health Surveillance Specialist
 Brazilian National Health Surveillance Agency
 SIA Trecho 5, Área Especial 57.Bloco Dandar-CEP
 71.205-050, Brasilia
 Tel.:+55-61-3462-5471
 Fax:+55-61- 3462 - 5469
 e-mail:hoeck.miranda@anvisa.gov.br

Prof. Dr. Roberto Gonçalves Junqueira

Universidade Federal de Minas Gerais-UFGM
 Av. Antonio Carlos 6627
 31270-010 Belo Horizonte/MG
 Tel.:+5513409613
 Fax:+55124096989
 e-mail:rjunqueira@ufmg.br

Mrs. Marta Severo

Agropecuária Federal Fiscal , Ministry of Agriculture
 and Livestock and Supply
 Estrada da Ponta Grossa nº 3036, Porto Alegre
 Tel.:+555132482133
 Fax:+55 51 3286 6399
 e-mail:mpfsevero@gmail.com

Mrs. Maria de Fátima Paz

Ministry of Agriculture, Livestock and Supply
 Av. Almirante Barroso 5384, Castanheira Zip Code-
 66645-250 Belém/Pará
 Tel.:+5591 3243-3355
 Fax:+559 132 433 355
 e-mail:maria.paz@agricultura.gov.br

Prof. Dr. Shirley Abrantes

INCQS/FIOCRUZ
 Av. Brasil 4365, Manguinhos, Rio de Janeiro
 Tel.:+552138655124
 Fax:+552122900915
 e-mail:shirley.abrantes@incqs.fiocruz.br

BURKINA FASO
BURKINA FASO
BURKINA FASO

Mr. Karim Koudougou

Director of Food Control and Applied Nutrition
 National Laboratory of Public Health
 09BP 24, Ouagadougou
 Tel.:+22 678 837 299
 Fax:+226 50 37 2430
 e-mail:krmkdg@yahoo.fr

BHUTAN
BHOUTAN
BUTÁN

Mr. Jamyang Phuntsho
 Chief Laboratory Officer
 Bhutan Agriculture and Food Regulatory Authority
 Ministry of Agriculture and Forest
 Thimphu, Bhutan
 Tel.: +9752333667
 Fax: +9752333668
 e-mail: jamphuntso@hotmail.com

CANADA
CANADA
CANADÁ

Mr. Stan Bacler
 National Manager
 Food Chemistry Laboratory Programs,
 Canadian Food Inspection Agency
 1400 Merivale Road, Tower 1, 3rd Floor,
 Room 104
 Ottawa, Ontario
 Tel.: + (613) 773-5308
 Fax: + (613) 773-5589
 e-mail: stan.bacler@inspection.gc.ca

CHILE
CHILI
CHILE

Ms. Nuri Gras Rebolledo
 Gerente Technico Laboratorio Labser Ltda.
 Camino Vecinal 950 ruta H 30
 Rancagua Chile
 Tel.: +56-9-77667111
 56-72-339237
 e-mail: nuri.gras@labser.cl

CHINA
CHINE
CHINA

Mr. Li Qiang
 Engineer
 China National Institute of Standardization
 No.4 Zhi Chun Road, Hai Dian District, Beijing,
 China, 100088
 Tel.: +861058811643
 861058811643
 e-mail: liqiang@cnis.gov.cn

Prof. Yang Dajin
 supervisor
 Institute of Nutrition and Food Safety, China CDC
 No 7, Panjiayuan Nanli, Chaoyang District, Beijing
 Tel.: +86-10-67779768
 86-10-67711813
 e-mail: ydj66513@sina.com

Dr. Sik-man Choi
 Senior Chemist (Food Chemistry)
 43/F, Queensway Government Offices, 66 Queensway,
 Hong Kong
 Tel: + 852 2867 5022
 Fax: +852 2893 3547
 e-mail: smchoi@fehhd.gov.hk

Mr. Wai-cheung Chung
 Senior Chemist (Food Research Laboratory)
 382 Nam Cheong Street, Shek Kip Mei, Kowloon,
 Hong Kong
 Tel.: +852 2319 8439
 Fax: +852 2776 4335
 e-mail: swcchung@fehhd.gov.hk

CUBA
CUBA
CUBA

Ms. Maria Antonia Marrero Jorcano
 Engineer
 S.I.S. CUBACONTROL S.A.
 Conill N° 580 esq. Ave. 26. Nuevo Vedado. Plaza.
 C.P.10600., Ciudad de La Habana
 Tel.: +53-7-855-5720 ext. 245
 53-7-855-5730
 e-mail: mariamj@cubacontrol.com.cu

Mr. Fernandez Gil Nelson
 Master in Science & Food Technology
 S.I.S. CUBACONTROL S.A.
 Ave. 19-A N° 21426. Atabey. Playa. C.P. 11600,
 Ciudad de La Habana
 Tel.: +53-7-271-1332
 53-7-855-5730
 e-mail: nelsonfg@laboratorio.cubacontrol.com.cu

Mrs. Taimi Valdes Rojas
 Master in Science
 CNICA – MINAL
 Ave. Rancho Boyeros Km. 3½. Cerro. C.P. 13400,
 Ciudad de La Habana
 Tel.: +53-042-204231
 53-7-6427166
 e-mail: cnicavc@enet.cu

CZECH REPUBLIC
RÉPUBLIQUE TCHÈQUE
REPÚBLICA CHECA

Mr. Martin Kubik
 Czech Agriculture and Food Inspection Authority
 Za Opravnou 300/6, Praha 5
 Tel.: +420257199550
 +420257199541
 e-mail: martin.kubik@szpi.gov.cz

Ms. Jana Dobešová

Ing. Bc
Ministry of Agriculture of the Czech Republic
Těšnov 17, 117 05, Praha 1
Tel.:+420 221 812 365
420 222 314 117
e-mail:jana.dobesova@mze.cz

Mr. Jindřich Fialka

Ministry of Agriculture of the Czech Republic
Těšnov 17, 117 05, Praha
Tel.:+420 221 812 465
420 222 314 117
e-mail:jindrich.fialka@mze.cz

EUROPEAN UNION
UNION EUROPÉENNE
UNIÓN EUROPEA

Mr. Jerome Lepeintre

Deputy Head of Unit
European Union
Rue Froissart 101 -Office 02/62, Brussels
Tel.:+3222993701
Fax:+3222998566
e-mail:Jerome.lepeintre@ec.europa.eu

Mr. Marco Mazzara

Institute for Health and Consumer Protection,
European Commission –
Joint Research Centre, Community Reference
Laboratory for GM Food and Feed,
Molecular Biology and Genomics Unit
Tel.:+39 0332 78 577
Fax:+39 0332 78 9333
e-mail:Marco.Mazzara@jrc.ec.europa.eu

Prof. Franz Ulberth

Head of Unit
European Commission – Joint Research Centre
Retieseweg 111 Geel, Belgium
Tel.:+32-14-571316
Fax:+32-571 783
e-mail:franz.ulberth@ec.europa.eu

FRANCE
FRANCE
FRANCIA

Mr. Pascal Audebert

Point de Contact du Codex alimentarius en France
Premier Ministre - Secrétariat général des Affaires
Européennes
2, Boulevard Diderot, 75572 PARIS cedex 12
Tel.:+33 1 44 87 16 03
Fax:+33 1 44 87 16 04
e-mail:pascal.audebert@sgae.gouv.fr

Mrs. Jennifer Huet

CNIEL, project manager
CNIEL
Rue de Chateaudun,753614 Paris, France
Tel.:+333(0)149707108
Fax:+33142806345
e-mail:jhuet@cniel.com

Mr. Gérard Philippe Grimm

Directeur
Service Commun des Laboratoires (Lyon)
SCL MEFE -LABORATOIRE D'OULLINS, 10
Avenue des Saules
B.P. 74 – 69922 OULLINS CEDEX
Tel.:+33.4.72.39.51.60
Fax:+33.4.72.39.51.81
e-mail:Gerard.grimm@scl.finances.gouv.fr

GERMANY
ALLEMAGNE
ALEMANIA

Dr. Gerd Fricke

Head of Department
Federal Office of Consumer Protection and Food
Safety
Mauerstraße 39-42, 10117 Berlin
Tel.:+49 (0)30 18444 10000
Fax:+49 (0)30 18444 10009
e-mail:gerd.fricke@bvl.bund.de

Dr. Carolin Stachel

Head of Unit
Federal Office of Consumer Protection and Food
Safety
Mauerstraße 39-42, 10117 Berlin
Tel.:+49 (0) 30 18412 2388
49 (0) 30 18412 2300
e-mail:carolin.stachel@bvl.bund.de

Mr. Hermann Broll

Federal Institute for Risk Assessment (BfR)
Thielallee 88-92, Berlin
Tel.:+49 30 8412 3639
e-mail:hermann.broll@bfr.bund.de

Dr. Claus Wiezorek

Chemisches und Veterinäruntersuchungsamt MEL
Joseph-König Strasse 40, 48147 Münster
Tel.:+49-251-9821-237
Fax:+251-9821-7237
e-mail:claus.wiezorek@cvua.mel.de

Dr. Joachim Bollmann

advisor
Federal Ministry of Food, Agriculture and Consumer
Protection
Rochustr. 1 Bonn D-53123
Tel.:+49(0) 228 – 99529 3784
Fax:+49(0) 228 – 99529 3743
e-mail:Joachim.Bollmann@bmelv.bund.de

GHANA
GHANA
GHANA

Mrs. Marian Ayikuokor Komey
 Food and Drugs Board
 BOX CT 2783, Cantonment, Accra
 Tel.:+233-20-8560185 +233-272134912
 +233-21-673864
 e-mail:riankom@yahoo.com

HONDURAS
HONDURAS
HONDURAS

Dr. Henry Andrade
 Director General de Salud Regulacion Sanitaria
 Secretaria de Estado de Honduras
 B El Centro anexo I Edificio de Salud, Tegucigalpa
 MOC
 Honduras C.A.
 Tel.:+237-7659;237-1141, +237-2726999703195
henrydandrade40@hotmail.com

HUNGARY
HONGRIE
HUNGRÍA

Szegedyné Fricz Ágnes,
 Head of Division*
 Ministry of Agriculture
 Kossuth Tér 11, 1055 Budapest
 Tel.:+36 1 3014177
 36 1 301 4808
agnes.fricz@fvm.gov.hu

Dr. Tamás János Szigeti
 Wessling Hungary Ltd
 1047 Budapest, Fóti út 56
 Fax:+36-30-3969109
 e-mail:szigeti.tamas@wessling.hu

Palotásné Gyöngyösi Ágnes
 Chief Counsellor
 Ministry of Agriculture
 Kossuth Tér 11, 1055 Budapest
 Tel.:+36 1 3014040
 36 1 301 4808
agnes.gyongyosi@fvm.gov.hu

Vörös Attila
 Abstractor
 Ministry of Agriculture
 Kossuth Tér 11, 1055 Budapest
 Tel.:+36 1 3014305
 39 1 301 4808
attila.voros@fvm.gov.hu

Ms. Éva Sugár
 Bioengineer
 Central Agricultural Office, Food & Feed Safety
 Directorate
 Mester u. 81. Budapest, 1097
 T: +36 1 456 3010
 F: +36-1-216-1574
 e-mail: sugar.eva@gmail.com

Ms. Katalin Tardos
 Hungarian Food Safety Office
 Gyáli út 2-6. Budapest, 1097
 T: +36 1 368-8815 ext.110
 F: +36 1 387 9400
 e-mail: katalin.tardos@mebih.gov.hu

INDONESIA
INDONÉSIE
INDONESIA

Dr. Amir Partowiyatmo
 National Standardization Agency of Indonesia
 Tel.:+6221 574 7043
 e-mail:amir_p@bsn.go.id

Mr. Kukuh S. Achmad
 National Standardization Agency of Indonesia
 Tel.: +62 215747043
 e-mail:kukuh@bsn.go.id

Prof. Dr. Winiati P. Rahayu
 National Agency of Drug and Food Control
 Tel.: + +62 21 42887351
 e-mail: wini_a@hotmail.com

Dr. Sutanti Siti Namtini
 National Agency of Drug and Food Control
 Tel.: +62 214245075
 e-mail:namtini@yahoo.com

Ms. Shinta Hapsari
 Third Secretary Indonesian Embassy
 Tel.: +361 4133800
 Fax: +361 3228669
 e-mail:hapsarishinta@yahoo.com

IRELAND
IRLANDE
IRLANDA

Mr. Dermot Hayes
 State Chemist
 State Laboratory
 Young's Cross, Celbridge, Co. Kildare
 Tel.: +353-1-5057014
 Fax:+353-1-5057070
 e-mail:dhayes@statelab.ie

ITALY
ITALIE
ITALIA

Mr. *Ciro Impagnatiello*

Ministero Delle Politiche Agricole Alimentari e Forestali
 Via 20 Settembre 20, 00187 Roma, Italy
 Tel.: +39 06 656 046
 Fax: +39 06 4880273
 e-mail: c.impagnatiello@politicheagricole.gov.it

Mr. *Orazio Summo*

Ministero delle Politiche Agricole Alimentari e Forestali
 Via 20 Settembre 20 Roma, 00187 Italy
 Tel.: +39 06 656 047
 Fax: +39 064880273
 e-mail: o.summo@politicheagricole.gov.it

JAPAN
JAPON
JAPÓN

Dr. *Yukiko Yamada*

Deputy Director General
 Ministry of Agriculture, Forestry and Fisheries
 1-2-1Kasumigaseki Chiyoda-ku, 100-8950, Tokyo,
 Tel.: +81-3-3502-8095
 Fax: +81-3-3502-0389
 e-mail: yukiko_yamad@nm.maff.go.jp

Dr. *Takanori Ukena*

Associate Director
 Ministry of Agriculture, Forestry and Fisheries
 1-2-1Kasumigaseki Chiyoda-ku 100-8950, Tokyo,
 Tel.: +81-3-3502-5722
 Fax: +81-3-3597-0329
 e-mail: takanori_ukena@nm.maff.go.jp

Mr. *Taku Ohhara*

Deputy Director
 Ministry of Health, Labour and Welfare
 1-2-2, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo
 Tel.: +81-3-3595-2337
 Fax: +81-3-3503-7964
 e-mail: codexj@mhlw.go.jp

Ms. *Noriko Iseki*

Senior Technical Officer, International Affairs-Food Safety & Codex
 Ministry of Health, Labour and Welfare
 1-2-2, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo
 Tel.: +81-3-3595-2326
 Fax: +81-3-3503-7965
 e-mail: codexj@mhlw.go.jp

Dr. *Takahiro Watanabe*

Section Chief
 National Institute of Health and Sciences
 1-18-1, Kamiyoga, Setagaya-ku, Tokyo, 158-8501
 Tel.: +81 3 3700 1141
 Fax: +81337076950
 e-mail: tawata@nihs.go.jp

Dr. *Rieko Matsuda*

Director
 National Institute of Health and Sciences
 1-18-1, Kamiyoga, Serragayaku, Tokyo
 Tel.: +81 3 3700 2158
 Fax: +81337009348
 e-mail: matsuda@nih.go.jp

Mr *Toshiaki Sugimoto*

Technical Advisor
 Japan Food Hygiene Association
 52-1, Motoyoyogi-cho, Shibuya-ku, Tokyo 151-0062,
 Tokyo
 Tel.: +81-3-3469-7131
 Fax: +81-3-3469-7266
 e-mail: sugimototo@jfrl.or.jp

Mr. *Makoto Inoue*

Technical Advisor
 Japan Food Hygiene Association
 Tokyo, 2-6-1 Junguuma, Shibuyaku, Tokyo
 Tel.: +81-3-34032111
 Fax: +81-3-3478 0059
 e-mail: m_inoue@jffic.or.jp

Dr. *Keigo Saeki*

Technical Advisor
 Departement of Community Health and Epidemiology,
 Nara Medical University School of Medicine
 840 Shijo-cho, Kashihara, Nara
 Tel.: +81 744 29 8841
 Fax: +81 744 29 0673
 e-mail: ksaeki@ares.eonet.ne.jp

KENYA

KENYA

KENIA

Mr. *Robert Koigi*

Analytical Chemist
 Kenya Plant Health Inspectorate Service
 P.O BOX 49592- 00100 NAIROBI
 Tel.: +722427112
 e-mail: rkoigi@kephis.org

Mrs. *Felista Kerubo Nyakoe*

Manager, Testing Services, Food and Agriculture Laboratory
 Kenya Bureau of Standards
 P.O BOX 54974-00200 NAIROBI
 Tel.: +2540206948446
 Fax: +254-020604031
 e-mail: kerubof@kebs.org

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

Dr. Jaeho Ha

doctor
 Korea Food Research Institute
 516 Baekhyeon, Bundang, Seongnam
 Tel.: +82 31 780 9127
 Fax: +82 31 780 9280
 e-mail: jhkfri@kfri.re.kr

Ms. Jung-Eun Lee

Senior Researcher
 Korea Food And Drug Administration.(KFDA)
 (122-704) 194 Tongil-ro, Eunpyung-ku, Seoul
 Tel.: +82-2-380-1699, 1706
 Fax: +82-2-382-4892
 e-mail: jelee09@korea.kr

Ms. Hye-Jeong Kim

Scientific Officer*
 Korea Food And Drug Administration.(KFDA)
 (122-704) 194 Tongil-ro, Eunpyung-ku Seoul
 Tel.: +82-2-380-1699, 1706
 Fax: 82-2-382-4892
 e-mail: flowdeer@korea.kr

Dr. Dong-Sul Kim

Chief of Food Contaminants Division*
 Korea Food And Drug Administration.(KFDA)
 (122-704) 194 Tongil-ro, Eunpyung-ku Seoul
 Tel.: 82-2-380-1669
 Fax: 82-2-357-4735
 e-mail: dongsul@korea.kr

Mrs. Hyun-Seon Kim

Administrative Deputy Director
 Korea Food And Drug Administration.(KFDA)
 (122-704) 194 Tongil-ro, Eunpyung-ku Seoul
 Tel.: +82-2-380-1538, 1539
 Fax: 82-2-352-9443
 e-mail: canda3000@korea.kr

Mr. Byeung-Kon Shin

Research Scientist
 Gyeongbuk, NAQS, MIFAFF
 892-1, Dongchung-dong, Buk-gu, Daegu
 Tel.: +82-53-320-5391
 Fax: 82-53-327-0588
 e-mail: sbkon1@naqs.go.kr

Mrs Kyeong-Ae Son

Research Scientist
 Rural Development Administration
 National Academy of Agricultural Science, 249
 Seodun-dong, Gwonseon-gu; Suwon
 Tel.: +82-31-290-0516
 Fax: 82-31-290-0506
 e-mail: sky199@korea.kr

Mrs. Hyun-jeong Cho

Research Scientist
 Experiment & Research institute, NAQS, MIFAFF
 560, 3-ga, Dangsang-dong, Yeongdeungpo-gu, Seoul
 82-2-2165-6115
 Fax: 82-2-2165-6006
 e-mail: jung@naqs.go.kr
 e-mail: soomuk@korea.kr

Dr. Meekyung Kim

Senior Research Scientist
 National Veterinary Research and Quarantine Service
 335 Joongangro, Anyang
 Tel.: +82-31-467-1982
 Fax: 82-31-467-1897
 e-mail: kimmk@nvrqs.go.kr

Ms. Hyunjung Park

Scientific Officer
 National Veterinary Research and Quarantine Service
 335 Joongangro, Anyang
 Tel.: +82-31-467-1996
 Fax: 82-31-467-1989
 e-mail: parkhj@nvrqs.go.kr

LIBYAN ARAB JAMAHIRIYA
JAMAHIRIYA ARABE LIBYENNE
JAMAHIRIYA ÁRABE LIBIA

Dr. Samira Yahia

Veterinarian-Atomic absorption spectrometer lab
 Animal health department - International Organization
 8352-Tripoli
 Tel.: +925588572
 Fax: +9255831027
 e-mail: shiry_libya@yahoo.com

MOROCCO

MAROC

MARRUECOS

Mrs. Nadia Maata

Chef du Service
 Laboratoire officiel d'Analyses et de Recherches
 Chimiques de Casablanca;
 Tel.: +00212 2664770969
 e-mail: maata.loac@yahoo.fr

Dr. Taoufiq Bouzid

Directeur du Laboratoire
 Régional d'Analyse et de Recherche
 ONSSA
 Agadir, Maroc
 Tel.: +00212661743647
 e-mail: tbouzid05v@hotmail.com

Mr. Rahlaoui Mounir

Responsable de laboratoire à l'Etablissement
 Autonome de Contrôle et de Coordination des
 exportations
 Tel.: +00212618532323
 e-mail: rahlaoui@eacce.org.ma, mrahlaou@yahoo.fr

THE NETHERLANDS**PAYS-BAS****PAÍSES-BAJOS*****Dr. Saskia van Ruth***

RIKILT, Wageningen UR
 P.O. Box 230, Wageningen
 Tel.:+31-317-480250
 Fax:+31-317-417717
 e-mail:saskia.vanruth@wur.nl

Dr. Henk van der Schee

Senior Surveyance Officer
 Food and Consumer Product Safety Authority
 Hoogte Kadijk 401, 1018BK Amsterdam
 Tel.:+31 205 344 702
 Fax:+31 205 344 700
 e-mail:henk.van.der.schee@vwa.nl

NEW ZEALAND**NOUVELLE-ZÉLANDE****NUEVA ZELANDA*****Mr. Phillip Fawcett***

Senior Programme Manager (International Standards)
 NZ Food Safety Authority
 Jervois Quay, Wellington
 Tel.:+64-894-2656
 Fax:+64-894-2675
 e-mail:phil.fawcett@nzfsa.govt.nz

Mr. Roger Kissling

Statistician
 Fonterra Co-operative Group
 Cambridge, New Zealand,
 Tel.:+6478233706
 Fax:+6478279699
 e-mail:roger.kissling@fonterra.com

Dr. Paul Dansted

Principal Advisor (chemicals)
 NZ Food Safety Authority
 P.O. Boks 2835, Wellington
 Tel.:+6478942536
 Fax:+6478942530
 e-mail:paul.dansted@nzfsa.govt.nz

NIGERIA**NIGÉRIA****NIGERIA*****Mrs. Stella Agegbu Denloye***

Director Laboratory Services
 National Agency for Food, Drugs Administration and Control
 3-4 Apapa - Oshodi Express Way, Oshodi, Lagos.
 Tel.:+234-8023118986
 e-mail:denloye.s@nafdac.gov.ng

Mrs. Abiodun Adeola Falana

Deputy Director
 National Agency for Food and Drug Administration
 and Control (NAFDAC)
 3 - 4 Oshodi/Apapa Expressway, Oshodi, Lagos
 Tel.:+234-8023029727
 e-mail:falana_abiodun@yahoo.com

Mrs. Yeside Egunola Mary Akinlabi

Chief Standards Officer
 Standards Organisation of Nigeria
 Plot 1687, Lome Street, Wuse Zone 7, Abuja
 Tel.:+234-8033139563
 e-mail:yeside_makinlabi@yahoo.co.uk

NORWAY**NORVÈGE****NORUEGA*****Mrs. Marianne T. Werner***

Research scientist
 National Veterinary Institute
 P.O.Box 750 Sentrum, Oslo
 Tel.:+47 23 21 62 21
 Fax:+47 23 21 62 01
 e-mail:Marianne.werner@vetinst.no

Mrs. Astrid Nordbotten

Senior Adviser
 Norwegian Food Safety Authority, Head Office
 P.O. Box 5333 Majorstua, N-0304, Oslo
 Tel.:+4 723 216 698
 Fax:+4 723 217 001
 e-mail:Astrid.Nordbotten@Mattilsynet.no

PANAMA**PANAMA****PANAMÁ*****Ms. Leticia G. de Núñez***

Química con Maestría en Ciencias de Alimentos
 e-mail:letician@ancon.up.ac.pa;
li_nunez@hotmail.com

PHILIPPINES**PHILIPPINES****FILIPINAS*****Dr. Amelia Tejada***

Director
 Food Development Center- National Food Authority
 FTI cor. DBP Avenue, FTI Complex , Taguig City
 Tel.:+63-2- 8384715
 Fax:+63-2-838-4692
 e-mail:awtejada@yahoo.com

Ms. Luz Padilla

Supervising Research Specialist
 Food Development Center (FDC), National Food
 Authority (NFA)
 FTI cor. DBP Avenue, FTI Complex ,Taguig City
 Tel.:(+632) 838-4478
 Fax:+(+632) 838-4692
 e-mail:luzpadilla1@yahoo.com

Ms. Karen Kristine Roscom

Chief Science Research Specialist
 Bureau of Agriculture and Fisheries Product Standards
 (BAFPS),
 Department of Agriculture (DA)
 Bureau of Plant Industry (BPI) Compound, Visayas ,
 Quezon City, Philippines
 Tel.:(+632)456-6552
 Fax:(+632)456-6552
 e-mail:bafpsda@yahoo.com.ph

POLAND**POLOGNE****POLONIA****Mrs. Krystyna Starska**

National Institute of Public Health – National Institute
 of Hygiene
 Chocimska 24 , City: 00-791 Warsaw
 Tel.:+48 22 5421362
 Fax:+47 22 5421225
 e-mail:kstarska@pzh.gov.pl

Mrs. Magdalena Swiderska

Agricultural and Food Quality Inspection
 Wspolna 30 st, 00-930 Warsaw
 Tel.:+48226232900
 Fax:+48226232999
 e-mail:kodeks@ijhars.gov.pl

SAUDI ARABIA**ARABIE SAOUDITE****ARABIA SAUDITA****Dr. Mustafa Gassem**

Director of Laboratories
 Saudi Food and Drug Authority
 3292 Northern Ring Rd. Annafal District 13312-6288,
 Riyadh
 Tel.:+96612759222 ext.3111
 Fax:+96612757238
 e-mail:mgassem@sfd.gov.sa

Dr. Mohammed Al-Ghonaim

Bottled water plants head inspector
 Saudi Food and Drug Authority
 3293 Northern Ring Rd.
 Annafal District 13312-6288, Riyadh
 Tel.:+96612759222 ext.3191
 Fax:+96612757238
 e-mail:mighonaim@sfd.gov.sa

Mr. Mushary Al-Dakheel

Director General of Nutrition
 Ministry of Health, Saudi Arabia
 Tel.:+966505417994
 Fax:+96614645536
 e-mail:mushary100@hotmail.com

Prof. Mohammed Zaid Al Julaiifi

Director vet. laboratory ad
 Ministry of Agriculture
 P.O.Box 31623 11418, Riyadh
 Tel.:+96614044555;966505418012
 Fax:+9666614044265
 e-mail:mzaljulaifi@yahoo.com

SLOVAK REPUBLIC**RÉPUBLIQUE DE SLOVAQUIE****REPUBLICA DE ESLOVAQUIA****Mrs. Iveta Vojsová**

Dipl.ing.Head of Department of Chemistry and
 Toxicology
 State Veterinary and Food Institute Bratislava
 Botanicka 15, Bratislava SK-842-52
 Tel.:+421 2 602580322
 Fax:+421 2 654 23 525

SPAIN**ESPAGNE****ESPAÑA****Dr. José Ramon García Hierro**

Coordinador de Área,Subdirección Gral. de
 Laboratorios Agroalimentarios, Ministerio de Medio
 Ambiente, Medio Rural y Marino
 Carretera de la Coruña km 10,700, Calle/ Casiopea s/n
 28024
 Tel.:+34-91.3.47.49.66
 Fax:+34-91.3.47.49.68
 e-mail:joseramon.garcia@mapya.es

Ms. Teresa M. Legarda

Head of Section
 Spanish Food Safety and Nutrition Agency
 Centro Nacional De Alimentación, 28220 –
 Majadahonda (Madrid)
 Tel.:+34.918223107
 Fax:+34.915097913
 e-mail:tlegarda@msps.es

Dr. Pedro A. Burdaspal

Head Of Chemical Area
 Spanish Food Safety And Nutrition Agency
 Centro Nacional De Alimentación, 28220 –
 Majadahonda (Madrid)
 Tel.:+34.918223010
 Fax:+34.915097913
 e-mail:pburdaspal@msps.es

Mrs. Pilar Velazquez Gaztelu

Administrator
 Council of the European Union (EU)
 Rue de la Loi 175, Brussels, 1048
 Tel:+3222816628
 Fax:+3222817928
 e-mail:pilar.velazquez@consilium.europa.eu

Ms. Katinka van der Jagt

Administrator
 Council of the European Union (EU)
 Rue de la Loi 175, Brussels, 1049
 Tel:+3222819961
 Fax:+3222816198
katinka.vanderjagt@consilium.europa.eu

SRI LANKA**SRI LANKA****SRI LANKA*****Mr. Tiburtious Rufus Nihal Mapitigama Lianarachchi***

Government analyst
 Departement of Government Analyst
 Independence Square, Colombo 07
 Tel.:+940 112 699 846
 Fax:+940112692309
 e-mail:govtanal@sltnet.lk

SWEDEN**SUÈDE****SUECIA*****Dr. Ulla Edberg***

Head of Chemistry Division 2 , Research &
 Development Department
 National Food Administration
 Box 622 , SE-751 26 Uppsala, Sweden
 Tel.:+4618175660
 e-mail:Ulla.Edberg@slv.se

Mr. Lars Jorhem

Senior Chemist, Chemsitry Division 2, Research &
 Development Department
 National Food Administration
 Box 622 , SE-751 26 Uppsala, Sweden
 Tel:+4618175500
 e-mail:lars.jorhem@slv.se

SWITZERLAND**SUISSE****SUIZA*****Mr. Gérard Gremaud***

Division sécurité d'alimentaire
 Office fédéral de la santé publique
 CH-3003 Bern
 Tel:+31-3229556
 Fax:+41 31 322 9574
 e-mail:gerard.gremaud@bag.admin.ch

Dr. Erik Konings

Nestlé Research Center, Method Management Group -
 Quality Safety Departement
 P.O.Box 44,CH-1000 Lausanne 26
 Tel:+41-21-785 8232
 Fax:+41-21-786 8553
 e-mail:erik.konings@rdls.nestle.com

SYRIA**SYRIE****SIRIA*****Mr. Nedal Adra***

Vice Head of Alimentary Department
 Syrian Arab Organization for Standadization and
 Metrology (SASMO), Damascus, Syria
 Tel:+00963114527157 / 57
 Fax:+0963114528214
 e-mail:nedal1966@maktoob.com

TANZANIA**TANZANIE****TANZANIA*****Mrs. Agnes Mnene***

Principal Quality Assurance Officer
 Tanzani Bureau of Standards
 PO Box 9524? Dar-es-salaam
 Tel.:+255 22 2450206, 255 754 562850
 Fax:+255 22 2450959
 e-mail:anjaumnene@gmail.com;
agymnene@yahoo.co.uk;info@tbstz.org

Mrs. Perpetua Mary Hingi

Tanzania Embassy in Rome, Italy, 00135 Rome
 Tel.:+300633485820
 Fax:+300633485828
 e-mail:mhingi@yahoo.co.uk

THAILAND**THAÏLANDE****TAILANDIA*****Dr. Wimolporn Thitisak***

Director, Bureau of Quality Control of Livestock
 Products
 91 Tiwanon Rd., Mu 4, Bangkadi, A. Muang
 Pathumthani, Thailand 12000
 Tel: +662-967-9741
 Fax: +662-967-9755
 e-mail: wimolporn2000@yahoo.com

Ms. Chitrlada Booncharoen

Standards Officer
 Ministry of Agriculture and Cooperatives
 50 Pharolythin rd. Chatuchalk, Bangkok 109000
 Tel.: +662 561 2277
 Fax: +662 561 3357 - +662 561 3373
 e-mail: chitrlada@acfs.go.th, chitr@hotmail.com

Ms. Chanchai Jaengsawang

Department of Medical Sciences
 Tiwanon Road, Huang Nonthaburi 11000
 e-mail: chan48@ymail.com

Ms. Jariya Pucharoen

Food Technologist
 Department of Fisheries, Ministry of Agriculture and Cooperatives
 Tel.: +66-34-457423
 Fax: +66-34-857192
 e-mail: jpucharoen1@yahoo.com

Ms. Tipawan Ningnoi

Department of Medical Sciences, Ministry of Public Health
 Tiwanon Rd. Huang Nonthaburi 11000
 Tel.: +66-2-9510000 ext.99630
 Fax: +66-2-9511021

TURKEY**TURQUIE****TURQUÍA****Dr. Berrin Oymael**

Ankara Provincial Control Laboratory
 Şehit Cem Ersever Cad. No:12 Yenimahalle, Ankara
 Tel.: +00 90 312 315 14 24
 Fax: +00 90 312 315 79 34
 e-mail: boymael@yahoo.com

UNITED KINGDOM**ROYAUME-UNI****REINO UNIDO****Dr. Roger Wood**

Food Standards Agency
 Food Standard Agency, c/o Lincolne, Sutton and Wood, 70-80 Oak Street, Norwich NR3 3AQ
 Tel.: +441 603 506539
 e-mail: roger.wood@foodstandard.gsi.gov.uk

Dr. Andrew Damant

Food Standards Agency
 Aviation House, 125 Kingsway, London WC2B 6NH
 Tel.: +45 (0) 207-276-8757
 Fax: +45 (0) 207-276-8910
 e-mail: andrew.damant@foodstandard.gsi.gov.uk

Mr. Duncan Arthur

Eurofins Laboratories Ltd.
 28-32 Brunel Road Acton, London W3 7XR
 Tel.: +442 082 226 073
 Fax: +442 082 226 080
 e-mail: duncanarthur@eurofins.co.uk

Mrs. Chelvi Leonard

Food Standards Agency
 Aviation House, 125 Kingsway, London WC2B 6NH
 Tel.: +45 (0) 207-276-8969
 Fax: +45 (0) 207-276-8910
 e-mail: chelvi.leonard@foodstandard.gsi.gov.uk

UNITED STATES of AMERICA**ÉTATS-UNIS D'AMÉRIQUE****ESTADOS UNIDOS DE AMÉRICA****Dr. Gregory W. Diachenko**

Director, Division of Analytical Chemistry, Center for Food Safety and Applied Nutrition
 5100 Paint Branch Parkway, (HFS-245), College Park, Maryland 20740
 Tel.: +301-436-1898
 Fax: +301-436-2634
 e-mail: gregory.diachenko@fda.hhs.gov

Dr. Kirsten R. Jaglo

Senior Agricultural Biotechnology Advisor
 USDA / Foreign Agricultural Service, Office of Scientific and Technical Affairs
 Tel.: +202-720-0532
 Fax: +202- 690-3316
 e-mail: Kirsten.Jaglo@fas.usda.gov

Dr. Donald Kendall

Chief, Biotechnology Branch, Grain Inspection, Packers and Stockyards Administration, U.S. Department of Agriculture
 U.S. Department of Agriculture
 10383 North Ambassador Drive, Kansas City, Missouri 64153
 Tel.: +816-891-0463
 Fax: +816-891-0478
 e-mail: donald.c.kendall@usda.gov

Mr. Jack A. Bobo

Senior Advisor for Biotechnology
 Office of Multilateral Trade and Agriculture Affairs, U.S. Department of State
 Tel.: +202-647-1647
 Fax: +202 647-1894
BoboJA@state.gov

Dr. Michael Sussman

Director
 Field Laboratory Services, Agriculture Marketing Service, U.S. Department of Agriculture
 801 Summit Crossing Place, Suite B, Gastonia, NC 28054
 Tel.: +704-867-3873
 Fax: +704-853-2800
 e-mail: michael.sussman@usda.gov

Dr. Gregory Noonan

Research Chemist
 Division of Analytical Chemistry, Center for Food
 Safety and Applied Nutrition, FDA
 Tel.:+301-436-2250
 Fax:+301-436-2634
 e-mail:gregory.noonan@fda.hhs.gov

Mr. Larry Freese

Mathematical Statistician
 Grain Inspection, Packers and Stockyards
 Administration,
 10383 N. Ambassador Drive, Kansas City, MO 64153
 Tel.:+816-891-0453
 Fax:+816-891-8070
 e-mail:Larry.d.freese@usda.gov

Dr. Anna Shanklin

International Policy Manager, International Affairs
 Staff
 Center for Food Safety and Applied Nutrition, Food
 and Drug Administration
 5100 Paint Branch Parkway, (HFS-550)
 College Park, Maryland 20740
 Tel.:+301-436-1242
 Fax:+301-436- 2618
 e-mail:Anna.Shanklin@fda.hhs.gov

Ms. Barbara McNiff

Senior International Issues Analyst
 U.S. Codex Office
 1400 Independence Avenue, Room 4816
 Washington, D.C. 20250
 Tel.:+ (202) 690-4719
 Fax:+(202) 720-3157
 e-mail:Barbara.McNiff@fsis.usda.gov

ZAMBIA**ZAMBIE****ZAMBIA****Mrs. Hilary Moono Siamuziyulu Chibiya**

Senior laboratory technician - microbiology
 Ministry of Health
 Food and Drugs control laboratory, P.O.Box 30138
 Lusaka
 Tel.:+260-977-639848
 Fax:260211252875
 e-mail:hilchibiya@yahoo.com

ZIMBABWE**ZIMBABWE****ZIMBABUE****Mr. Munyaradzi Livingstone Musiyambiri**

Director - government analyst
 Ministry of health/gvt analyst lab
 P.o. box cy 231 causewy, harare
 Tel:+263 4 792026/7 or +263 11 874 588
 e-mail:mlmusiyambiri@yahoo.com

INTERNATIONAL ORGANISATIONS
ORGANISATIONS INTERNATIONALES
ORGANIZACIONES INTERNACIONALES

AOCS**Markus Lipp, Ph.D.**

Director Food Standards
 US Pharmacopeia
 12601 Twinbrook Pkwy, 12601 Twinbrook Pkwy
 Rockville, MD 20852 USA
 Tel.:+13 012 306 366
 e-mail:mxl@usp.org

Dr. Richard Cantrill

AOCS Technical Director
 AOCS, American Oil Chemists' Society
 2710 S Boulder Drive, Urbana IL 61802-6996,
 Tel.:+1 217 693 4830, +1 217 359 2344
 Fax:+12 173 518 091
 e-mail:Richard.Cantrill@aoacs.org

Dr. Raymond Shillito

Manager, External Laboratory Services, Americas
 Bayer CropScience LP
 3500 Paramount Parkway, Morrisville, NC 27560,
 USA
 Tel.:+1 217 693 4830, +1 217 359 2344
 Fax: +1 919-549-3907
 e-mail:ray.shillito@bayercropscience.com

AOECS (Association of European Coeliac Societies)**Ms. Hertha Deutsch**

Codex and Labelling Affairs
 AOECS
 Anton-Baumgartner Strasse 44/C5/2302
 A-1230 Vienna, Austria
 Tel//Fax:+43-1-6671887
 e-mail: hertha.deutsch@utanet.at

BIOTECHNOLOGY INDUSTRY ORGANIZATION**Dr. Michael Phillips**

Biotechnology Industry Organization
 1201 Maryland Avenue, S.W. Suite 900
 Washington, D.C. 20024
 Tel.:+1-703-321-9333;703-642-6538
 Fax:+ (202) 488-6303
 e-mail:mj.phill@yahoo.com

BIPM***Dr. Ralf Josephs***

Scientific Official
Bureau International de Poids et Mesures
BIPM
Pavillon de Breteuil
92312 Sevres, France
Tel.: +33 14507 7055
Fax: +33 1 4534 2021
e-mail: ralf.josephs@bipm.org

CROPLIFE INTERNATIONAL***Ms. Lucyna Kurtyka***

Monsanto Company,
1300 I Street, NW, Suite, Washington, D.C. 20005
T: +1-202-383-2861
e-mail: lucyna.k.kurtyka@monsanto.com

AOAC Int'l***Dr. Bert Popping***

Director Molecular Biology & Immunology
Eurofins
Tel.: +44 776 816-6673
Fax: +44 870 168-8047

EURACHEM***Dr. Stephen Ellison***

Eurachem, LGC Limited
Queens Rd Teddington, TW11 0LY, UK
442 089 437 325
e-mail: s.ellison@lgc.co.uk
e-mail: bertpopping@eurofins.com

**EUROPEAN FEDERATION OF BOTTLED
WATERS (EFBW)*****Mr. Jean-Luc Guinamant***

Nestlé Waters Quality Assurance Center Manager
Nestlé Waters
31 Rue de l'Association, 1000 Brussels, Belgium
Tel.: +32 210 20 32
Fax: +32 2 210 20 35
e-mail: jean-luc.guinamant@waters.nestle.com

Mrs. Patricia Fosselard

Secretary General
EFBW/GISENEC
32 Rue de l'Association, 1000 Brussels, Belgium
Tel.: +32 2 210 20 32
Fax: +33 2 210 20 35
e-mail: p.fosselard@efbw.org

ICC***Dr. Anne R. Bridges***

Approved Methods Technical Committee Chair
AACC International
Suite 272, 45 Glenferrie Road
Malvern, VIC 3144
AUSTRALIA
Tel.: +61 0 410 832 878
e-mail: annebridges001@earthlink.net

ISO***Ms. Sandrine Espeillac***

Secretary of ISO/TC 34
Association Francaise de Normalisation (AFNOR)
FR-93571 Saint Denis la Plaine Cedex
Tel: +33 1 41 62 86 02
Fax: +33 1 49179000
e-mail: sandrine.espeillac@afnor.org

ICBA***Mr. Josep Molas Pages***

EUG Water Technical Manager
Coca-Cola Iberian BU
C/ Ribera del Loira, 20 - 22, E-28042 Madrid
Tel.: +34 91 396 96 35
e-mail: jmolaspages@eur.ko.com

ICC***Dr. Roland Poms***

International Association for Cereal Science and
Technology
Marxergasse 2, A-1030 Vienna, Austria
Tel.: +43 1 707 7202 0, 43 1 707 7204 0
e-mail: roland.poms@icc.or.at

ICGMA***Mrs. Shannon Cole***

Director of Science Operations
Grocery Manufacturers Associations (ICGMA)
1350 I Street NW Suite 300, Washington, DC 20005
Tel.: +(202) 639-5979
Fax: +(202) 639-5991
e-mail: scole@gmaonline.org

IDF***Dr. Jaap Evers***

Senior Regulatory Strategist
FIL-IDF New Zealand c/o Fonterra Co-operative
Group
Private Bag 11 029, Palmerston North
Tel.: +64 6 350 46 13
64 6 350 4676
e-mail: jaap.evers@fonterra.com

Ms. Aurélie Dubois

International Dairy Federation
Standards Officer, Diamant Building, Boulevard
Auguste Reyers, 80, 1030 Brussels, Belgium
Tel.: +32 2 706 86 45
Fax: +32 2 733 04 13
e-mail: ADubois@fil-idf.org

IICA**Mrs. Xinia Quiros**

Specialist in Biotechnology and Biosafety
Inter-Amarecan Institute for Cooperation on
Agriculture (IICA)
55-2000 Coronado Vazquez de Coronado 11101-C.R.,
Coronado, Costa Rica
Tel.: +506-221-60395
506-22160222
e-mail: xinia.quiros@iica.int

NMKL, AOAC International**Dr. Hilde Skaar Norli**

Nordic Committee on Food Analysis, Association of ;
Analytical Communities; National Veterinary Institute
PO Box 8156, 0033 Oslo, Norway
Tel.: +4 746 888 807
e-mail: nmkl@vetinst.no

FAO-REU**Dr. Eleonora Dupouy**

Food Safety and Consumer Protection Officer for
Europe and Central Asia
Food and Agricultural Organization, Regional Office
(FAO-REU)
Benzur utca 34, Budapest, Hungary
Tel.: 36-30-4732327
Fax: +361-351-7029
e-mail: Eleonora.Dupouy@fao.org

JOINT FAO/WHO SECRETARIAT**Dr. Selma H. Doyran**

Chief, Joint FAO/WHO Food Standards Programme
Food and Agriculture Organisation of the UN
Viale Delle Terme di Caracalla ,
00153 Rome, Italy
Tel.: +38 06 570 55826
Fax: +39 06 570 54593
e-mail: selma.doyran@fao.org

Dr. Verna Carolissen MacKay

Food Standards Officer
Joint FAO/WHO Food Standards Programme
Food and Agriculture Organisation of the UN
Viale Delle Terme di Caracalla
00153 Rome, Italy
Tel.: +39 065 7055 629
Fax: +39 065 7054 593
e-mail: Verna.Carolissen@fao.org

SITUATION EN CE QUI CONCERNE L'APPROBATION DES MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE

- A. Comité du Codex sur les poissons et les produits de la pêche
- B. Comité du Codex sur le lait et les produits laitiers
- C. Comité du Codex sur la nutrition et les aliments diététiques ou de régime
- D. Eaux minérales naturelles
- E. Comité du Codex sur les fruits et légumes traités

A. COMITÉ DU CODEX SUR LES POISSONS ET LES PRODUITS DE LA PÊCHE¹

Projet de norme pour le caviar d'esturgeon

PRODUIT	DISPOSITION	MÉTHODE	PRINCIPE	Type
Caviar d'esturgeon	Teneur en sel	Cf. CODEX STAN 167-1989 (voir ci-après) ²	Titrimétrie	I

1. Principe

Le sel est extrait à l'eau à partir de l'échantillon préalablement pesé. Après précipitation des protéines, la concentration en chlorure est déterminée par dosage d'une aliquote de la solution avec une solution normalisée de nitrate d'argent (méthode de Mohr); la concentration est calculée sous forme de chlorure de sodium.

2. Matériel et produits chimiques

- Brosse
- Couteau aiguisé ou scie
- Balance, précision de $\pm 0,01$ g
- Flacons volumétriques calibrés, 250 ml
- Flacons coniques
- Homogénéisateurs électriques
- Agitateur magnétique
- Papier filtre plissé, à écoulement rapide
- Pipettes
- Entonnoirs
- Burettes
- Ferrocyanure de potassium, (II), $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$, 15% w/v (aq)
- Sulfate de zinc, $ZnSO_4 \cdot 6H_2O$, 30% w/v (aq)
- Hydroxyde de sodium, NaOH, 0.1 N, 0.41% w/v (aq)
- Nitrate d'argent, $AgNO_3$, 0.1 N, 1.6987% w/v (aq), normalisé
- Chromate de potassium, K_2CrO_4 5% w/v (aq)
- Phthaléine de phénol, à 1% dans l'éthanol
- Eau distillée ou déionisée

3. Procédé

- i) Peser 5 g de sous-échantillon homogénéisé dans un flacon volumétrique de 250 ml et agiter vigoureusement après avoir ajouté environ 100 ml d'eau.
- ii) Ajouter 5 ml de solution de ferrocyanure de potassium et 5 ml de solution de sulfate de zinc, et agiter le contenu du flacon.
- iii) Ajouter de l'eau jusqu'à la marque.
- iv) Après avoir de nouveau agité le flacon et attendu que le précipité se dépose, filtrer le contenu du flacon à travers un papier-filtre plissé.

¹ ALINORM 10/33/18, Annexe V

² Conformément à cette décision, la méthode sera reclassée comme Etant de Type I dans la norme CODEX STAN 167-1989

v) Transférer une aliquote de filtrat clair dans un flacon conique et ajouter deux gouttes de phtaléine de phénol. Ajouter goutte-à-goutte l'hydroxyde de sodium jusqu'à ce que l'aliquote prenne une légère coloration rouge. L'aliquote est alors diluée avec de l'eau pour obtenir environ 100 ml.

vi) Après avoir ajouté environ 1 ml de solution de chromate de potassium, titrer l'aliquote diluée sous agitation constante avec une solution de nitrate d'argent. La fin de l'opération est signalée par un changement faible mais net de couleur. Cette faible couleur rouge ou brune persiste même si on agite énergiquement le flacon. Pour constater ce virage, il est conseillé d'observer le processus par transparence sur fond blanc.

vii) On doit effectuer un titrage à blanc des réactifs.

viii) La détermination finale peut également se faire avec des instruments tels que potentiomètre ou colorimètre.

4. Calcul des résultats

Dans l'équation servant au calcul des résultats, on utilise les symboles ci-après:

A = volume de l'aliquote (ml)

C = concentration de la solution de nitrate d'argent en azote

V = volume en ml de la solution de nitrate d'argent utilisée pour atteindre le point de virage et corrigée compte tenu du titrage à blanc

W = poids de l'échantillon (en grammes)

La teneur en sel de l'échantillon est calculée en appliquant l'équation ci-après:

$$\text{Concentration en sel (\%)} = (V \times C \times 58,45 \times 250 \times 100) / (A \times W \times 1000)$$

Les résultats doivent être consignés avec une précision d'un chiffre après la virgule.

Amendement corrélatif à la situation des approbations

PRODUIT	DISPOSITION	MÉTHODE	PRINCIPE	Type
Poissons salés et poissons salés séchés de la famille des Gadidés	Teneur en sel	Décrite dans la norme	Titrimétrie	I

B. COMITÉ DU CODEX SUR LE LAIT ET LES PRODUITS LAITIERS³

MÉTHODES D'ANALYSE

Produits	Dispositions	Méthodes	Principe	Type
Produits laitiers	Fer	NMKL 139 (1991) (Méthode générale Codex) AOAC 999.11	Spectrophotométrie d'absorption atomique	II
Produits laitiers	Fer	NMKL 161 (1998) / AOAC 999.10	Spectrophotométrie d'absorption atomique	III
Produits laitiers	Fer	AOAC 984.27	Spectroscopie d'émission optique avec plasma couplé par induction	III
Produits laitiers	Fer	FIL 103A:1986 / ISO 6732:1985	Photométrie (bathophénanthroline)	IV
Mélange de lait concentré écrémé et de graisse végétale	Matière grasse totale	ISO 1737 FIL 13:2008	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Mélange de lait concentré écrémé et de graisse végétale	Extrait sec dégraissé du lait (ESDL) ⁴	FIL 21B:1987/ISO 6731:1989 et ISO 1737 FIL 13:2008	Calcul à partir de la teneur totale en extraits secs et de la teneur en matière grasse Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Mélange de lait concentré écrémé et de graisse végétale	Teneur en protéines du lait dans l'ESDL ⁴	ISO 8968-1/2 FIL 20-1/2:2001 / AOAC 991.20	Titrimétrie (Kjeldahl)	IV
Mélange à faible teneur en matière grasse de lait concentré écrémé et de graisse végétale	Matière grasse totale	ISO 1737 FIL 13:2008	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I

³ ALINORM 10/33/11, par. 45-62, ANNEXE III

⁴ Les teneurs en extrait sec total du lait et en ESDL comprennent l'eau de cristallisation du lactose

Produits	Dispositions	Méthodes	Principe	Type
Mélange à faible teneur en matière grasse de lait concentré écrémé et de graisse végétale	MSNF ⁴	FIL 21B:1987 / ISO 6731:1989 et ISO 1737 FIL 13:2008	Calcul à partir de la teneur totale en extraits secs et de la teneur en matière grasse Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Mélange à faible teneur en matière grasse de lait concentré écrémé et de graisse végétale	Teneur en protéines du lait dans l'ESDL ⁴	ISO 8968-1/2 FIL 20-1/2:2001 / AOAC 991.20	Titrimétrie (Kjeldahl)	IV
Mélange de lait écrémé et de graisse végétale en poudre	Matière grasse totale	ISO 1736 FIL 9:2008	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Mélange de lait écrémé et de graisse végétale en poudre	Eau ⁵	ISO 5537 FIL 26:2004	Gravimétrie, dessiccation à 87 °C	I
Mélange de lait écrémé et de graisse végétale en poudre	Teneur en protéines du lait dans l'ESDL ⁴	ISO 8968-1/2 FIL 20-1/2:2001 / AOAC 991.20	Titrimétrie (Kjeldahl)	IV
Mélange à faible teneur en matière grasse de poudre de lait écrémé et de graisse végétale en poudre	Matière grasse totale	ISO 1736 FIL 9:2008	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Mélange à faible teneur en matière grasse de poudre de lait écrémé et de graisse végétale en poudre	Eau ⁵	ISO 5537 FIL 26:2004	Gravimétrie, dessiccation à 87 °C	I
Mélange à faible teneur en matière grasse de poudre de lait écrémé et de graisse végétale en poudre	Teneur en protéines du lait dans l'ESDL ⁴	ISO 8968-1/2 FIL 20-1/2:2001 / AOAC 991.20	Titrimétrie (Kjeldahl)	IV
Mélange de lait concentré écrémé sucré et de graisse végétale	Matière grasse totale	ISO 1737 FIL 13:2008	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Mélange de lait concentré écrémé sucré et de graisse végétale	Saccharose	ISO 2911 FIL 35:2004	Polarimétrie	IV
Mélange de lait concentré écrémé sucré et de graisse végétale	Extrait sec dégraissé du lait (ESDL) ⁴	FIL 15B:1991 / ISO 6734:1989	Calcul à partir de la teneur totale en extraits secs, de la teneur en matière grasse et de la teneur en sucre	IV
Mélange de lait concentré écrémé sucré et	Teneur en protéines	ISO 8968-1/2 FIL 20-1/2:2001 /	Titrimétrie (Kjeldahl)	IV

⁵ La teneur en eau exclut l'eau de cristallisation liée au lactose (à entendre comme la teneur en humidité)

Produits	Dispositions	Méthodes	Principe	Type
de graisse végétale	du lait dans l'ESDL ⁴	AOAC 991.20		
Mélange à faible teneur en matière grasse de lait concentré sucré écrémé et de graisse végétale	Matière grasse totale	ISO 1737 FIL 13:2008	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Mélange à faible teneur en matière grasse de lait concentré sucré écrémé et de graisse végétale	ESDL ⁴	FIL 15B:1991 / ISO 6734:1989	Calcul à partir de la teneur totale en extraits secs, de la teneur en matière grasse et de la teneur en sucre	IV
Mélange à faible teneur en matière grasse de lait concentré sucré écrémé et de graisse végétale	Teneur en protéines du lait dans l'ESDL ⁴	ISO 8968-1/2 FIL 20-1/2:2001 / AOAC 991.20	Titrimétrie (Kjeldahl)	IV
Beurre	Sel	ISO 1738 FIL 12:2004 / AOAC 960.29	Titrimétrie (Mohr: détermination du chlorure, exprimé en chlorure de sodium)	III
Beurre	Pureté de la matière grasse laitière	ISO 17678 FIL 202:2010	Calcul à partir de la détermination des triglycérides par chromatographie en phase gazeuse	I
Fromage (et croûtes de fromage)	Natamycine	ISO 9233-1 FIL 140-1:2007	Spectrophotométrie d'absorption moléculaire	III
		ISO 9233-2 FIL 140-2:2007	Chromatographie en phase liquide à haute performance (CLHP/HPLC)	II
Fromage	Chlorure de sodium	ISO 5943 FIL 88:2006	Potentiométrie (détermination du chlorure, exprimé en chlorure de sodium)	II
Cottage cheese	Extrait sec sans matière grasse	ISO 5534 FIL 4:2004 et ISO 1735 FIL 5:2004	Calcul à partir de la teneur en extrait sec et de la teneur en matière grasse Gravimétrie, dessiccation à 102 °C Gravimétrie (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Cottage cheese	Matière grasse laitière	ISO 1735 FIL 5:2004	Gravimétrie (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff) (pour les échantillons contenant jusqu'à 5% de lactose)	I
		ISO 8262-3 FIL 124-3:2005	Gravimétrie (Weibull-Berntrop) (pour les échantillons contenant plus de 5% de lactose)	I
Fromage, non affiné, y compris le fromage	Protéines	ISO 8968-1/2 FIL 20-	Titrimétrie (Kjeldahl)	I

Produits	Dispositions	Méthodes	Principe	Type
frais		1/2:2001/AOAC 991.20 et 991.23		
La crème et les crèmes préparées	Protéine du lait	ISO 8968-1/2 FIL 1/2:2001/AOAC 991.20	20- Titrimétrie (Kjeldahl)	I
Crème	Matière grasse laitière	ISO 2450 FIL 16:2008	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Crèmes à teneur réduite en matière grasse laitière	Matière grasse laitière	ISO 2450 FIL 16:2008 /AOAC 995.19	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Fromage Crème	Extrait sec	ISO 5534 FIL 4:2004	Gravimétrie, dessiccation à 102 °C (four à circulation d'air forcée)	I
Fromage Crème	Humidité du produit dégraissé	ISO 5534 FIL 4:2004 ISO 1735 FIL 5:2004	Calcul à partir de la teneur en matière grasse et de la teneur en humidité Gravimétrie, dessiccation à 102 °C (four à circulation d'air forcée) Gravimétrie (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Matières grasses laitières à tartiner	Pureté de la matière grasse laitière	ISO 17678 FIL 202:2010	Calcul à partir de la détermination des triglycérides par chromatographie en phase gazeuse	I
Produits à base de caséine comestible	Acides libres	ISO 5547 FIL 91:2008	Titrimétrie (extrait aqueux)	IV
Produits à base de caséine comestible	Cendres (y compris le P ₂ O ₅)	ISO 5545 FIL 90:2008 ou ⁶	Gravimétrie (calcination à 825 °C)	I
Produits à base de caséine comestible	Eau ⁵	ISO 5544 FIL 89:2008	Gravimétrie (dessiccation à 102 °C)	I
Produits à base de caséine comestible	Plomb	ISO 5550 FIL 78:2006	Gravimétrie (dessiccation à 102 °C)	I
Produits à base de caséine comestible	Plomb	NMKL 139 (1991)/ (Méthode générale Codex) AOAC 999.11	Spectrophotométrie d'absorption atomique	II
Produits à base de caséine comestible	Plomb	NMKL 161 (1998) / AOAC 999.10	Spectrophotométrie d'absorption atomique	III

⁶ Référence au champ d'application des méthodes

Produits	Dispositions	Méthodes	Principe	Type
Laits concentrés	Matière grasse laitière	ISO 1737 FIL 13:2008	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Laits concentrés	Protéines	ISO 8968-1/2 FIL 20-1/2:2001 AOAC 945.48H / AOAC 991.20	Titrimétrie (Kjeldahl)	I
Laits fermentés	Protéines	ISO 8968-1/2 FIL 20-1/2:2001/ AOAC 991.20	Titrimétrie (Kjeldahl)	I
Laits fermentés	Matière grasse laitière	ISO 1211 FIL 1:2010 / AOAC 989.05	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Laits fermentés – Yaourt et produits à base de yaourt	<i>Lactobacillus delbrueckii</i> subsp. <i>bulgaricus</i> & <i>Streptococcus thermophilus</i>	ISO 7889 FIL 117:2003	Dénombrement des colonies à 37 °C	I
Laits fermentés	Acide lactique (acidité totale exprimée en acide lactique)	FIL 150:1991 / ISO 11869:1997	Potentiométrie, titrage à pH 8,30 Spectrophotométrie	IV
Laits fermentés	Microorganismes constituant le levain	ISO 27205 FIL 149:2010 (Annexe A)	Dénombrement des colonies à 25°C, 30°C, 37°C et 45°C selon le levain	IV
Laits fermentés	<i>Lactobacillus acidophilus</i>	ISO 20128 FIL 192:2006	Dénombrement des colonies à 37 °C	I
Laits fermentés	Unités de levures ou de moisissures formant des colonies	ISO 6611 FIL 94:2004	Dénombrement des colonies à 25 °C	IV
Lait et crèmes en poudre	Matière grasse laitière	ISO 1736 FIL 9:2008	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Lait et crèmes en poudre	Teneur en protéines (dans l'ESDL ⁴)	ISO 8968-1/2 FIL 20-1/2:2001 / AOAC 991.20	Titrimétrie (Kjeldahl digestion)	I
Lait et crèmes en poudre	Indice de solubilité	ISO 8156 FIL 129:2005	Centrifugation	I

Produits	Dispositions	Méthodes	Principe	Type
Lait et crèmes en poudre	Eau ⁵	ISO 5537 FIL 26:2004 ⁷	Gravimétrie (dessiccation à 87°C)	I
Produits à base de matière grasse laitière	Matière grasse laitière	FIL 24:1964	Gravimétrie (calcul à partir de la teneur d'extrait sec dégraissé et de la teneur en eau)	IV
Produits à base de matière grasse laitière	Pureté de la matière grasse laitière	ISO 17678 FIL 202:2010	Calcul à partir de la détermination des triglycérides par chromatographie en phase gazeuse	I
Produits à base de matière grasse laitière	Eau	ISO 5536 FIL 23:2009	Titrimétrie (Karl Fischer)	II
Produits laitiers obtenus à partir de laits fermentés ayant subi un traitement thermique après fermentation	Protéines	ISO 8968-1/2 FIL 20-1/2:2001 / AOAC 991.20	Titrimétrie (Kjeldahl)	I
Mozzarella	Matière grasse laitière dans l'extrait sec – à forte teneur en humidité	ISO 1735 FIL 5:2004	Gravimétrie après extraction par solvant	I
Mozzarella	Matière grasse laitière dans l'extrait sec – à faible teneur en humidité	ISO 1735 FIL 5:2004	Gravimétrie après extraction par solvant	I
Lait concentré sucré	Matière grasse laitière	ISO 1737 FIL 13:2008	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Laits concentrés sucrés	Protéines	ISO 8968-1/2 FIL 20-1/2:2001 / AOAC 945.48H / AOAC 991.20	Titrimétrie (Kjeldahl)	I
Fromages de lactosérum obtenus par concentration	Matière grasse laitière	ISO 1854 FIL 59:2008	Gravimétrie (Röse Gottlieb)	I
Fromages de lactosérum obtenus par concentration	Matière grasse laitière dans l'extrait sec	ISO 1854 FIL 59:2008_et ISO 2920 FIL 58:2004	Calcul à partir de la teneur en matière grasse et de la teneur en extrait sec Gravimétrie (Röse Gottlieb) Gravimétrie, dessiccation à 88 °C	I
Poudres de lactosérum	Cendre	ISO 5545 FIL 90:2008	Gravimétrie (calcination à 825 °C)	IV
Poudres de lactosérum	Matière grasse	ISO 1736 FIL 9:2008	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I

⁷ La méthode a été validée uniquement pour les laits en poudre, pas pour les crèmes en poudre

Produits	Dispositions	Méthodes	Principe	Type
	laitière			
Poudres de lactosérum	Protéines du lait (N total x 6,38)	ISO 8968-1/2 FIL 20-1/2:2001 / AOAC 991.20	Titrimétrie (Kjeldahl)	I
Poudres de lactosérum	Eau ⁵	ISO 5537 FIL 26:2004	Gravimétrie (dessiccation à 87 °C)	I

MÉTHODES D'ÉCHANTILLONNAGE

Norme produit	Méthode d'échantillonnage	Notes
Lait et produits laitiers		
Produits laitiers	ISO 707 FIL 50:2008	Directives générales pour obtenir un échantillon provenant de lots en vrac
Produits laitiers	ISO 5538 FIL 113:2004	Contrôle par attributs
Produits laitiers	FIL 136A:1992 ISO 8197:1988	Contrôle par mesures

C. COMITÉ DU CODEX SUR LA NUTRITION ET LES ALIMENTS DIÉTÉTIQUES OU DE RÉGIME⁸

Méthodes d'analyse pour les fibres alimentaires: Directives pour l'emploi des allégations relatives à la nutrition et à la santé: Tableau des conditions applicables aux allégations

Produit	Dispositions	Méthode	Principe	Type proposé
Méthodes générales qui ne mesurent pas la fraction de faible poids moléculaire (à savoir ≤ 9 Unités monomériques)⁽²⁾				
Tous les aliments ⁽¹⁾	Fibres alimentaires en se basant sur une précipitation dans 4 parts d'alcool et 1 part d'eau. Polysaccharides solubles et insolubles résistants, lignine et parois cellulaires végétales. ⁽⁴⁾ (Quantité totale de fibres alimentaires)	AOAC 985.29 AACC Intl 32-05.01 (1991,1999)	Enzymatique- gravimétrique	IV
Tous les aliments ⁽¹⁾	Fibres alimentaires en se basant sur une précipitation dans 4 parts d'alcool et 1 part d'eau. Polysaccharides solubles et insolubles résistants, lignine et parois cellulaires végétales ⁽⁴⁾ . (peut déterminer les fibres alimentaires totales, mais détermine aussi les fibres alimentaires solubles et insolubles)	AOAC 991.43 AACC Intl 32-07.01 (1999, 1991) NMKL 129, 2003	Enzymatique- gravimétrique	IV
Tous les aliments ⁽¹⁾	Fibres alimentaires dans les aliments et les produits alimentaires contenant moins de 2 % d'amidon (produits avec >10% fibres alimentaire totales et < 2% d'amidon (fruits)) ⁽⁴⁾ .	AOAC 993.21	Gravimétrique	IV
Tous les aliments ⁽¹⁾	Fibres alimentaires en se basant sur une précipitation dans 4 parts d'alcool et 1 part d'eau, quantifiées en tant que composants sucres neutres, acides uroniques et lignine Klason. ⁽⁴⁾ (Détermine les sucres, utile pour les produits où les fibres et les sucres sont nécessaires)	AOAC 994.13 AACC Intl 32- 25.01 (1999, 1994) NMKL 162, 1998	Enzymatique- gravimétrique & Colorimétrique	IV
Méthodes générales qui mesurent tant la fraction de poids moléculaire élevé (> 9 unités monomériques) que la fraction de faible poids moléculaire (≤ 9 unités monomériques)⁽²⁾				
Tous les aliments ⁽¹⁾	Fibres alimentaires en se basant sur une précipitation dans 4 parts d'alcool et 1 part d'eau. Polysaccharides solubles et insolubles résistants, maltodextrines résistantes, lignine et parois cellulaires végétales. ⁽³⁾	AOAC 2001.03 AACC Intl 32-41.01 (2002)	Enzymatique- gravimétrique et chromatographie liquide	IV
Tous les aliments ⁽¹⁾	Fibres alimentaires (polysaccharides solubles + insolubles +	AOAC 2009.01	Enzymatique-	

⁸ ALINORM 10/33/26, Annexe II

Produit	Dispositions	Méthode	Principe	Type proposé
	lignine + amidon résistant + oligosaccharides).	AACC Intl 32-45.01 (2009)	gravimétrique et chromatographie liquide haute pression	IV
Méthodes qui mesurent les composants individuels spécifiques (unités monomériques : toute la plage est couverte pour chaque type de composant) ⁽²⁾				
Tous les aliments ⁽¹⁾	Fibres alimentaires insolubles dans les aliments et les produits alimentaires	AACC Intl 32-20.01 (1999, 1982) AOAC 991.42 (Spécifique pour les fibres insolubles)	Enzymatique-gravimétrique	IV
Tous les aliments ⁽¹⁾	Fibres alimentaires solubles dans les aliments et les produits alimentaires	AOAC 993.19 (Spécifique pour les fibres solubles)	Enzymatique-gravimétrique	IV
Tous les aliments ⁽¹⁾	(1→3)(1→4) <i>Bêta</i> -D-glucanes	AOAC 995.16 AACC Intl 32-23.01 (1999, 1995)	Enzymatique Colorimétrique	IV
Tous les aliments ⁽¹⁾	Fructanes (oligofructoses, inuline, inuline hydrolysée, polyfructoses, fructooligosaccharides) (applicable aux fructanes ajoutées)	AOAC 997.08 AACC Intl 32-31.01 (2001)	Enzymatique et HPAEC-PAD	IV
Tous les aliments ⁽¹⁾	Fructanes (oligofructoses, inuline, inuline hydrolysée, polyfructoses, fructooligosaccharides) (non applicable aux fructanes fortement dépolymérisées)	AOAC 999.03 AACC Intl 32-32.01 (2001)	Enzymatique et colorimétrique	IV
Tous les aliments ⁽¹⁾	Polydextrose	AOAC 2000.11 AACC Intl 32-28.01 (2001)	HPAEC-PAD	IV
Tous les aliments ⁽¹⁾	Trans-galacto-oligo saccharides	AOAC 2001.02 AACC Intl 32-33.01 (2001)	HPAEC-PAD	IV
Tous les aliments ⁽¹⁾	Amidon résistant (recommandé pour RS2 & RS3)	AOAC 2002.02 AACC Intl 32-40.01 (2002)	Enzymatique et colorimétrique	IV
Autres méthodes ⁽²⁾				
Tous les aliments	Glucanes et mannanes insolubles d'écorces de levure (uniquement pour les écorces de levure)	Eurasyp (European association for specialty yeast product) – LM Bonanno. Biospringer-2004 – version en ligne: http://www.eurasyp.org/public .	Chimique et HPAEC-PAD	IV

Produit	Dispositions	Méthode	Principe	Type proposé
		technique.home.screen.		
Tous les aliments	Fructo-oligosaccharides (<5 unités monomériques)	Ouarné et al. 1999 in <i>Complex Carbohydrates in Foods</i> . Édition S. Sungsoo, L. Prosky & M. Dreher. Marcel Dekker Inc, New York	HPAEC-PAD	IV
Tous les aliments	Polysaccharides non-amylacés (PNA) ⁽³⁾	Englyst H.N, Quigley M.E., Hudson G. (1994) Determination of dietary fibre as non-starch polysaccharides with gas-liquid chromatographic high performance liquid chromatographic or spectrophotometric measurement of constituent sugars – Analyst 119, 1497-1509	Enzymatique et chromatographie gaz-liquide	IV

¹⁾ Les utilisateurs devraient consulter la description de chaque méthode pour les matrices alimentaires qui ont fait l'objet d'une étude inter-laboratoire dans les méthodes d'analyse officielles de AOAC International.

²⁾ Deux possibilités sont offertes aux autorités nationales : inclure ou non les glucides à 3-9 unités monomériques et quels sont les polymères glucidiques isolés ou synthétiques présentant des bienfaits physiologiques.(Voir GL 2-1985)

³⁾ Pas de quantification de l'amidon résistant. Voir les méthodes spécifiques.

⁴⁾ Pas de quantification de l'inuline, de l'amidon résistant, de la polydextrose et des maltodextrines résistantes. Voir les méthodes spécifiques.

D. EAUX MINÉRALES NATURELLES

Norme Codex pour les eaux minérales naturelles (CODEX STAN 108-1981)

Disposition	LM (mg/L)	Fourchette minimale applicable (mg/L)	LD (mg/L)	LQ (mg/L)	Fidélité RSDR (%) ne doit pas dépasser	Récupération (%)	Méthodes suggérées répondant aux critères	Principe
Antimoine	0,005	0,0028	0,001	0,002	44	80-110	ISO 17294-2:2003	ICP-MS

Disposition	LM (mg/L)	Fourchette minimale applicable (mg/L)	LD (mg/L)	LQ (mg/L)	Fidélité RSDR (%) ne doit pas dépasser	Récupération (%)	Méthodes suggérées répondant aux critères	Principe
							ISO 15586:2003	GF-AAS
Arsenic	0,01	0,0056	0,002	0,004	44	90-107	ISO 17294-2:2003 ISO 15586:2003 ISO 11969:1996	ICP-MS GF-AAS AAS –hydride
Baryum	0,7	0,35	0,07	0,14	34	95-105	ISO 11885:2007 ISO 17294-2:2003	ICP-OES ICP-MS
Borate	5	3,1	0,5	1	25	97-103	ISO 9390:1990 ISO 11885:2007 ISO 17294-2:2003	Spectrophotométrie ICP-MS ⁹ ICP-MS
Cadmium	0,003	0,0017	0,0006	0,0012	44	80-110	ISO 11885:2007 ISO 17294-2:2003 ISO 15586:2003 ISO 5961:1994	ICP-OES ICP-MS GF-AAS AAS (section 3)
Chrome	0,05	0,028	0,01	0,02	44	90-107	ISO 11885:2007 ISO 17294-2:2003 ISO 15586:2003 ISO 18412:2005 (Cr VI) ISO 23913:2006 (Cr VI) ISO 9174:1998	ICP-OES ICP-MS GF-AAS Photométrie CIA, spectrophotométrie AAS (Section 4)
Cuivre	1	0,52	0,1	0,2	32	97-103	ISO 11885:2007 ISO 17294-2:2003 ISO 15586:2003 ISO 8288:1986	ICP-OES ICP-MS GF-AAS Flame-AAS
Cyanure	0,07	0,039	0,014	0,028	44	90-107	ISO 14403:2002	CFA

⁹ Le bore total est déterminé

Disposition	LM (mg/L)	Fourchette minimale applicable (mg/L)	LD (mg/L)	LQ (mg/L)	Fidélité RSDR (%) ne doit pas dépasser	Récupération (%)	Méthodes suggérées répondant aux critères	Principe
							ISO 6703-1:1998	Photométrie, trimétrique
Fluorure	1,0	0,52	0,1	0,2	32	97-103	ISO 10304-1:2007 ISO 10359-1:1992 (fluorure dissous) ISO 10359-2:1994 (inorganique lié)	HPLC Capteur électrochimique Digestion, distillation
Plomb	0,01	0,0056	0,002	0,004	44	90-107	ISO 17294-2:2003 ISO 15586:2003 ISO 8288:1986	ICP-MS GF-AAS Méthode C (III)
Manganèse	0,4	0,18	0,04	0,08	37	95-105	ISO 11885:2007 ISO 17294-2:2003 ISO 15586:2003	ICP-OES ICP-MS GF-AAS
Mercure	0,001	0,00056	0,0002	0,0004	44	80-110	EN 1483:2007 ISO 17852:2006 ISO 5666:1999 ISO 16590:2000	AAS Enrichissement par amalgamation (III) AFS AAS après réduction du chlorure d'étain (II) Enrichissement par amalgamation (III)
Nickel	0,02	0,011	0,004	0,008	44	90-107	ISO 17294-2:2003 ISO 15586:2003	ICP-MS GF-AAS
Nitrate	50	37	5	10	18	98-102	ISO 10304-1:2007 ISO 13395:1996 ISO 7890-3:1988	HPLC CFA, FIA, Spectrophotométrie Spectrophotométrie
Nitrite	0,1	0,03	0,01	0,02	44	95-105	ISO 10304-1:2007 ISO 13395:1996 ISO 6777:1984	HPLC CFA, FIA, Spectrophotométrie Spectrophotométrie
Sélénium	0,01	0,0056	0,002	0,004	44	90-107	ISO 17294-2:2003 ISO 15586:2003 ISO 9965:1993	ICP-MS GF-AAS AAS (Hydride)

Disposition	LM	Fourchette applicable- de:	LD		RSDR (%)	Récupération	Méthodes suggérées	Principe
Agents tensioactifs	-	0,1 -5,0 mg/L 0,25-0,8 mg/L 0,05 – 5,0 mg/L	0,05 mg/l		19 10 < 44	70-100	ISO 16265:2009	CFA
Huile minérale (indice hydrocarbure)	-	>0,1 mg/L			< 41	71-102	ISO 9377-2:2000	GC
PCB	-	> 10 ng/L >15 ng/L			27-79 <20	40-142 70-130	ISO 6468:1996 AOAC 990.16	GC ECD GC ECD
Pesticide (composé organochloré)	-	> 10 ng/L > 15 ng/ L			27-79 <20	40-142 70-130	ISO 6468:1996 AOAC 990.16	GC ECD GC ECD
Hydrocarbures aromatiques polycycliques	-	0,005 µg/L 0,04 µg/L 0,005 µg/L			<10 <18 <19	80-110 80-110 80-100	ISO 17993:2004 ISO 7981-1:2005 ISO 7981-2:2005	HPLC FD TLC HPLC

E. COMITÉ DU CODEX SUR LES FRUITS ET LÉGUMES TRAITÉS¹⁰**Projet de Norme pour les tomates en conserve**

Disposition	Méthode	Principe	Type
Poids égoutté minimum	AOAC 968.30	Gravimétrie (tamisage) note: Utiliser un tamis no 14 au lieu de 7/16 ou no 8	I

¹⁰ ALINORM 09/32/27, par.14

**ALINORM 10/33/23
ANNEXE III****AVANT-PROJET DE LIGNES DIRECTRICES RELATIVES AUX CRITÈRES DE PERFORMANCE ET À LA VALIDATION DES MÉTHODES DE DÉTECTION, D'IDENTIFICATION ET DE QUANTIFICATION DE SÉQUENCES D'ADN SPÉCIFIQUES ET DE PROTÉINES SPÉCIFIQUES CONTENUES DANS LES ALIMENTS*****(A l'étape 5/8 de la procédure)****SECTION 1 – INTRODUCTION**

1. Les méthodes d'analyse moléculaire et immunologique sont actuellement les outils reconnus pour la détermination de l'ADN et des analytes protéiques dans les aliments. Cependant, pour que les résultats obtenus à l'aide de ces méthodes dans des laboratoires différents soient largement acceptés et jugés fiables, les méthodes d'analyse doivent remplir certains critères de qualité.
2. Les présentes lignes directrices fournissent des critères appropriés permettant de valider la performance des méthodes élaborées pour détecter des séquences d'ADN spécifiques ou des protéines spécifiques dans les aliments.
3. On trouvera dans la première partie de ces lignes directrices des considérations d'ordre général pour la validation des méthodes utilisées pour l'analyse de séquences d'ADN spécifiques et de protéines spécifiques. Des appendices fournissent des renseignements sur la validation des méthodes de réaction en chaîne de la polymérase (PCR) quantitative, la validation des méthodes de PCR qualitative, et la validation des méthodes fondées sur les protéines.

SECTION 1.1 – BUT ET OBJECTIFS

4. Le présent document a pour objet d'appuyer l'élaboration de méthodes moléculaires et immunologiques pour la détection, l'identification et la quantification de séquences d'ADN spécifiques et de protéines spécifiques dans les aliments qui produisent des résultats avec une reproductibilité comparable lorsqu'elles sont appliquées dans des laboratoires différents
5. Les lignes directrices donnent des indications sur la manière d'élaborer des méthodes permettant de détecter et d'identifier des séquences d'ADN et des protéines spécifiques dans les aliments, en définissant des critères de validation appropriés, et en établissant si une méthode est conforme ou non à ces critères sur la base des caractéristiques de performance d'une méthode.

Les lignes directrices spécifient les critères pertinents et donnent des explications sur la manière de considérer ces critères, c'est-à-dire:

- en indiquant le bien-fondé des critères les plus importants; et
- en montrant comment établir si une méthode est conforme ou non aux critères établis.

SECTION 1.2 CHAMP D'APPLICATION

6. Les présentes lignes directrices contiennent des informations sur les critères de validation des méthodes d'analyse des aliments comportant la détection, l'identification et la quantification de séquences d'ADN spécifiques et de protéines spécifiques pouvant être présentes dans les aliments, y compris les aliments contenant du matériau dérivé des biotechnologies modernes. Ces méthodes moléculaires et immunologiques peuvent s'appliquer à des fins multiples comme la détermination des biomarqueurs dans les aliments, y compris ceux dérivés des biotechnologies et l'authentification des aliments, et peuvent être utilisées par les laboratoires chargés de l'analyse des aliments.

* pour les applications comme les aliments dérivés des biotechnologies, l'authentification des aliments, la spéciation des aliments entre autres.

SECTION 2 – VALIDATION DES MÉTHODES

7. La Commission du Codex Alimentarius accorde une place importante à l'acceptation des méthodes d'analyses qui ont été validées dans le cadre d'essais collaboratifs réalisés selon un protocole accepté au plan international conformément à la norme ISO 5725:1994 ou au Protocole harmonisé AOAC/UIPAC. Dans ce domaine, il faut peut-être adopter à titre provisoire une validation officielle par un laboratoire unique en l'absence de données d'essais collaboratifs. Cependant, les méthodes utilisées pour l'analyse des séquences d'ADN et des protéines doivent pouvoir être appliquées par de nombreux laboratoires.

Section 2.1 – Démarche critère

8. Les présentes directives appliquent la “démarche critère”.

Section 2.2 – Critères généraux des méthodes

9. Les critères généraux adoptés pour la sélection des méthodes d'analyse sont énoncés dans le Manuel de procédure du Codex. Ces critères sont appliqués dans les présentes directives. D'autres critères sont décrits dans les appendices appropriés.

Section 2.3 – Processus de validation

10. La validation des méthodes est un processus qui permet d'établir les caractéristiques et les limites de performance d'une méthode d'analyse. Les résultats d'un processus de validation décrivent les analytes qui peuvent être déterminés dans quels types de matrice en présence de quelle interférence. Le processus de validation détermine des valeurs de la précision et de la justesse d'une certaine méthode d'analyse dans les conditions examinées.

11. La validation formelle d'une méthode est la conclusion d'un long processus, qui comprend les principales étapes suivantes:

- **Prévalidation de la méthode.** La prévalidation devrait être réalisée au cas par cas selon les besoins. Elle devrait assurer qu'une méthode fonctionne d'une telle manière qu'elle permet une conclusion satisfaisante de l'étude de validation, c'est-à-dire elle doit démontrer que la méthode répond à l'objectif visé. La prévalidation devrait de préférence être effectuée par deux à quatre laboratoires. Les analyses statistiques (par exemple, de « répétabilité » et de « reproductibilité ») devraient être réalisées conformément à la procédure de validation qui sera utilisée par la suite.
- **Validation de la méthode.** La validation dans le cadre d'essais collaboratifs est coûteuse et n'est effectuée en général que si la performance de la méthode s'est avérée acceptable à la fois dans une étude de laboratoire unique et dans une étude de prévalidation.

SECTION 3 – CONSIDÉRATIONS SPÉCIFIQUES POUR LA VALIDATION DES MÉTHODES DE DÉTECTION, D'IDENTIFICATION ET DE QUANTIFICATION DE SÉQUENCES D'ADN ET DE PROTÉINES

Section 3.1 – Élaboration des méthodes aux fins d'une validation officielle

12. Les méthodologies courantes d'analyse fondée sur l'ADN sont les méthodes à base de PCR utilisées pour détecter une séquence spécifique d'ADN (cible). Les approches courantes pour les protéines utilisent les épreuves immuno-enzymatiques (ELISA) et les dispositifs de flux latéral. Pour l'analyse reposant sur l'ADN, l'approche PCR est actuellement très largement appliquée, bien que d'autres méthodes fondées sur l'ADN permettant d'obtenir le même objectif puissent être employées si elles ont été validées correctement. Les approches fondées sur l'ADN et sur les protéines sont examinées ici.

Section 3.1.1 – Critères d'acceptation de la méthode (Conditions requises pour la validation)

13. Afin d'évaluer une méthode avant sa validation, des renseignements concernant la méthode et l'essai de la méthode sont demandés, dont on trouvera le détail à l'Appendice I.

14. L'évaluation de la méthode devrait permettre de vérifier que les conditions de principe préalables pour l'utilisation de la méthode aux fins du Codex sont remplies. La présente section décrit les critères d'acceptation de la méthode qui doivent être remplis avant de mener une prévalidation et des essais collaboratifs complets.

Section 3.1.2 – Applicabilité de la méthode

15. L'applicabilité des méthodes peut être établie en confirmant si les méthodes peuvent ou non être utilisées dans les aliments prévus avec la performance requise et ce point devrait être clairement indiqué. En particulier, dans l'analyse des séquences d'ADN et des protéines, certaines méthodes qui peuvent être appliquées à une matrice simple crue ne s'appliquent pas nécessairement aux matrices complexes et/ou aux aliments transformés, étant donné que l'ADN et les protéines peuvent être modifiés.

16. En principe, la méthode devrait être applicable à la matrice concernée. Dans le cas des méthodes « à usage général » visant à identifier et à quantifier les séquences d'ADN et les protéines dans une série de matrices alimentaires, au moins une méthode d'extraction applicable à une matrice alimentaire générale devrait être disponible.

Section 3.1.3 – Condition de principe

17. Les méthodes fondées sur l'ADN devraient détecter, identifier et peuvent quantifier les niveaux des séquences d'ADN spécifique. Les méthodes fondées sur les protéines devraient détecter et peuvent quantifier le niveau d'une protéine spécifique dans le produit.

18. Actuellement, la méthode de détection fondée sur l'ADN est en général une méthodologie PCR et inclut:

- un protocole décrivant une méthode d'extraction qui est applicable à la matrice pertinente;
- un protocole décrivant les conditions, y compris l'appareil utilisé, dans lesquelles la PCR peut être utilisée pour déceler la séquence de l'ADN cible;
- une description des séquences d'amorces oligonucléotidiques qui amplifient uniquement la séquence de l'ADN cible;
- le cas échéant, une description de la séquence de sonde oligonucléotidique fluorescente qui identifie uniquement la séquence de l'ADN cible;
- une description des séquences d'amorces oligonucléotidiques qui amplifient une séquence de l'ADN spécifique du taxon qui devrait être présent dans la matrice de l'aliment conventionnel indépendamment de la présence de l'analyte spécifique, afin de pouvoir différencier un résultat négatif d'un processus d'extraction et/ou d'amplification n'ayant pas abouti, et de quantifier la quantité d'ADN cible par rapport à l'ADN spécifique du taxon.
- le cas échéant, une description de la séquence de sonde oligonucléotidique fluorescente qui identifie uniquement la séquence de l'ADN spécifique du taxon.
- une description de la méthode de détection de l'ADN.
- des échantillons témoins et des standards appropriés.
- la description des calculs utilisés pour obtenir le résultat.

19. Les méthodes fondées sur les protéines sont en général de type quantitatif ou qualitatif. Il s'agit en général de systèmes d'immuno-analyses, et comportent les éléments suivants:

- un protocole décrivant une méthode d'extraction qui est applicable à la matrice pertinente;
- un protocole décrivant les conditions, y compris l'appareil utilisé, dans lesquelles l'immuno-analyse peut être utilisée pour déceler la séquence de la protéine cible;
- une plaque de microtitrage enduite d'anticorps,
- un anticorps secondaire conjugué enzyme,
- un substrat enzymatique pour le développement chromogène, et

- un tampon de lavage et un tampon d'extraction d'échantillon.
- une description de la méthode de détection de la protéine
- des échantillons témoins et des standards appropriés.
- la description des calculs utilisés pour obtenir le résultat.

20. La méthode devrait remplir les conditions ci-après:

- les méthodes fondées sur les protéines devraient permettre la détection, l'identification et/ou la quantification sans équivoque d'un antigène ou d'épitope spécifique.
- les méthodes de sélection fondées sur l'ADN sont utilisées pour déceler la présence d'un ADN cible dans une multiplicité d'organismes. Par exemple, les méthodes de sélection qui sont utilisées pour détecter des événements de transformation multiples devraient permettre la détection d'une séquence d'ADN cible qui est commune à plusieurs événements de transformation.
- les méthodes spécifiques fondées sur l'ADN qui sont utilisées pour la détection, l'identification et/ou la quantification sans équivoque d'un organisme spécifique qui pourrait être mêlé à des organismes analogues devraient permettre la détection, l'identification et/ou la quantification sans équivoque d'une séquence d'ADN cible qui est unique ou spécifique de cet organisme. Par exemple, les méthodes spécifiques de la cible qui sont utilisées pour la détection d'un événement de transformation unique devraient permettre la détection, l'identification et/ou la quantification sans équivoque d'une séquence d'ADN qui est unique ou spécifique de cet événement de transformation. Pour l'authentification des aliments, la séquence spécifique de la cible devrait définir uniquement le taxon demandé.
- les méthodes spécifiques du taxon fondées sur l'ADN utilisées pour la détection ou la quantification relative de l'ADN cible devraient permettre la détection, l'identification et la quantification sans équivoque d'une séquence d'ADN qui est unique ou spécifique de ce taxon.
- pour les méthodes spécifiques du taxon et de la cible utilisées dans la quantification relative, l'identification du fragment amplifié, par exemple par hybridation de sonde ou tout procédé équivalent approprié, est recommandée.

Section 3.1.4 – Unités de mesure et présentation des résultats

21. Des unités de mesure appropriées (par exemple, nombre de copies cibles ou équivalents molaires), des critères de performance et de présentation des données devraient être définis pour ces méthodes avant de les utiliser. Pour l'analyse quantitative, les résultats peuvent être exprimés comme présent ou non détecté ce qui explique qu'il n'y a pas d'unité de mesure.

22. Les mesures peuvent être exprimées de manière explicite en tant que poids/poids ou en pourcentage relatif. Cependant, aucune des méthodes de détection actuelles (qu'elles soient fondées sur l'ADN ou sur les protéines) ne sont à même de mesurer cela directement.

Section 3.1.5 – Incertitude de mesure

23. Comme le mentionne les Directives du Codex sur l'incertitude des mesures (CAC/GL 54-2004), les laboratoires doivent estimer l'incertitude de leurs mesures quantitatives. La préparation de l'échantillon et les méthodes d'analyse sont deux sources importantes d'erreur qui devraient être prises en compte lors de l'évaluation d'une mesure d'analyse. Les analystes utilisant des méthodes qui ont été validées conformément aux présentes lignes directrices devraient disposer d'informations suffisantes pour leur permettre d'estimer l'incertitude des résultats.

24. Pour de plus amples détails, consulter les Directives du Codex sur l'incertitude des mesures (CAC/GL 54-2004), le Manuel de procédure du Codex, section intitulée "*Utilisation des résultats analytiques: plans d'échantillonnage, rapports entre les résultats analytiques, l'incertitude de mesure, les facteurs de récupération et les dispositions dans les normes Codex*".

Section 3.1.6 – Approche modulaire de la validation de la méthode

25. La « méthode » s'entend de toutes les procédures expérimentales requises pour estimer le mesurande dans une matrice particulière. Il peut s'agir pour un matériau particulier des méthodes d'extraction de l'ADN ou de la protéine et de la quantification finale dans un système PCR ou de dosage immunologique, ou d'une détermination de la présence ou de l'absence de l'analyte par une méthode qualitative. Dans un tel cas, toute la chaîne qui va de l'extraction à l'étape d'analyse constitue une méthode. Il est cependant possible d'utiliser la même méthode de préparation des échantillons (par exemple, broyage) en association avec le processus d'isolement du même ADN ou de la même protéine pour plusieurs analyses ultérieures différentes pour des raisons d'efficacité économique à condition que les processus de la méthode validée restent les mêmes.

26. Il serait inapproprié de substituer des processus, comme un processus d'isolement de protéine ou d'ADN différent, dans une méthode validée sans mener des études supplémentaires pour montrer que la substitution n'a pas d'incidence sur la performance de la méthode.

Section 3.2 – Exigences concernant les essais collaboratifs

Section 3.2.1 – Informations générales

27. Un essai collaboratif a pour but de valider les données obtenues lors d'essais précédents réalisés dans le cadre d'activités de prévalidation ou de laboratoire unique et de déterminer la fidélité de la méthode sur le plan de la répétabilité et de la reproductibilité.

28. Les valeurs de tous les paramètres de performance obtenues dans des études de validation devraient être interprétées et comparées avec soin. Les valeurs exactes et leur interprétation peuvent dépendre – outre de la performance de la méthode – de l'étendue de la méthode.

29. Lorsqu'un essai collaboratif a été réalisé conformément à la norme ISO 5725:1994 ou au Protocole harmonisé AOAC/UIPAC, les données ainsi obtenues peuvent être utilisées pour apprécier l'acceptabilité de la méthode.

Section 3.2.2 – Exigences de performance minimale

30. Dans un essai collaboratif, la performance de la méthode devrait être conforme aux éléments pertinents des critères d'acceptation de la méthode et aux exigences de performance de la méthode ci-après établies spécifiquement pour l'essai collaboratif. Il faudrait évaluer en particulier la conformité aux critères en matière de sensibilité, d'écarts-types de répétabilité/reproductibilité et de justesse.

31. Outre les critères d'acceptation de la méthode, il faudrait au moins évaluer les exigences de performance des méthodes énumérées à l'Appendice I en fonction des données expérimentales obtenues dans un essai collaboratif.

32. Les méthodes et les données de validation qui y sont associées seront l'objet d'un examen périodique, car les connaissances scientifiques et l'expérience acquise dans les essais collaboratifs et la validation sont amenées à évoluer. Les présentes lignes directrices sont aussi complétées par des informations pratiques sur les étapes opérationnelles du processus de validation.

Section 3.2.3 – Matériaux d'essai à utiliser dans un essai collaboratif

33. En principe, la méthode devrait être applicable à la matrice concernée (c'est-à-dire pour laquelle une spécification a été formulée) et testée sur elle.

34. Les effets des matériaux ou matrices sur l'étape d'extraction dans un protocole sont importants pour toutes les analyses. Lorsque les résultats d'une étude de validation sont communiqués, il importe d'inclure dans le rapport les détails concernant la matrice analysée, et de signaler aussi si une protéine ou un ADN purifié ont été utilisés comme cible de l'analyse.

Section 3.2.4 – Renseignements spécifiques sur la validation des méthodes

35. Des renseignements spécifiques sur la validation des méthodes PCR quantitative et qualitative figurent aux Appendices II et III respectivement.

36. On trouvera à l'Appendice IV des renseignements sur la validation des méthodes quantitatives et qualitatives fondées sur les protéines.

SECTION 4 – EXIGENCES DU CONTRÔLE DE QUALITÉ

Section 4.1 – Qualité des laboratoires

37. La norme CAC/GL 27 donne des orientations aux laboratoires auxquels il est fait appel dans le cadre de l'importation et de l'exportation de denrées alimentaires. Ces orientations reposent sur la conformité à la norme ISO/IEC 17025, les essais d'aptitude et le contrôle interne de la qualité ainsi que l'utilisation de méthodes d'analyse validées conformément aux exigences du Codex .

Section 4.2 – Matériau de référence

38. Un matériau de référence approprié est en général exigé pour la validation d'une méthode. Plusieurs matrices peuvent être utilisées pour élaborer des matériaux de référence ou des normes de travail pour les méthodes de détection des séquences d'ADN et des protéines. Chacune a ses propres avantages et inconvénients selon l'utilisation prévue. La présentation physique du matériau de référence détermine son utilisation pour une méthode donnée. En ce qui concerne les matériaux broyés, les différences dans la répartition granulométrique entre les matériaux de référence et les échantillons de routine peuvent avoir une incidence sur l'efficacité de l'extraction de la protéine ou de l'ADN cible et sur la reproductibilité de la méthode du fait d'erreurs d'échantillonnage.

39. Le matériau de référence pour les méthodes fondées sur l'ADN peut être une matrice contenant l'analyte, de l'ADN extrait d'une matrice contenant l'analyte, un plasmide contenant l'ADN spécifique, ou lorsque des matériaux de référence certifiés ne sont pas disponibles, des matériaux de l'échantillon de contrôle, par exemple provenant de programmes d'essais d'aptitude. En cas d'utilisation d'ADN plasmidique ou amplifié, l'ADN spécifique de la cible et/ou du taxon à incorporer dans le plasmide ou dans l'amplicon doit être choisi après un examen attentif afin d'assurer que l'ADN plasmidique ou amplifié est apte au but poursuivi.

40. Les matériaux de référence pour les méthodes de détection des protéines peuvent être la protéine elle-même purifiée de microbes recombinant (comme *E. coli*), une matrice de plante broyée (en général feuille ou grain), ou une fraction de l'aliment transformé.

SECTION 5 – INFORMATIONS TECHNIQUES ET MÉTHODOLOGIQUES

Les aspects techniques et méthodologiques des méthodes fondées sur l'ADN et sur les protéines sont énumérés ci-après à titre de références:

Allmann M, Candrian U, Hoefelein C and Luethy J (1993). Polymerase Chain Reaction (PCR): a possible alternative to immunochemical methods assuring safety and quality of food. *Lebensm. Unters. Forsch* 196:248-251.

Anklam E, Gadani F, Heinze P, Pijnenburg H and Van den Eede G (2002). Analytical methods for Detection and Determination of Genetically Modified Organisms (GMO's) in Agricultural Crops and Plant-derived Food Products. *European Food Research and Technology* 214:3-26.

Asensio L (2007). Examen PCR-based methods for fish and fishery products authentication. *Trends in Food Science & Technology* 18(11): 558-566.

Asensio L, Gonzalez I, Garcia T and Martin R (2008). Determination of food authenticity by enzyme-linked immunosorbent assay (ELISA). *Food Control* 19:1-8.

Carnegie, PR (1994). Quality control in the food industries with DNA technologies. *Australas. Biotechnol.* 4(3):146-9.

Chapela MJ, Sotelo CG, Pérez-Martín RI, Pardo MA, Pérez-Villareal B, Gilardi P and Riese J (2007). Comparison of DNA extraction methods from muscle of canned tuna for species identification. *Food Control.* 18(10):1211-1215

Manuel de procédure de la Commission du Codex Alimentarius. Utilisation des résultats analytiques: plans d'échantillonnage, rapports entre les résultats analytiques, l'incertitude de mesure, les facteurs de récupération et les dispositions dans les normes Codex.

CAC/GL 54-2004. Directives du Codex sur l'incertitude des mesures.

- Colgan S, O'Brien LO, Maher M, Shilton N, McDonnell K and Ward S (2001). Development of a DNA-based assay for species identification in meat and bone meal. *Food Research International* 34(5):409-414.
- Dahinden I, von Büren M and Lüthy J (2001). A Quantitative competitive PCR system to detect contamination of wheat, barley or rye in gluten-free food for coeliac patients. *European Food Research and Technology* 212(2):228-233.
- Dieffenbach CW and Dveksler GS (1993). Setting up a PCR laboratory. *PCR Methods Appl.* 3(2):S2-7.
- Norme ISO 5725-1996: Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes. Genève: Organisation internationale de normalisation.
- Norme ISO 21569:2005 Produits alimentaires - Méthodes d'analyse pour la détection des organismes génétiquement modifiés et des produits dérivés - Méthodes qualitatives basées sur l'utilisation des acides nucléiques. Genève: Organisation internationale de normalisation.
- Norme ISO 21570:2005 Produits alimentaires - Méthodes d'analyse pour la détection des organismes génétiquement modifiés et des produits dérivés - Méthodes quantitatives basées sur l'utilisation des acides nucléiques. Genève: Organisation internationale de normalisation.
- Norme ISO/DIS 24276:2006. Produits alimentaires - Méthodes d'analyse basées sur l'utilisation des acides nucléiques pour la détection des organismes génétiquement modifiés et des produits dérivés - Exigences générales et définitions. Genève: Organisation internationale de normalisation.
- Norme ISO/IEC 17025:2005. Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essai. Genève: Organisation internationale de normalisation.
- Grothaus GD, Bandla M, Currier T, Giroux R, Jenkins R, Lipp M, Shan G, Stave J., and V. Pantella (2007). Immunoassay as an Analytical Tool in Agricultural Biotechnology. *Journal of AOAC International*. 85: 3, pp 780-786.
- Holst-Jensen A. and Berdal KG (2004). The modular analytical procedure and validation approach and the units of measurement for genetically modified materials in foods and feeds. *Journal of AOAC International* 87(4):927-36.
- Horwitz E. ISO/AOAC/IUPAC Harmonized Protocol for the Design, Conduct and Interpretation of Method-Performance Studies (1995). *Pure and Applied Chemistry* 67:331-343.
- Kwok S and Higuchi R (1989). Avoiding false positives with PCR. *Nature* 339(6221):237-238.
- Lipp M, Shillito R, Giroux R, Spiegelhalter F, Charlton S, Pinero D and Song P (2005) Polymerase Chain Reaction Technology as an analytical tool in Agricultural Biotechnology. *Journal of AOAC International* 88 (1):36-155.
- Meyer R, Candrian U (1996). PCR-based DNA Analysis for the Identification and Characterization of Food Components. *Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie*. 29(1-2):1-9.
- Mifflin TE (2007) Setting Up a PCR Laboratory. *Cold Spring Harbor Protocols* 14 (doi:10.1101/pdb.top14)
- Miraglia M, Berdal KG, Brera C, Corbisier P, Holst-Jensen A, Kok EJ, Marvin HJP, Schimmel H, Rentsch J, van Rie JPPF and Zagon J (2004). Detection and traceability of genetically modified organisms in the food production chain. *Food and Chemical Toxicology* 42:1157-1180.
- Newton CR, Herbitter A and Gubler U (1995). PCR: Essential Data. Hoboken (NJ): J. Wiley & Sons.
- Olexova L, Dovičovičová L, Švec M, Siekel P, Kuchta T. (2006). Detection of gluten-containing cereals in flours and "gluten-free" bakery products by polymerase chain reaction. *Food Control* 17(3):234-237.
- Poms, RE; Klein CL, Anklam E (2004). Methods for allergen analysis in food: a review. *Food Addit. Contam.* 21(1):1-31.
- Trapmann S, Burns M, Broll H, Macarthur R, Wood RKS, Žel Jana (2009). Guidance document on measurement uncertainty for GMO testing laboratories. *EUR - Scientific and technical research series*. Luxembourg: Office for official publications of the European communities.

Turci M, Sardaro MLS, Visioli G, Maestri E, Marmioli, M and Marmioli N (2010). Evaluation of DNA extraction procedures for traceability of various tomato products. *Food Control*. 21(2):143-149.

Williams R. (2005). Gene tests served up to tell fine foods from fakes. *Nature* 434:262.

Woolfe M and Primrose S (2004). Food forensics: using DNA technology to combat misdescription and fraud. *Trends in Biotechnology* 22(5):222-6.

APPENDICE I: INFORMATIONS EXIGÉES LORSQUE DES MÉTHODES DOIVENT ÊTRE EXAMINÉES EN VUE DE LEUR VALIDATION

DESCRIPTION DE LA MÉTHODE

1. Une description complète et détaillée de toutes les composantes de la méthode devra être fournie. L'utilisation de plaques multiples pour les méthodes fondées sur la PCR ou sur les protéines, par exemple, devra être traitée de manière explicite. La description inclura aussi des informations sur le champ d'application de la méthode et l'unité de mesure sera clairement indiquée, ainsi que ce qui suit:

Objectif et pertinence de la méthode

2. L'objectif de la méthode devra être indiqué. La méthode devra être apte à l'usage prévu.

Fondement scientifique

3. Les grandes lignes des principes scientifiques sur lesquels la méthode est fondée (par ex., la biologie moléculaire sur laquelle repose l'utilisation d'une méthode PCR en temps réel) devront être présentées.

Spécification du modèle prédictif ou du modèle mathématique requis pour la méthode

4. Les techniques fondées sur l'ADN ou sur les protéines utilisées pour détecter et quantifier les séquences d'ADN et les protéines reposent sur des principes différents. Dans les méthodes PCR, l'ADN cible est amplifié de manière exponentielle. De plus, l'analyse quantitative par PCR en temps réel repose souvent sur deux épreuves PCR indépendantes: une pour l'ADN cible et une autre pour la séquence spécifique du taxon. Contrairement à la PCR, les épreuves immunologiques impliquent la liaison d'une ou plusieurs couches d'anticorps à chaque molécule cible initiale, et l'amplification du signal est proportionnelle au nombre de molécules rapporteur et, le cas échéant, au temps de réaction enzymatique.

5. Si le calcul des résultats s'appuie sur une relation mathématique, cette dernière doit être décrite et indiquée (par ex., méthode $\Delta\Delta Ct$, ou une droite de régression ou une courbe de calibrage obtenue par d'autres moyens). Des instructions permettant une application correcte du modèle devront être fournies. Il pourra s'agir, selon la méthode, d'un nombre et d'une fourchette recommandés des niveaux à analyser, du nombre minimal de répliques et/ou de dilutions à inclure pour les analyses de routine ou les moyennes et intervalles de confiance pour évaluer la qualité de l'ajustement.

INFORMATIONS SPÉCIFIQUES REQUISES POUR LES MÉTHODES FONDÉES SUR L'ADN

6. Les autres informations énumérées ci-après devront être fournies pour les procédures fondées sur l'ADN, en particulier:

Paires d'amorces

7. Les méthodes générales doivent fournir les paires d'amorces définies et la séquence qu'elles ciblent. Les recommandations relatives à l'efficacité et/ou l'utilisation des amorces doivent être clairement énoncées, y compris si les amorces sont aptes à la sélection et/ou la quantification.

- *Longueur de l'amplicon*

8. La transformation des aliments entraîne en général une dégradation de l'ADN cible. La longueur du produit amplifié peut avoir une incidence sur la performance de la PCR. La sélection d'amplicons de plus petite taille (dans des limites raisonnables) augmentera la possibilité d'obtenir un signal positif dans l'analyse des produits alimentaires ayant subi une forte transformation. En général, la longueur du fragment amplifié pour la séquence d'ADN spécifique du taxon et la séquence cible devrait se situer dans la même fourchette.

- *si la méthode est spécifique d'un instrument ou d'une substance chimique*

9. Plusieurs instruments ou substances chimiques en temps réel sont à l'heure actuelle disponibles. Ces instruments et substances chimiques peuvent avoir des performances différentes comme la stabilité des réactifs, les caractéristiques de chauffage et de refroidissement, qui ont une incidence sur la vitesse de montée et sur le temps requis pour une épreuve PCR complète.

10. Outre les différences dans le système de chauffage et de refroidissement, il existe des différences dans la technique et le logiciel utilisés pour induire et ensuite enregistrer la fluorescence. La détection et la quantification de la fluorescence pourraient aussi varier selon les instruments d'enregistrement et le logiciel utilisés. Les méthodes qualitatives tendent en général à être moins spécifiques à un instrument que les méthodes quantitatives.

11. Les méthodes dépendent en général des instruments et des chimies et ne peuvent pas être transférées à d'autres matériels et substances chimiques sans évaluation et/ou modification.

• *si des amplifications PCR de type uniplexe ou multiplexe sont effectuées*

12. On entend par PCR multiplexe l'utilisation de plusieurs séries d'amorces dans une réaction unique.

13. Les informations fournies devront montrer la robustesse de la méthode aux fins de la transférabilité interlaboratoires. Cela signifie que la méthode aura été testée par au moins un autre laboratoire outre celui qui en est l'auteur. Il s'agit d'une condition préalable pour que la validation de la méthode soit menée à bonne fin.

INFORMATIONS SPÉCIFIQUES EXIGÉES POUR LES MÉTHODES FONDÉES SUR LES PROTÉINES

14. Les informations supplémentaires énumérées ci-après devront être fournies pour les procédures fondées sur les protéines, en particulier:

Applicabilité de l'essai

15. La transformation des aliments entraîne en général une dégradation ou une dénaturation de la protéine cible, ce qui peut se traduire par une modification importante de l'immuno-réactivité. L'applicabilité des immuno-essais aux produits transformés cibles devra être évaluée. Les résultats empiriques obtenus lors des essais menés pour vérifier l'applicabilité de la méthode aux aliments transformés cibles devront être présentés.

Effet crochet

16. Dans un essai sur plaque avec dispositif de flux latéral fondé sur un anticorps, un effet crochet (saturation) pourrait donner un résultat faux négatif. Il faudra démontrer de façon détaillée que la plage de mesure de concentration couvre largement les besoins pratiques des échantillons analytiques cibles. Les résultats empiriques obtenus par l'essai effectué pour déceler un éventuel effet crochet dans les matrices cibles devront donc être présentés.

Méthode de confirmation

17. Pour les immuno-essais, il peut y avoir réaction croisée entre les anticorps et d'autres protéines présentes dans la matrice; il est donc nécessaire de démontrer la sélectivité des essais. On peut utiliser une autre méthode de confirmation. Les résultats empiriques obtenus par les deux méthodes avec des aliquotes des mêmes échantillons d'analyse de concentration connue peuvent être présentés.

INFORMATION SUR LA PERFORMANCE DE LA MÉTHODE.

Essai de sélectivité

18. La méthode doit préciser clairement l'utilisation de témoins négatifs appropriés, comme le matériau dérivé de plante ou d'animal, les différentes souche ou la séquence de l'ADN cible qui devront être utilisées à cette fin, si elles ont été définies.

19. Les résultats empiriques obtenus par l'essai de la méthode avec l'ADN d'espèces ou de variétés non cibles et l'ADN du matériau de l'espèce ou de la variété de référence devront être présentés. Cet essai devra comprendre des matériaux étroitement apparentés et des cas où les limites de sensibilité sont réellement testées. De plus, il peut être approprié, notamment pour la séquence de l'ADN spécifique du taxon, de tester d'autres sources d'aliments semblables afin de réduire la possibilité d'obtenir un faux positif.

20. De même, pour les méthodes fondées sur les protéines, les résultats obtenus par l'essai de la méthode avec des protéines d'espèces/variétés/caractères non cibles et étroitement pertinents et la protéine cible purifiée et/ou des matériaux témoins positifs de référence devront être présentés.

Essai de stabilité

21. Les résultats empiriques obtenus par l'essai des méthodes (pour détecter les séquences d'ADN de référence et d'ADN cible, ou les protéines) avec des espèces, des sous-espèces, des variétés, des cultivars, des lignées animales ou des souches microbiennes différents, selon qu'il convient, peuvent être fournis afin de montrer, par exemple, la stabilité du nombre de copies et de la conservation de la séquence de l'ADN du gène spécifique du taxon de référence, ou la stabilité de l'expression de la protéine.

22. Pour les méthodes fondées sur les protéines, les résultats obtenus par l'essai des méthodes avec le matériau cible et ses produits dérivés et/ou transformés, selon qu'il convient, devront être présentés afin de démontrer la stabilité de la forme immunoréactive de la protéine.

Essai de sensibilité

23. Les résultats empiriques obtenus par l'essai de la méthode à différentes concentrations afin de tester sa sensibilité devront être fournis. Les limites de détection doivent être définies à l'aide d'échantillons comprenant seulement des ingrédients uniques. Pour les produits alimentaires comprenant des ingrédients multiples, la sensibilité réelle sera réduite, car la totalité de l'ADN extrait sera calculée à partir de plusieurs ingrédients ce qui fait que la quantité initiale du mesurande réel sera diminuée.

24. La limite de détection devra être déterminée pour chaque méthode et chaque matrice, si nécessaire.

Essai de robustesse

25. Les résultats empiriques obtenus par l'essai de la méthode en fonction de variations faibles mais délibérées de paramètres de la méthode devront être fournis.

Efficacité de l'extraction

26. Les résultats empiriques obtenus par l'essai de la méthode pour l'efficacité de son extraction dans chaque matrice devront être présentés pour démontrer que l'extraction est suffisante et reproductible. Pour la détection quantitative, il peut être nécessaire de fournir la méthode de calibrage pour l'extraction incomplète.

APPLICATION PRATIQUE DE LA MÉTHODE***Applicabilité***

27. La matrice (par ex., aliment transformé, matières brutes, etc.), le type d'échantillons et la fourchette dans laquelle la méthode peut s'appliquer devront être indiquées. Les limites pertinentes de la méthode devront aussi être traitées (par ex., inférence par d'autres analytes ou inapplicabilité à certaines situations). Les limites peuvent aussi inclure, autant que possible, les éventuelles restrictions dues aux coûts, au matériel ou aux risques spécifiques ou non spécifiques pour l'opérateur et/ou pour l'environnement.

Caractéristiques opérationnelles et possibilité d'application pratique de la méthode

28. Le matériel nécessaire pour l'application de la méthode devra être énoncé clairement, en ce qui concerne l'analyse elle-même et la préparation des échantillons. Des renseignements sur les coûts, les difficultés d'ordre pratique et tout autre facteur qui pourrait être important pour les opérateurs devront aussi être présentés.

Concept expérimental

29. Le concept expérimental, avec des détails sur le nombre d'essais, d'échantillons, de répétitions, de dilutions etc. devra être décrit.

Compétences requises de la part de l'opérateur

30. Une description des compétences pratiques nécessaires pour appliquer comme il convient la méthode proposée devra être fournie.

CONTRÔLES ANALYTIQUES

31. L'utilisation correcte des contrôles durant l'application de la méthode devra, le cas échéant, être indiquée. Les contrôles devront être clairement spécifiés et leur interprétation consignée. Ils peuvent inclure des contrôles positifs ou négatifs, leur contenu détaillé, dans quelle mesure ils doivent être utilisés et l'interprétation des valeurs obtenues.

32. Il faudra indiquer notamment ce qui suit:

- Types de contrôles analytiques utilisés:
 - i. Contrôles positifs et négatifs
 - ii. Contrôle interne le cas échéant (compétitif ou non compétitif)
 - iii. Autres types de contrôle comme contrôle de la matrice (pour confirmer que l'échantillon a été ajouté à la PCR) ou opérations d'extraction.
- Échantillons témoins.
- Matériaux de référence utilisés.

PERFORMANCE DE LA MÉTHODE

33. Les données relatives aux critères mentionnés à la Section 2.2 “ Critères généraux des méthodes ” devront être fournies, ainsi qu'une évaluation générale indiquant que la méthode est apte au but poursuivi.

APPENDICE II: VALIDATION D'UNE MÉTHODE PCR QUANTITATIVE

INTRODUCTION

1. L'analyse fondée sur l'ADN est en général effectuée par PCR. Cette technique amplifie un segment spécifique d'ADN jusqu'au point où sa quantité peut être mesurée par un instrument (par exemple, par des moyens fluorométriques). Les opérations de transformation des aliments (par exemple, par la chaleur, les enzymes ou le cisaillement mécanique) peuvent entraîner une dégradation ou une réduction de la quantité totale d'ADN. Il sera préférable de concevoir des méthodes permettant d'amplifier des séquences d'ADN spécifiques de la cible ou du taxon relativement courtes.

2. Les déterminations quantitatives sont souvent exprimées en pourcentage d'une séquence d'ADN spécifique de la cible par rapport à une séquence d'ADN spécifique du taxon. Dans un essai quantitatif, cette mesure implique en réalité deux déterminations fondées sur la PCR – celle de la séquence d'ADN spécifique de la cible et celle de la séquence endogène ou spécifique du taxon). Chacune de ces déterminations a ses propres incertitudes, et vraisemblablement des caractéristiques de mesure différentes. Dans la plupart des applications, la séquence d'ADN cible sera présente à de faibles concentrations, et la séquence d'ADN spécifique du taxon sera présente à des concentrations 10 à 1000 fois supérieures. Il est donc important que les deux mesures soient correctement validées. Dans les cas où la mesure est exprimée directement en pourcentage, ces facteurs doivent être pris en compte dans la validation de la méthode. Les résultats peuvent être indiqués dans d'autres unités de mesure comme les nombres de copies.

3. En conséquence, l'analyse de l'ADN, en particulier dans les aliments transformés, cherche à détecter une très petite quantité d'ADN spécifique de la cible, souvent de l'ordre du nanogramme/gramme ou moins. Le résultat d'une analyse PCR quantitative est souvent exprimé en pourcentage comme la quantité relative de l'ADN cible par rapport à la quantité totale d'ADN du taxon de référence/de l'espèce dans une matrice alimentaire spécifique. La matrice alimentaire peut aussi contenir des quantités importantes d'ADN provenant d'un grand nombre d'autres espèces/taxons.

4. La validation des méthodes comporte deux phases. La première est une validation interne de tous les paramètres énoncés ci-dessus à l'exception de la reproductibilité. La seconde est un essai collaboratif, dont le principal produit est une mesure de la répétabilité et de la reproductibilité en même temps que des renseignements détaillés sur la transférabilité des méthodes entre les laboratoires. Il est fortement recommandé d'effectuer un essai collaboratif à petite échelle afin de vérifier la robustesse générale d'une méthode particulière avant de faire la dépense d'un essai à grande échelle. Lorsqu'il s'avère nécessaire d'améliorer une méthode ou sa description, l'essai préalable n'entraîne que des dépenses limitées alors que l'échec d'une validation complète interlaboratoires, dû à une description ambiguë, est très coûteux. Par ailleurs, il convient d'indiquer que l'application d'une méthode déjà validée dans un laboratoire doit inclure les expériences nécessaires pour confirmer que la méthode en question donne les mêmes résultats dans les conditions locales que lors de la validation interlaboratoires. Il importe de noter qu'une méthode devrait être validée en utilisant les conditions dans lesquelles elle sera appliquée.

VALIDATION

5. Un essai de PCR quantitative devrait être validé pour l'utilisation ou l'application prévue. La norme ISO 5725:1996 ou le Protocole harmonisé AOAC/UIPAC ont été élaborés pour les méthodes d'analyse chimique. Ils définissent les procédures requises pour valider une méthode. Il importe de souligner que tous les principes et règles du protocole harmonisé s'appliquent aux méthodes de PCR quantitative

6. Plusieurs paramètres concernant la validation de la performance d'un essai de PCR quantitative seront examinés en détail. Il s'agit du champ d'application, des limites de détection (LOD) et de quantification (LOQ), de la justesse, de la fidélité, de la sensibilité et de la robustesse. Les autres facteurs importants sont les critères d'acceptation et l'interprétation des résultats, ainsi que les unités dans lesquelles sont exprimés les résultats.

7. L'interprétation des valeurs en pourcentage fait l'objet d'une discussion scientifique générale. Il est jusqu'ici admis qu'il n'existe pas de relation fiable entre le poids et le nombre de copies en raison de l'incertitude de la corrélation entre le poids des ingrédients et le nombre de molécules d'ADN. Les calculs

poids/poids et nombre de copies/nombre de copies sont tous deux acceptables à condition de les mentionner clairement au moment de donner les résultats.

8. Tous les paramètres énumérés ci-après, notamment la sélectivité et la sensibilité, doivent être évalués individuellement pour chacun des essais concernés, y compris les essais PCR spécifiques de la référence et de la cible. L'ordre dans lequel ils sont énumérés ne reflète pas nécessairement leur ordre d'importance.

Applicabilité

9. Les analytes, matrices et concentrations pour lesquels une méthode d'analyse peut être utilisée devraient être indiqués.

10. Il est demandé qu'une méthode d'extraction, indépendamment de la matrice à laquelle elle doit être appliquée, produise de l'ADN dont la quantité, l'intégrité structurelle et la pureté sont suffisantes pour permettre une évaluation appropriée de la performance des étapes ultérieures de la méthode à effectuer (par exemple, amplification adéquate de l'ADN durant l'étape PCR).

11. Dans l'analyse PCR en temps réel, les valeurs Ct peuvent être utilisées pour estimer l'efficacité de la PCR. Pour s'en assurer, on peut par exemple établir des séries de dilution de l'ADN matrice et déterminer pour chaque dilution la valeur Ct (Le nombre limite de cycles auquel le signal de fluorescence mesuré traverse une valeur limite définie par l'utilisateur entre les dilutions). Dans l'idéal, lorsque l'efficacité de l'amplification est de 100 pour cent, une double réduction de la quantité d'ADN cible ajoutée à la PCR entraînera une augmentation de la valeur Ct de un. Il s'ensuit que si l'ADN est dilué 10 fois, la différence théorique des Ct entre l'ADN dilué et non dilué devrait être approximativement de 3,32. Ces chiffres sont théoriques et peuvent ne pas être obtenus dans des situations réelles. Des écarts significatifs par rapport à cette relation peuvent indiquer que l'ADN extrait contient des inhibiteurs de PCR, que la solution d'ADN n'est pas homogène ou que la quantité d'ADN est si faible que la variation stochastique de la quantité d'ADN dans les réactions produit des estimations quantitatives non fiables. Cela est aussi le cas pour les réactions PCR en point final effectuées en utilisant des sondes fluorescentes.

Fourchette dynamique – Fourchette de quantification

12. Le champ d'application des méthodes définit la fourchette de concentration dans laquelle l'analyte sera déterminé de façon fiable. La quantité relative d'ADN spécifique du taxon par rapport à l'ADN total dans un extrait d'ADN variera, selon que l'ADN provient d'un ingrédient unique ou d'une matrice alimentaire complexe. Cette fourchette de concentration souhaitée définit les courbes d'étalonnage et un nombre suffisant d'étalons doit être utilisé, le cas échéant par exemple avec des courbes de calibrage, afin de définir de façon adéquate la relation entre la concentration et la réponse. Cette relation devrait être démontrée comme étant continue, reproductible et devrait être linéaire après transformation appropriée.

13. La fourchette d'une méthode quantitative spécifique de la cible est en principe conçue pour se situer entre près de zéro et 100 pour cent concernant l'ADN spécifique du taxon (poids/poids). Il est toutefois courant de valider une méthode pour une fourchette de concentrations correspondant à la portée de l'application. Si une méthode est validée pour une fourchette de valeurs donnée, la fourchette ne peut pas être étendue sans une nouvelle validation. Pour certaines applications (par exemple, l'analyse de grains ou d'aliments), on peut envisager d'utiliser l'ADN génomique pour la préparation de la courbe d'étalonnage (voir plus loin l'examen de l'utilisation de l'ADN plasmidique). S'il est facile d'établir un étalon 100 pour cent nominal, il est difficile de produire de manière fiable des solutions-étalons en dessous de 0,1 pour cent. De plus, le nombre de sites cibles (séquences d'ADN à amplifier) devient si petit que les erreurs stochastiques commenceront à dominer et l'analyse risque d'être moins fiable.

14. L'ADN choisi comme calibrateur doit être retracé (au sens métrologique) jusqu'à une référence d'un ordre métrologique plus élevé, par exemple un matériau de référence certifié. La fourchette sera établie en confirmant que la procédure PCR fournit un degré acceptable de linéarité et de justesse lorsqu'elle est appliquée à des échantillons contenant des quantités d'analyte se situant dans ou aux extrémités de la fourchette spécifiée de la procédure.

15. Les caractéristiques uniques de la PCR quantitative imposent des restrictions particulières sur l'extrémité basse de la fourchette dynamique d'une PCR quantitative. Il est en effet difficile de déterminer les valeurs de la LOD et de la LOQ du fait de la distribution non normale des variances dans les valeurs de cette fourchette.

Limite de détection (LOD) et limite de quantification (LOQ)

16. Lorsque la validation d'un essai PCR quantitatif montre que l'essai peut mesurer l'ADN à (par exemple) 0,1 pour cent avec une justesse et une fidélité acceptables, il est souvent inutile de déterminer la LOD et la LOQ, car la méthode n'est appliquée qu'au-dessus de la fourchette où elles sont pertinentes. Toutefois, si la méthode est utilisée à des concentrations proches de la LOD et de la LOQ (en général, entre 0,01 et 0,05 pour cent) l'évaluation de ces limites (LOD et LOQ) doit faire partie de la procédure de validation.

17. Dans la PCR quantitative, la distribution des valeurs de mesure pour les blancs n'est pas gaussienne et suit en général une distribution de Poisson. Si la LOD est nécessaire, elle doit être déterminée expérimentalement. Pour les méthodes quantitatives, la LOD est la quantité d'analyte à laquelle la méthode d'analyse détecte la présence de l'analyte dans au moins 95 pour cent des cas (≤ 5 pour cent de résultats faux négatifs).

18. Pour une méthode quantitative, il importe de savoir si la LOQ pour une matrice particulière est proche des valeurs à mesurer. La LOQ doit être déterminée expérimentalement étant donné que la mesure de la distribution pour la PCR quantitative n'est pas normalement distribuée.

19. Dans la pratique, deux procédures ont été utilisées pour déterminer la LOQ. La première consiste à doser un certain nombre d'échantillons conventionnels auxquels on a ajouté des quantités connues d'analyte. La LOQ est alors la teneur à laquelle la variabilité du résultat est conforme à certains critères préétablis (comme ± 2 écarts-type à partir du point de données d'étalonnage le plus bas, etc.). L'extraction de l'ADN peut toutefois s'avérer difficile pour certaines matrices, par exemple, les amidons ou le ketchup, et il faudra dans certains cas accepter des efficacités d'extraction inférieures. Lorsque ces dernières sont basses, il faudra l'indiquer dans les données de validation et dans le rapport d'analyse. Une procédure plus complète consiste à tester la méthode en utilisant des échantillons qui contiennent des quantités connues d'analyte. Cette procédure est plus compliquée car elle nécessite d'avoir accès à des quantités importantes de matériaux de référence contenant une fourchette connue de concentrations de séquences de l'ADN concerné.

Praticabilité

20. La praticabilité de la méthode doit être évaluée en fonction de paramètres comme: la quantité d'échantillons qui peuvent être traités pendant un temps donné, les coûts fixes estimés pour appliquer la méthode et le coût approximatif par échantillon, les difficultés pratiques rencontrées dans l'utilisation quotidienne ou dans des conditions particulières, ainsi que d'autres facteurs qui peuvent être importants pour les opérateurs.

Écart-type de répétabilité (RSD_r)

21. L'écart-type de répétabilité relatif pour l'étape de la PCR devrait être ≤ 25 pour cent dans toute la fourchette dynamique de la méthode.

Écart-type de reproductibilité (RSD_R)

22. L'écart-type de reproductibilité relatif pour l'étape de la PCR devrait être inférieur à 35 pour cent dans la majorité de la fourchette dynamique, sauf à la limite de quantification où RSD_R pourrait être supérieur.

Robustesse

23. On entend par robustesse la mesure de la capacité d'une méthode analytique de ne pas être affectée par des variations faibles mais délibérées dans les paramètres de la méthode; elle donne une indication de sa fiabilité durant une utilisation normale. On peut citer comme exemple de ces variations: les volumes de réaction (par exemple, 29 vs. 30 μ l), la température d'anneauage (par exemple, $\pm 1^\circ\text{C}$) et/ou d'autres variations pertinentes. Les expériences doivent être effectuées au moins en triplicats. La réponse d'un essai en présence de ces petits changements ne devrait pas s'écarter de plus de ± 35 pour cent dans les expériences de reproductibilité par rapport à la réponse obtenue dans les conditions originales.

24. Le caractère approprié de l'essai de robustesse doit être démontré pour chaque méthode. Par exemple, pour une méthode PCR en temps réel, les facteurs suivants et leur origine / source devraient en principe être pris en compte: différents modèles de thermocycleur, ADN polymérase, uracyl-n-glycosylase, concentration

de chlorure de magnésium, concentration directe et inversée de l'amorce, concentration de la sonde, profil de température, profil de la durée, concentrations de dNTP (y compris de dUTP, le cas échéant).

Sensibilité

25. Pour une méthode PCR quantitative, on devrait obtenir dans toute la fourchette de la méthode une fonction linéaire de Ct en tant que fonction du logarithme de la concentration de la cible. Le coefficient de corrélation, le point d'intersection y et la pente de la droite de régression devraient être indiqués. Le pourcentage de résidus pour chacun des calibrateurs devrait de préférence être ≤ 30 pour cent

26. On indiquera, outre les paramètres de la courbe, quelle fourchette des valeurs de la pente est acceptable afin de procéder à la quantification car elle est aussi importante que le calcul de l'efficacité de la réaction. (par exemple, -2,9 à -3,3 pour la détection de l'ADN ou les valeurs optimales correspondantes qui indiquent une efficacité de l'amplification proche de 100 pour cent).

27. Dans les cas où un laboratoire emploie la méthode ΔCT au lieu d'une méthode quantitative reposant sur le calibrage, il appartiendra à l'analyste de garantir que la quantité totale d'ADN se situe bien dans la fourchette pour laquelle l'essai a été validé.

Sélectivité

28. La sélectivité de la méthode devrait être démontrée par des preuves expérimentales. Cette démonstration devrait comprendre l'analyse des échantillons contenant un mélange d'ADN cible et d'ADN non ciblé où les limites de détection (si elles se situent dans la fourchette dynamique) sont réellement vérifiées. Étant donné que la méthode devrait être sélective de l'ADN cible, elle ne devrait donner un résultat positif qu'avec une matrice alimentaire contenant l'ADN cible.

29. Les amorces et les sondes devraient avoir été confrontées aux bases de données des séquences pertinentes pour d'éventuelles homologues avec d'autres séquences pouvant être présentes dans les matrices attendues, conformément à l'utilisation prévue. Après une telle évaluation, la sélectivité doit être démontrée de manière expérimentale.

30. Pour les essais sélectifs de l'ADN cible. Comme preuves expérimentales concernant la spécificité de l'ADN cible, il faudrait notamment:

- Analyser au moins dix échantillons provenant de différents lots d'aliments ou d'ingrédients exempts de séquences d'ADN cible, encore que les échantillons devraient contenir l'ADN spécifique du taxon. Tous ces essais devraient donner un résultat négatif. Par exemple, si l'ADN cible correspond à un événement de transformation d'une plante à ADN recombiné spécifique, des échantillons devraient être tirés d'autres événements de transformation (non-cible), ainsi que de plantes à ADN non recombiné appartenant à la même espèce végétale.
- Tester un nombre approprié d'échantillons d'ADN provenant de chaque source.
- Analyser deux répétitions pour chaque échantillon d'ADN, qui donnera des résultats dans les limites d'une valeur Ct de 0,5.

31. Les résultats des essais devraient indiquer clairement qu'aucun effet de chimie ou de lecture instrumentale n'a été observé.

32. Pour les essais des séquences d'ADN spécifiques du taxon Comme preuves expérimentales concernant la sélectivité du taxon, il faudrait notamment:

- Analyser au moins dix échantillons provenant de différents lots d'aliments ou d'ingrédients issus d'organismes appartenant au taxon concerné, mais classés en différentes catégories de sous-taxons. Tous ces essais devraient donner un résultat positif. Par exemple, si l'on suppose que la spécificité du taxon correspond à une espèce végétale comme le maïs, les échantillons pourraient correspondre à des variétés de maïs d'origines génétiques différentes.
- Analyser au moins dix échantillons provenant de différents lots d'aliments ou d'ingrédients issus d'organismes appartenant au taxon concerné, qui peuvent être présents dans les matrices alimentaires pertinentes. Tous ces essais devraient donner un résultat négatif. Par exemple (et dans le sillage de

l'exemple précédent), si les dix premiers essais étaient appliqués à différentes farines de maïs, dans le second groupe d'essais, il pourrait être approprié d'analyser la farine de blé/soja/riz.

- Tester un nombre approprié d'échantillons d'ADN provenant de chaque source.
- Analyser deux répétitions pour chaque échantillon d'ADN, qui donnera des résultats dans les limites d'une valeur Ct de 0,5.

33. Les résultats des essais indiqueront clairement qu'aucun effet de chimie ou de lecture instrumentale n'a été observé.

Justesse

34. Comme pour toute méthode, la justesse d'une méthode doit être déterminée en comparant les résultats obtenus par l'analyse d'un matériau de référence avec la valeur connue ou assignée du matériau de référence. Il conviendra de prendre en compte l'incidence des effets de la matrice de l'échantillon, en particulier lorsque celle-ci diffère de celle du matériau de référence.

35. Une justesse dont la valeur serait de $\pm 25\%$, pour ce qui concerne l'étape de la PCR, devrait être acceptable dans toute la fourchette dynamique.

RÉFÉRENCES POUR L'APPENDICE II

AOAC (2002). International Methods Committee: Guidelines for Validation of Qualitative and Quantitative Food Microbiological Official Methods of Analysis.

Cankar K, Štebih D, Dreo T, Žel J, Gruden K (2006). Critical points of DNA quantification by real-time PCR-effects of DNA extraction method and sample matrix on quantification of genetically modified organisms. *BMC Biotechnol.* 6(37).

Chapela MJ, Sotelo CG, Pérez-Martín RI, Pardo MA, Pérez-Villareal B, Gilardi P and Riese J (2007). Comparison of DNA extraction methods from muscle of canned tuna for species identification. *Food Control.* 18(10):1211-1215.

Horwitz E. ISO/AOAC/IUPAC Harmonized Protocol for the Design, Conduct and Interpretation of Method-Performance Studies (1995). *Pure and Applied Chemistry* 67:331-343.

Huebner P, Waiblinger HU, Pietsch K and Brodmann P (2001). Validation of PCR methods for quantitation of genetically modified plants in food. *Journal of AOAC International* 84(6):1855-1864.

Kay S and Van den Eede G (2001). The limits of GMO detection. *Nature Biotechnology* 19(5):504.

Turci M, Sardaro MLS, Visioli G, Maestri E, Marmioli, M and Marmioli N (2010). Evaluation of DNA extraction procedures for traceability of various tomato products. *Food Control.* 21(2):143-149.

APPENDICE III: VALIDATION D'UNE MÉTHODE PCR QUANTITATIVE

Introduction

1. Une méthode PCR qualitative doit être validée autant que possible de la même façon qu'il est prévu de l'utiliser pour les analyses de routine – ce qui signifie qu'il doit être démontré que la sensibilité de la méthode est telle qu'elle permet de détecter de manière fiable un échantillon positif et ne produit pas un nombre important de faux positifs.

2. De par leur nature même, les résultats d'un essai qualitatif font référence à l'identification au-dessus ou au-dessous d'une limite de détection. Comme pour les méthodes quantitatives, la limite de détection d'une méthode qualitative peut être définie comme la concentration à laquelle un échantillon positif donne un résultat positif dans au moins 95 pour cent des cas. Il en découle que le taux de résultats faux négatifs est au plus de 5 pour cent. Ces résultats peuvent aussi s'exprimer en taux ou pourcentage.

Taux de faux positifs

3. C'est la probabilité qu'un échantillon d'essai négatif connu ait été classé comme positif par la méthode. Pour des raisons de commodité, ce taux peut être exprimé en pourcentage:

$$\% \text{ résultats faux positifs} = 100 \times \frac{\text{nombre d'échantillons négatifs connus mal classés}}{\text{nombre total d'échantillons négatifs connus}}$$

Taux de faux négatifs

4. C'est la probabilité qu'un échantillon positif connu ait été classé comme négatif par la méthode. Pour des raisons de commodité, ce taux peut être exprimé en pourcentage :

$$\% \text{ résultats faux négatifs} = 100 \times \frac{\text{nombre d'échantillons positifs connus mal classés}}{\text{nombre total d'échantillons positifs connus}}$$

Note: étant donné que différentes définitions sont utilisées pour les taux de faux positifs et de faux négatifs, le rapport de validation devrait préciser celle qui a été utilisée.

5. Afin de montrer le taux de faux négatifs dans un essai qualitatif, une série d'échantillons avec une concentration connue constante de matériau positif dans un pool de matériaux négatifs doivent être analysés et les résultats évalués. Il importe de noter que le concept d'intervalles de confiance et d'incertitude statistique doit être appliqué au risque de résultats faux positifs et/ou faux négatifs. Le niveau de confiance souhaité détermine la taille et le nombre des pools qui doivent être analysés.

Robustesse

6. Comme pour toute méthode validée, des efforts raisonnables doivent être déployés pour démontrer la robustesse de l'essai. Il s'agit notamment de l'optimisation et de l'analyse minutieuse de l'incidence des petites modifications apportées à la méthode pour des raisons techniques, comme décrit dans l'appendice concernant la PCR quantitative.

APPENDICE IV: VALIDATION D'UNE MÉTHODE FONDÉE SUR LES PROTÉINES

ESSAI QUANTITATIF

1. La procédure qui est décrite ci-après est seulement l'une des procédures pouvant être employées pour effectuer un essai de détection immunologique des protéines d'intérêt.

2. Par exemple, dans un essai ELISA typique pour détecter les protéines, on mesure la quantité de substance rapporteur issue de la réaction enzymatique. La courbe d'étalonnage est obtenue en reportant la densité optique sur l'axe des y et la concentration des étalons sur l'axe des x, ce qui donne une courbe dose/réponse utilisant une équation quadratique ou un autre modèle de courbe ajustée requis par la méthode. Pour obtenir une valeur quantitative exacte, la densité optique pour les solutions de dosage échantillon doit appartenir à la portion linéaire de la courbe de calibrage. Si la densité optique est trop élevée, la solution de dosage doit être diluée jusqu'à ce que la densité optique tombe dans la fourchette de quantification de l'essai. La concentration de l'analyte protéique dans l'échantillon original est calculée en corrigeant de tout facteur de dilution qui a été introduit en préparant l'échantillon à appliquer sur la microplaque. Le facteur de dilution est calculé en utilisant le poids initial de l'échantillon et le volume du liquide d'extraction, ainsi que les dilutions effectuées ultérieurement.

3. On peut utiliser différents échantillons témoins pour prouver la performance de l'essai. Un échantillon blanc comme un puits vide ou une solution tampon peut être inséré dans l'essai afin de déterminer toute réponse de fond qui sera soustraite des réponses de l'échantillon et du calibrage si on le souhaite. Un échantillon témoin négatif (c'est-à-dire la solution d'extrait de matrice dont on sait qu'elle ne contient pas d'analyte) sera utilisé pour montrer tout effet de matrice ou réponse non spécifique se produisant dans l'essai. Un contrôle positif ou un extrait de matrice auquel a été ajoutée une quantité déterminée d'analyte peut être effectué pour démontrer l'exactitude du test. Les étalons et les échantillons peuvent être soumis à un nombre de répétition approprié pour estimer la fidélité du test. Les blancs, les échantillons témoins négatifs, les échantillons témoins positifs, les matériaux de référence et les répétitions peuvent être passés sur chaque microplaque pour contrôler les variations d'une plaque à l'autre.

MATÉRIAUX DE RÉFÉRENCE

4. Lorsqu'il y a lieu, le matériau de référence comprend la même matrice que l'échantillon cible à analyser. Il comprend en général des échantillons témoins négatifs et des matériaux de référence positifs. Par exemple, si la matrice à tester est de la farine de soja, le matériau de référence positif normalisé sera de la farine de soja contenant une proportion connue de la protéine d'intérêt. Autrement, un échantillon ou un extrait pur de la protéine d'intérêt peut être utilisé à condition que l'utilisation de ces protéines de référence ait été validée pour la matrice en question. Dans certains cas, la matrice de référence n'est pas disponible. L'accès aux matériaux de référence est important durant la mise au point, la validation et l'utilisation des immuno-essais pour l'analyse des protéines dans la matrice alimentaire. Le meilleur matériau de référence disponible devrait être utilisé afin de respecter les règlements et les exigences d'essai.

5. Lorsque des aliments ou des ingrédients alimentaires sont disponibles avec et sans l'analyte, il est très aisé de préparer un échantillon de référence avec une proportion déterminée du matériau cible. Dans d'autres cas, créer des échantillons de référence pour certaines matrices et certains analytes peut s'avérer difficile. La stabilité et l'uniformité sont des éléments importants. Par exemple, si la matrice à tester est formée d'un mélange de matériaux, l'analyste devra associer des matériaux de façon à obtenir un échantillon de référence homogène avec une quantité connue de la protéine. La stabilité de ces matériaux devra être évaluée dans les conditions de stockage et de test.

VALIDATION D'UNE MÉTHODE QUANTITATIVE FONDÉE SUR LES PROTÉINES

6. Les principes de la validation des méthodes décrits dans le protocole harmonisé ISO/UIPAC/AOAC s'appliquent aux méthodes fondées sur les protéines.

7. Les paramètres pour la validation d'une méthode quantitative comprennent: exactitude/justesse, sélectivité, efficacité de l'extraction, sensibilité, fourchette de quantification, fidélité, robustesse, applicabilité et praticabilité.

8. L'exactitude est démontrée en mesurant la récupération de l'analyte à partir des échantillons fortifiés et est exprimée comme étant la récupération moyenne à plusieurs niveaux dans toute la fourchette quantitative.

9. La récupération des protéines d'intérêt devrait être déterminée en comparant les résultats obtenus à partir de l'analyse d'un matériau de référence ayant une valeur connue ou assignée pour ce matériau de référence. On tiendra compte de l'incidence des effets de la matrice de l'échantillon, particulièrement lorsque celle-ci diffère de celle du matériau de référence. Le taux de récupération devrait se situer entre 70 et 120 pour cent.

10. On entend par efficacité de l'extraction la mesure de l'efficacité avec laquelle une méthode d'extraction donnée sépare l'analyte protéique de la matrice. Elle est exprimée en pourcentage de l'analyte récupéré à partir de l'échantillon. L'efficacité de la procédure d'extraction peut être difficile à démontrer. Il peut ne pas y avoir d'autre méthode de détection permettant de comparer les résultats de l'immuno-essai. Une façon de traiter le problème de l'efficacité de l'extraction consiste à démontrer la récupération de l'analyte protéique cible à partir de chaque type de fraction d'aliment par extraction exhaustive, c'est-à-dire en procédant à l'extraction de l'échantillon jusqu'à ce que la protéine ne puisse plus être détectée.

11. La fidélité intra-essai décrit la variation observée dans un essai. Elle peut s'évaluer en déterminant la variation (coefficient de variation exprimé en pourcentage) entre les essais répétés à différentes concentrations sur la courbe d'étalonnage et sur la variation groupée (RSD_r) calculée à partir des valeurs d'absorbance dans les étalons provenant d'essais indépendants effectués des jours différents. La fidélité inter-essai décrit la variation observée entre des essais distincts et peut se mesurer par l'analyse des échantillons de contrôle qualité sur chaque microplaque. Les échantillons de contrôle qualité nécessaires consistent en deux pools d'extraits, un extrait des échantillons contenant l'analyte cible et un autre extrait des échantillons témoins. Si la protéine est stable dans l'extrait, elle sera stockée congelée et une portion sera dégelée et dosée sur chaque microplaque. La fidélité inter-essai peut être évaluée dans le temps et exprimée en tant que coefficient de variation exprimé en pourcentage.

12. L'écart-type de répétabilité relatif (RSD_r) devrait être ≤ 25 pour cent dans toute la fourchette dynamique de la méthode.

13. L'écart-type de reproductibilité relatif (RSD_R) devrait être inférieur à 35 pour cent à la concentration cible et dans la majorité de la fourchette dynamique, sauf à la limite de quantification où il pourrait être supérieur.

14. La linéarité de la dilution permet d'estimer si l'essai peut donner des résultats équivalents indépendamment de la fourchette quantitative de la courbe d'étalonnage que la densité optique de l'échantillon interpole. Pour mener ces expériences, il est conseillé de diluer des échantillons qui sont positifs pour la protéine cible de façon à ce qu'au moins trois des dilutions donnent des valeurs qui occupent toute la fourchette quantitative de la courbe. Le coefficient de variation des résultats ajustés provenant de plusieurs dilutions d'un extrait d'échantillon unique devrait en théorie être $\leq 20\%$.

Limite de détection (LOD) et limite de quantification (LOQ)

15. Il convient de noter que si la LOD ou la LOQ sont établies à des niveaux très inférieurs à la fourchette dans laquelle la méthode devra être utilisée, il n'est pas nécessaire de procéder à une détermination précise. Cela serait le cas, par exemple, lorsque la LOD est de 1 ng/kg, alors que la fourchette de la validation de la méthode ne s'étend que pour des concentrations de l'ordre du $\mu\text{g}/\text{kg}$.

16. Il est courant lorsqu'on estime la LOD de supposer qu'elle est la force du signal d'un blanc augmentée de trois fois l'écart-type du blanc. Cette méthode donne au mieux une estimation, et s'appuie sur une distribution gaussienne normale des mesures du blanc autour de zéro. Cette hypothèse convient en général pour des méthodes comme ELISA, mais la meilleure détermination de la LOD s'obtient de façon expérimentale. Autrement, la LOD est couramment définie comme une concentration égale à l'étalon le plus faible utilisé dans l'essai, si une valeur positive est constamment obtenue avec cet étalon.

17. Pour une méthode quantitative, il importe de savoir si la LOQ pour une matrice particulière est proche des valeurs à mesurer.

Réactivité croisée

18. On entend par réactivité la mesure dans laquelle des analogues ou d'autres molécules peuvent se lier aux anticorps de détection; elle devrait donc être caractérisée et décrite dans la méthode. L'absence de réactivité croisée devrait être contrôlée à l'aide de résultats expérimentaux obtenus en testant la méthode avec des protéines ou des molécules provenant de taxons non cibles et étroitement apparentées, et des protéines cibles purifiées ou des matériaux de référence et témoins positifs pour le contrôle. Le potentiel d'interférences des réactifs et du matériel de laboratoire peut être évalué en dosant des extraits de matériau exempt d'analyte.

Effets de matrice

19. Si la réponse de la méthode est modifiée par une substance dans l'extrait final autre que l'analyte protéique spécifique, la réponse non spécifique est appelée un effet de matrice. Une façon de gérer les effets de matrice consiste à démontrer que la méthode d'analyse donne des résultats identiques avec ou sans la présence de la matrice échantillon dans l'extrait. Avec cette procédure, l'absence d'effets de matrice devrait être démontrée dans toutes les matrices pour lesquelles l'essai doit être utilisé. Une autre procédure (même si elle est moins souhaitable) pour gérer les effets de matrice consiste à préparer les solutions-étalons dans des extraits provenant de matrice exempte d'analyte. On pourrait ainsi garantir que les effets de matrice sont constants entre les étalons et les échantillons.

Robustesse

20. On entend par robustesse la mesure de la capacité d'une méthode analytique de ne pas être affectée par des variations faibles mais délibérées dans les paramètres de la méthode; elle donne une indication de sa fiabilité durant une utilisation normale. On peut citer comme exemple de ces variations: les volumes de réaction, la température d'incubation (par exemple, +/- 1°C pour les incubations en four et +/- 4°C pour les incubations à température ambiante) et/ou d'autres variations pertinentes. Les expériences doivent être effectuées au moins en triplicat et la récupération doit être calculée. La réponse d'un essai en présence de ces petits changements ne devrait pas s'écarter de plus de ± 30 pour cent par rapport à la réponse obtenue dans les conditions originales.

ESSAI QUALITATIF

21. Les dispositifs de flux latéral sont des instruments utiles pour les tests sur place ou sur le terrain. D'autres essais immunologiques comme les méthodes classiques ELISA peuvent aussi être utilisés pour les essais qualitatifs. Afin de garantir des résultats fiables, les essais devraient être validés, et la description des caractéristiques de performance devrait inclure la sensibilité, la sélectivité, l'applicabilité, la limite de détection, la robustesse, les effets de matrice et, le cas échéant, l'effet crochet.

VALIDATION D'UNE MÉTHODE QUALITATIVE FONDÉE SUR LES PROTÉINES

22. Les mêmes principes s'appliquent aux essais qualitatifs fondés sur les protéines et aux essais de PCR qualitative. Ces procédures, y compris le calcul des taux de faux positifs et de faux négatifs, peuvent donc s'appliquer aux méthodes fondées sur les protéines. En général, compte tenu de la plus grande fiabilité des méthodes en flux latéral et bande fondées sur les protéines, les tests ne sont pas répétés sur chaque échantillon. En revanche, si un test ELISA est effectué (étant de type quantitatif), il faut utiliser des puits doubles.

Applicabilité

23. Les analytes, matrices et concentrations pour lesquels une méthode d'analyse peut être utilisée devraient être indiqués.

24. L'extraction des protéines peut être un facteur déterminant dans la performance d'une méthode fondée sur les protéines, et les tampons utilisés peuvent aussi influencer sur la performance au moment de la détection. Une optimisation attentive est donc nécessaire pour garantir que les méthodes de détection des protéines sont fiables. Les critères applicables pour déterminer la limite de détection (LOD) devraient être établis pour la méthode. Pour confirmer la LOD dans des essais qualitatifs, des niveaux d'enrichissement proches de la LOD peuvent être utilisés, pourvu que l'un des niveaux utilisés réponde au critère selon lequel il doit dépasser la LOD mais en être proche. Si ces procédures peuvent donner une indication de la performance de la méthode, des échantillons prélevés aux caractéristiques bien connues (s'ils sont

disponibles) constituent la meilleure matrice à partir de laquelle on pourra établir l'applicabilité d'une méthode.

Praticabilité

25. La praticabilité de la méthode doit être évaluée en fonction de paramètres comme: la quantité d'échantillons qui peuvent être traités pendant un temps donné, les coûts fixes estimés pour appliquer la méthode et le coût approximatif par échantillon, les difficultés pratiques rencontrés dans l'utilisation quotidienne ou dans des conditions particulières, ainsi que d'autres facteurs qui peuvent être importants pour les opérateurs.

RÉFÉRENCES POUR L'APPENDICE IV

Grothaus GD, Bandla M, Currier T, Giroux R, Jenkins GR, Lipp M, Shan G, Stave JW and Pantella V. (2006). Immunoassay as an Analytical Tool in Agricultural Biotechnology. *AOAC International* 89:913-928

Guidelines for the Validation and Use of Immunoassays for Determination of Introduced Proteins in Biotechnology Enhanced Crops and Derived Food Ingredients. Lipton et al., *Food and Agricultural Immunology*, 2000, 12, 153-164.

Horwitz E. ISO/AOAC/IUPAC Harmonized Protocol for the Design, Conduct and Interpretation of Method-Performance Studies (1995). *Pure and Applied Chemistry* 67:331-343.

ISO 21572:2004. Foodstuffs-Methods for the detection of genetically modified organisms and derived products-protein based methods. Genève International Organization for Standardization.

Mihaliak CA and Berberich SA (1995). Guidelines to the Validation and Use of Immunochemical Methods for Generating Data in Support of Pesticide Registration, in: Nelson JO, Karu AE and Wong RB (eds.) *Immunoanalysis of Agrochemicals: Emerging Technologies. ACS Symposium Series 586:288-300.*

Stave JW (1999). Detection of the new or modified proteins in novel foods derived from GMO: future needs. *Food Control* 10:367-374.

Rogan GJ, Dudin YA, Lee TC, Magin KM, Astwood JD, Bhakta NS, Leach JN, Sanders PR and Fuchs RL (1999). Immunodiagnostic methods for detection of 5-enolpyruvylshikimate-3-phosphate synthase in Roundup Ready(R) soybeans. *Food Control* 10(6):407-414.

USDA (2004). U.S. Department of Agriculture/Grain Inspection, Packers and Stockyards Administration Directive 9181.2. [On line] <http://archive.gipsa.usda.gov/reference-library/directives/9181-2.pdf>.

APPENDICE V : CRITÈRES D'ACCEPTATION DU CONTRÔLE ANALYTIQUE ET INTERPRÉTATION DES RÉSULTATS POUR DES MÉTHODES DE PCR QUANTITATIVE

1. Au minimum, les critères d'acceptation suivants sont communs à toutes les méthodes de PCR quantitative et applicables à chaque cycle PCR:

- La moyenne des répétitions du contrôle positif de l'ADN cible, à une concentration pertinente, s'écarte de moins de 3 écarts-types par rapport à la valeur attribuée. Le cas échéant, un contrôle de l'ADN cible est défini comme un ADN de référence ou un ADN extrait d'un matériau de référence certifié ou connu pour être un échantillon positif représentatif de la séquence ou de l'organisme à l'étude. Le contrôle est destiné à démontrer ce que devrait être le résultat des analyses des échantillons d'essai contenant la séquence cible.
- Le contrôle du réactif d'amplification ne doit pas avoir pour résultat un signal d'amplification supérieur au bruit de fond. Le contrôle du réactif d'amplification est défini comme étant le contrôle contenant tous les réactifs, excepté l'ADN matrice extrait de l'échantillon d'essai. Au lieu de l'ADN matrice, un volume correspondant de réactif exempt d'acide nucléique (comme l'eau ou un tampon) est ajouté à la réaction à la réaction.

2. Pour que le résultat d'un échantillon inconnu soit acceptable, l'écart-type relatif des essais répétés de l'échantillon devrait être ≤ 35 pour cent.

ANNEXE IV

**AVANT-PROJET DE RÉVISION DES DIRECTIVES SUR L'INCERTITUDE DE MESURES
NOTES EXPLICATIVES POUR LES DIRECTIVES CODEX SUR L'INCERTITUDE DE MESURE****(À inclure en tant qu'annexe aux Directives sur l'incertitude de mesure (CAC/GL 54-2004))****(A l'étape 5 de la procédure)****1 Qu'est-ce que l'incertitude de mesure?**

On ne se rend pas toujours compte du fait que les résultats d'analyse sont variables, et de l'ampleur que cette variabilité peut assumer, particulièrement lorsqu'il s'agit de déterminer de faibles concentrations d'un mesurande (c'est-à-dire les niveaux ppb). Comme il est énoncé dans les directives du Codex, 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 mesurande (le résultat analytique), « u » est l'incertitude type à un niveau de confiance de 68 pour cent et « U » (égal à $2u$) est l'incertitude élargie à un niveau de confiance de 95 pour cent. 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 en général « incertitude de mesure » et peut être estimée de différentes manières.

Lorsqu'il s'agit d'analyser des produits alimentaires, on utilise la probabilité de 95% (soit $2u$) (approximativement) pour calculer l'incertitude élargie. D'autres secteurs peuvent indiquer une probabilité différente.

Aussi peut-on considérer l'incertitude de mesure comme la variabilité accompagnant les résultats communiqués qui est quantifiée comme la valeur « U » lorsqu'on considère l'incertitude élargie et dans laquelle le résultat « vrai » devrait se situer

2 L'incertitude de mesure doit-elle être estimée dans le Codex?

Oui, l'une des exigences de la Norme pour les accréditations, ISO/IEC 17025:2005 adoptée par le Codex par référence, est que l'incertitude de mesure d'un résultat doit être estimée, puis communiquée sur demande ou lorsque l'incertitude a une incidence sur la conformité à une limite de spécification, par exemple une norme Codex (la Commission du Codex Alimentarius a élaboré des Directives (CAC/GL 27-1997) qui exigent que les laboratoires intéressés à l'importation/exportation de denrées alimentaires se conforment aux critères généraux énoncés dans ISO/IEC 17025). Étant donné que le Codex s'occupe de marchandises faisant l'objet d'un commerce international, une telle demande sera probablement présentée.

3 L'incertitude de mesure est-elle due à la fois à l'échantillonnage et à l'analyse?

L'incertitude de mesure s'applique à l'ensemble du processus de mesure. Toutefois les présentes orientations concernent uniquement l'incertitude de mesure de l'analyse.

4 Quel est le rapport entre l'incertitude de mesure, le résultat analytique et la méthode appliquée pour obtenir le résultat?

L'incertitude des résultats des tests est l'un des facteurs qui permet d'évaluer la conformité aux normes. L'incertitude de mesure n'est pas associée à une méthode, mais les valeurs obtenues au cours de la validation et/ou du contrôle de qualité d'une méthode peuvent être utilisées pour estimer l'incertitude d'un résultat dans certaines situations. La différenciation entre l'incertitude de mesure associée au résultat et la précision obtenue durant la validation de la méthode n'est pas toujours prise en compte. En conséquence, la précision démontrée pour une méthode validée (l'écart type de répétabilité et de reproductibilité) ne peut pas être utilisée comme la seule estimation de la mesure d'incertitude sans qualification. En particulier, d'autres facteurs comme l'incertitude associée au biais, à l'effet de la matrice et à la compétence du laboratoire entrent aussi en ligne de compte.

5 Procédures permettant d'estimer l'incertitude de mesure

Il existe de nombreuses procédures pour estimer l'incertitude de mesure d'un résultat. Les directives du Codex ne recommandent pas d'approche particulière, mais il est important que, quelle que soit l'approche utilisée, la procédure soit scientifiquement crédible. On ne peut pas dire qu'une méthode soit meilleure qu'une autre, pourvu que la procédure utilisée soit appropriée et crédible – c'est-à-dire qu'il n'y a pas de « hiérarchie » des procédures reconnues. Toutes ces procédures peuvent être considérées comme étant également valides.

En général, les procédures s'appuient sur une approche composante par composante (« approche du bas vers le haut ») ou sur une approche du haut vers le bas à l'aide de données d'essais interlaboratoires, d'études d'aptitude, d'études de validation ou d'échantillons de contrôle de qualité interlaboratoires, ou une combinaison de ces données.

Les Directives du Codex pour l'évaluation des compétences des laboratoires d'essais chargés du contrôle des importations et des exportations de denrées alimentaires (CAC/GL 27-1997) prescrivent d'utiliser des méthodes validées et il est habituellement plus rentable d'utiliser des données provenant des études pour la validation des méthodes et non pas une autre approche (c'est-à-dire l'approche composante par composante).

Les utilisateurs de données de validation devraient noter que les sources d'incertitude qui ne sont pas prises en compte dans les études de validation sont notamment:

- l'échantillonnage
- le prétraitement
- le biais de la méthode
- les variations des conditions
- les modifications de la matrice de l'échantillon

Pour des méthodes utilisées dans leurs domaines d'application spécifique, lorsque l'étape d'examen a montré que toutes les sources identifiées ont été incluses dans l'étude de validation ou lorsque les contributions d'autres sources résiduelles telles que celles se sont révélées négligeables, l'écart type de la reproductibilité S_R , ajusté si nécessaire en fonction de la concentration, peut être utilisé comme incertitude type composée.

De nouvelles procédures pour l'estimation de l'incertitude de mesure sont en cours d'élaboration et, vu la situation changeante, de nouvelles recommandations seront formulées sur les procédures acceptables. Il est probable que des procédures seront mises au point, fondées sur les résultats, obtenus grâce à la participation, par exemple, à des programmes d'essais d'aptitude.

6 Aspects à prendre en considération lors de l'estimation de l'incertitude de mesure dans le contexte du Codex

Il importe que l'estimation de l'incertitude de mesure qui est exigée n'impose pas une charge de travail supplémentaire inutile aux laboratoires.

Quant à la procédure à utiliser pour estimer l'incertitude de mesure dans le contexte du Codex, il importe de reconnaître que le Codex a adopté plusieurs mesures officielles relatives à l'assurance de la qualité qui doivent être appliquées par les laboratoires de contrôle. En particulier, ces laboratoires doivent :

- être en conformité avec une norme internationalement reconnue (maintenant avec la norme ISO/IEC 17025:2005); cette conformité est facilitée par l'utilisation de procédures de contrôle interne de la qualité,
- participer à des essais d'aptitude, et
- utiliser des méthodes validées.

Il est essentiel que l'information fournie pour répondre à ces exigences soit utilisée par les laboratoires lorsqu'ils estiment leurs incertitudes de mesure, et ce afin d'éviter un travail inutile. Dans le Codex qui insiste particulièrement sur l'emploi de méthodes d'analyse « validées », c'est-à-dire des méthodes qui

ont été validées par des essais interlaboratoires, l'information fournie par ces essais peut être utilisée dans de nombreuses situations.

En outre, l'information dérivée de procédures de contrôle interne de la qualité peut aussi être utilisée pour estimer les incertitudes dans certaines situations.

Cette section souligne à nouveau que pour l'analyste il est important d'éviter un chevauchement des travaux.

7 Valeurs des estimations de l'incertitude de mesure

Les analystes n'approuvent pas toujours la fourniture d'informations sur les valeurs prévues des estimations de l'incertitude de mesure. Néanmoins, les utilisateurs de données analytiques et les clients des laboratoires produisant ces données demandent souvent des informations sur le niveau d'incertitude qui peut être attendue des résultats des tests. Ils craignent que certains laboratoires sous-estiment l'ampleur de leurs incertitudes et communiquent à leurs clients des incertitudes trop faibles peu réalistes.

Pour des analyses chimiques, en utilisant les valeurs de s_R provenant d'essais interlaboratoires, il ne serait pas déraisonnable de prévoir que les incertitudes (élargies) signalées par les laboratoires soient de l'ordre suivant:

Concentration nominale	Incertainité élargie type	Fourchette de concentrations prévue *
100g/100g	4%	96 à 104g/100g
10g/100g	5%	9,5 à 10,5g/100g
1g/100g	8%	0,92 à 1,08g/100g
1g/kg	11%	0,89 à 1,11g/kg
100mg/kg	16%	84 à 116mg/kg
10mg/kg	22%	7,8 à 12,2mg/kg
1mg/kg	32%	0,68 à 1,32mg/kg
< 100µg/kg	44%	0,56 x concentration à 1,44 x concentration µg/kg

* cela signifie effectivement que les valeurs se situant dans ces fourchettes peuvent être considérées comme étant de la même catégorie analytique.

On peut s'attendre à ce que les incertitudes de mesure communiquées par tous les laboratoires ne dépasseront pas la valeur de s_R estimé à la concentration étudiée si le laboratoire est dans un « contrôle analytique ». Les laboratoires très expérimentés effectuant régulièrement toutes sortes d'analyses devraient obtenir des valeurs inférieures aux valeurs indiquées ci-dessus

8. Rapports entre les résultats analytiques, l'incertitude de mesure et les facteurs de récupération

La présente section entend montrer l'importance des résultats d'analyse et de l'incertitude de mesure et de la récupération qui y sont associées.

8.1 Incertitude de mesure

Il importe de prendre en compte l'incertitude de mesure lorsqu'il s'agit de décider si un échantillon répond à la spécification. Cette exigence peut ne pas s'appliquer dans des situations où il existe un danger direct pour la santé. L'importance d'une telle exigence est illustrée dans le diagramme ci-après qui prend l'exemple du cas le plus simple où les décisions sont prises en fonction d'un échantillon pour essai unique.

Dans l'exemple présenté ici le résultat du test est comparé à la spécification concernant un niveau maximal.

Situation I

Le résultat analytique avec l'incertitude de mesure dépasse le niveau maximal. Le résultat indique que l'analyte mesuré dans le lot ayant fait l'objet d'échantillonnage dépasse la spécification.

Situation II

Le résultat analytique dépasse le niveau maximal de moins que l'incertitude de mesure avec le point extrême inférieur de l'incertitude de mesure inférieur au niveau maximal.

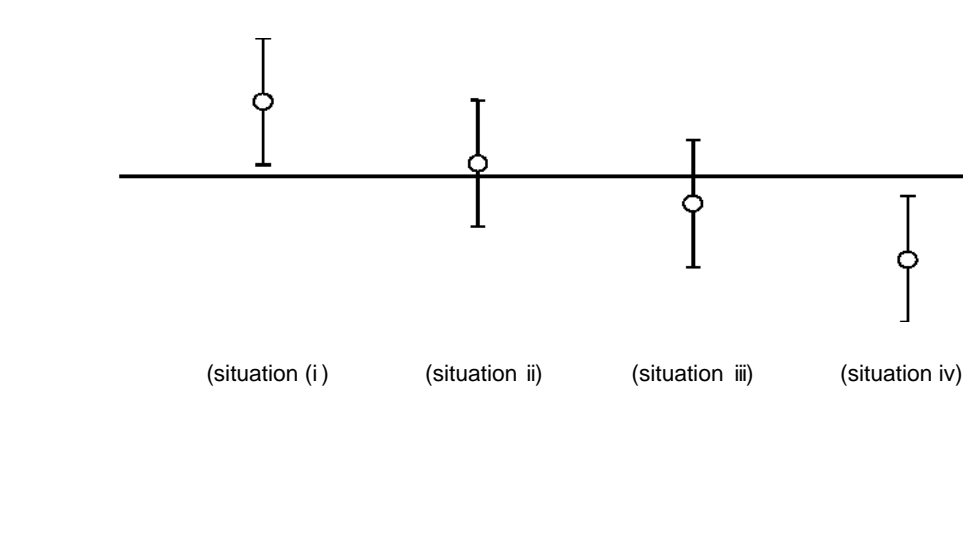
Situation III

Le résultat analytique est inférieur au niveau maximal mais avec le point extrême supérieur de l'incertitude de mesure supérieur à ce niveau.

Situation IV

Le résultat analytique lié à l'incertitude de mesure élargie est inférieur au niveau maximal.

Ce diagramme montre qu'il est important de définir des directives précises pour permettre une interprétation sans équivoque des résultats analytiques au regard des incertitudes de mesure.

**8.2 Récupération**

La Commission du Codex Alimentarius a adopté les Directives de l'IUPAC sur l'utilisation des informations sur la récupération par référence (voir CAC/GL 37-2001).

Les résultats analytiques seront exprimés sur une base corrigée pour la récupération, le cas échéant, et toute correction devra être signalée.

Lorsqu'un résultat a été corrigé pour la récupération, la méthode utilisée pour tenir compte de la récupération doit être indiquée. Le taux de récupération doit être signalé chaque fois que possible.

Lors de l'élaboration de normes, il conviendra d'indiquer si le résultat obtenu par une méthode utilisée pour l'analyse dans le cadre de contrôles de conformité sera donné ou non sur une base corrigée pour la récupération.

9 Références utiles

Ces références ne sont pas entérinées par le Codex à moins qu'elles ne soient spécifiées dans d'autres directives du Codex.

Guides pour l'estimation de l'incertitude de mesure

Guide 98, Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM) ISO, Genève (1995).

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/>

Analytical Methods Committee of the Royal Society of Chemistry “Uncertainty of Measurement - Implications of its use in Analytical Science”, Analyst, 1995, **120 (9)**, 2303-2308.

ISO/TS 21748:2004 Lignes directrices relatives à l'utilisation d'estimations de la répétitivité, de la reproductibilité et de la justesse dans l'évaluation de l'incertitude de mesure, ISO, Genève (2004).

NIST Technical note 1297 (1994 Edition): “Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of NIST Measurement Results”

NMKL Procedure No. 5, 2nd edition (2003): “Estimation and Expression of Measurement Uncertainty in Chemical Analysis”

UKAS (United Kingdom Accreditation Service) 2000 The Expression of Uncertainty in Testing Edition 1, UKAS Publication ref: LAB 12

Eurolab technical Report No. 1/2007. Measurement Uncertainty Revisited: Alternative Approaches to Uncertainty Evaluation. Peut être téléchargé gratuitement à l'adresse suivante www.eurolab.org

Nordtest report TR 537. Handbook for Calculation of Measurement Uncertainty in Environmental Laboratories. Peut être téléchargé gratuitement à l'adresse suivante www.nordtest.org (ce manuel est destiné aux analyses environnementales, mais les approches et les exemples présentés s'appliquent aux résultats des tests sur les produits d'alimentation humaine et animale)

Procédures pour la validation des méthodes d'analyse et de la performance des méthodes

“Precision of Test Methods”, Geneva, 1994, ISO 5725, les éditions précédentes ont été publiées en 1981 et en 1986. (pas adopté par le Codex).

“Protocole recommandé pour la conception, la conduite et l'interprétation des études de performance des méthodes”, éd. W. Horwitz, *Pure Appl. Chem.*, 1995, 67, 33 1-343. (adopté par le Codex).

Décision de la Commission européenne 2002/657/EC portant modalités d'application de la Directive du Conseil 96/23/EC en ce qui concerne les performances des méthodes d'analyse et l'interprétation des résultats, Journal officiel Commission européenne, L221 (2002) 8-36.

T.P.J. Linsinger, R.D. Josephs: Limitations of the application of the Horwitz, Trends Anal Chem 25 (2006) 11, 1125 - 1130

Validation of Chemical Analytical Methods. NMKL Procedure No 4, 3^{ème} version, 2009

Accréditation etc.

ISO/IEC 17025:2005, Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais, ISO, Genève (2005).

EURACHEM Guidance Document No. 1/WELAC Guidance No. WGD 2: “Accreditation for Chemical Laboratories: Guidance on the Interpretation of the EN 45000 series of Standards and ISO/IEC Guide 25”

Z., Ben-David, H., Mates, A. 2001 Proficiency testing as tool for ISO 17025 implementation in National Public Health Laboratory: a mean for improving efficiency. *Accreditation & Quality Assurance*, 6: 190-194

NMKL Procedure no. 3 (1996) “Control charts and control samples in the internal quality control in chemical food laboratories”

Örnemark, U., Boley, N., Saeed, K., van Berkel, P.M., Schmidt, R., Noble, M., Mäkinen, I., Keinänen, M., Uldall, A., Steensland, H., Van der Veen, A., Tholen, D. W., Golze, M., Christensen, J.M., De Bièvre, P., De Leer, W. B (ed). 2001

Proficiency testing in analytical chemistry, microbiology, and laboratory medicine – working group discussions on current status, problems, and future directions. *Accreditation & Quality Assurance*, 6: 140-146.

Conformité

EURACHEM/CITAC Guide on the Use of uncertainty information in compliance assessment- EURACHEM Secretariat, BAM, Berlin, 2007. Le guide (en anglais) peut être téléchargé gratuitement à l’adresse suivante: <http://www.eurachem.ul.pt/>

Terminologie

ISO (Deuxième édition, 1993) VIM “Vocabulaire international des termes fondamentaux et généraux de métrologie”. Genève.

ISO Guide 99, Vocabulaire international des termes fondamentaux et généraux de métrologie, troisième édition, VIM3, ISO, Genève (2008).