

commission du codex alimentarius



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

ORGANISATION
MONDIALE
DE LA SANTÉ



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

ALINORM 01/23

PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES

COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS

Vingt-quatrième session

Genève (Suisse), 2-7 juillet 2001

RAPPORT DE LA VINGT-TROISIÈME SESSION DU COMITÉ DU CODEX SUR LES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE

Budapest (Hongrie)

26 février – 2 mars 2001

Note: Ce document comprend la lettre circulaire 2001/5-MAS

commission du codex alimentarius



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

ORGANISATION
MONDIALE
DE LA SANTÉ



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

CX 4/50.2

CL 2001/5-MAS
Mars 2001

AUX: Points de contact du Codex
Organisations internationales intéressées

DU: Secrétaire, Commission du Codex Alimentarius, Programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires, FAO, Viale delle Terme di Caracalla, 00100 Rome (Italie)

OBJET: Distribution du rapport de la 23ème session du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (ALINORM 01/23)

A. QUESTIONS SOUMISES A LA 24ème SESSION DE LA COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS POUR ADOPTION

Propositions d'amendement au Manuel de Procédure

1. Critères généraux régissant le choix des méthodes d'analyse utilisant la démarche critères (par. 41, Annexe II – Partie 1)
2. Relations entre les comités s'occupant de produits et les comités s'occupant de questions générales (par. 41, Annexe II – Partie 1)
3. Directives et instructions de travail pour faciliter l'application de la démarche critères à la sélection des méthodes d'analyse aux fins du Codex (par. 33, Annexe II – Partie 2)

Directives pour adoption par référence aux fins du Codex

4. Directives harmonisées de l'UICPA concernant l'utilisation des taux de récupération dans les mesures analytiques (par. 46, Annexe III)

Méthodes d'analyse et d'échantillonnage

5. Méthodes d'analyse générales pour les contaminants et pour les aliments irradiés (par. 86 et 106, Annexe IV – Partie III)
6. Méthodes d'analyse et d'échantillonnage dans les normes sur les produits à différentes étapes (par. 89-99, Annexe IV – Parties I et II)

Les gouvernements souhaitant proposer des amendements ou formuler des observations sur les documents ci-dessus sont priés de 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) auprès du Secrétaire, Programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires, FAO, Viale delle Terme di Caracalla, 00100 Rome (Italie) **avant le 15 mai 2001.**

B. DEMANDE D'INFORMATIONS ET D'OBSERVATIONS

7. Avant-projet de Directives sur l'incertitude des mesures (par. 63, Annexe V)
8. Critères pour évaluer les méthodes d'analyse acceptables : situations de litige (par. 38)

Les gouvernements sont invités à présenter des commentaires et des informations sur les pratiques courantes pour la sélection des méthodes dans les situations de litiges.

Les gouvernements et organisations internationales qui souhaitent présenter des observations sur les points 7. et 8. ci-dessus doivent le faire par écrit auprès du Secrétaire, Programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires, FAO, Viale delle Terme di Caracalla, 00100 Rome (Italie) **avant le 15 novembre 2001.**

RESUME ET CONCLUSIONS

Le résumé et les conclusions de la 23ème session du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage sont les suivants:

Questions à soumettre à la Commission:

Le Comité:

- Est convenu de proposer des amendements au Manuel de Procédure sur les *Critères généraux régissant le choix des méthodes d'analyse à l'aide de la démarche-critères* et les *Relations entre les Comités s'occupant de produits et les comités s'occupant de questions générales – Méthodes d'analyse et d'échantillonnage* (par. 41, Annexe II – Partie 1) et l'inclusion de *Directives et instructions de travail pour faciliter l'application de la démarche critères à la sélection des méthodes d'analyse aux fins du Codex* (par. 33, Annexe II - Partie 2);
- Est convenu de proposer que la Commission adopte par référence aux fins du Codex les *Directives harmonisées de l'UICPA concernant l'emploi des taux de récupération dans les mesures analytiques* avec un amendement à la Recommandation 1 (par. 46, Annexe III);
- A proposé deux méthodes pour les contaminants et cinq méthodes pour la détection des aliments irradiés pour adoption comme méthodes générales du Codex (par. 86 et 106, Annexe IV - Partie III);
- A approuvé plusieurs méthodes d'analyse et d'échantillonnage dans des normes sur les produits à différentes étapes de la Procédure (par. 89-99, Annexe IV – Parties I and II);
- Est convenu de commencer des nouveaux travaux sur un Avant-projet de Directives sur l'incertitude des mesures (par. 63, Annexe V) et sur un Avant-projet de Directives sur l'évaluation des méthodes d'analyse à l'intention des gouvernements (par. 34).

Autres questions d'intérêt pour la Commission

Le Comité:

- est convenu de renvoyer l'Avant-projet de Directives générales sur l'échantillonnage à l'étape 3 pour une nouvelle rédaction, circulation and considération par la prochaine session (par. 24);
- Est convenu qu'il devrait avoir un rôle général de coordination en ce qui concerne le développement de méthodes d'analyse pour les aliments issus des biotechnologies (par. 12);
- Est convenu de considérer plus avant à sa prochaine session les questions suivantes: validation par un seul laboratoire et validation en utilisant les résultats de systèmes d'essais d'aptitude (par. 84) et la relation entre le résultat analytique, l'incertitude dans la mesure, les taux de récupération et les spécifications dans les normes du Codex (par. 20 et 64).

TABLE DES MATIERES

| | |
|---|---------|
| Ouverture de la session..... | 1-2 |
| Adoption de l'ordre du jour..... | 3 |
| Questions soumises au Comité par la Commission du Codex Alimentarius et les autres comités..... | 4-15 |
| Avant-projet de directives générales sur l'échantillonnage..... | 16-25 |
| Critères d'évaluation des méthodes d'analyse acceptables aux fins du Codex | |
| a) Avant-projet de Directives relatives à l'application de la méthode fondée sur des critères..... | 26-38 |
| b) Amendements au Manuel de procédure de la Commission du Codex Alimentarius pour tenir compte de la démarche critères..... | 39-41 |
| Considération des Directives harmonisées concernant l'utilisation des taux de récupération dans les mesures analytiques..... | 42-46 |
| Harmonisation de la terminologie analytique conformément aux normes internationales : "Limites des mesures"..... | 47-51 |
| Incertitude des mesures | |
| a) Rapport d'activité des organisations concernées..... | 52-53 |
| b) Rapport entre les résultats des analyses, l'incertitude des mesures et les dispositions des normes Codex..... | 54-64 |
| Validation interne des méthodes..... | 65-84 |
| Approbation des dispositions relatives aux méthodes d'analyse figurant dans les normes Codex..... | 85-106 |
| Rapport de la réunion interinstitutions sur les méthodes d'analyse..... | 107-110 |
| Autres questions et travaux futurs..... | 111 |
| Date et lieu de la prochaine session..... | 112 |

LISTE DES ANNEXES

| | Page |
|--|------|
| Annexe I Liste des participants | 16 |
| Annexe II Propositions d'amendement au Manuel de Procédure | 25 |
| Annexe III Directives harmonisées de l'UICPA concernant l'emploi des taux de récupération dans les mesures analytiques | 32 |
| Annexe IV Statut de l'approbation des méthodes d'analyse et d'échantillonnage | 33 |
| Annexe V Avant-projet de Directives sur l'incertitude des mesures | 45 |

INTRODUCTION

1) Le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage a tenu sa vingt-troisième session à Budapest, Hongrie, du 26 février au 2 mars 2001, à l'aimable invitation du Gouvernement hongrois. M. Péter Biacs, professeur et chef du Département de biotechnologie de l'Institut central de recherches sur les produits alimentaires (KEKI) a présidé la session. Y ont participé 111 délégués et observateurs représentant 40 Etats membres et 17 organisations internationales. La liste complète des participants figure à l'Annexe I du présent rapport.

OUVERTURE DE LA SESSION

2) La session a été ouverte par le Dr I. Mucsi, Secrétaire d'Etat adjoint au Ministère de l'agriculture et du développement rural. Le Dr Mucsi a souligné l'importance des normes du Codex pour l'harmonisation de la législation internationale concernant les produits alimentaires et pour l'exportation des produits agricoles de la Hongrie. Il a informé les délégués de la participation active de la Hongrie aux travaux du Codex et de la réorganisation du Comité national hongrois du Codex. Le Dr Mucsi a souligné l'importance du travail effectué par le Comité sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage dans le but d'assurer la conformité aux dispositions figurant dans les normes du Codex et a souhaité aux délégués beaucoup de succès au cours de leur travail.

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

3) Le Comité a adopté l'Ordre du jour provisoire tel que présenté dans le document CX/MAS 01/1.

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

Plan d'échantillonnage pour les aflatoxines dans les arachides

4) Le Comité a rappelé que la 23ème Session de la Commission avait adopté le niveau maximum de 15 µg/kg pour les aflatoxines totales dans les arachides destinées à la transformation et a adopté à titre transitoire un plan d'échantillonnage correspondant, étant entendu que les propositions de révision seraient considérées par le Comité sur les additifs alimentaires et les contaminants (CCFAC) ainsi que par le CCMAS. L'avant-projet de plan d'échantillonnage révisé a été circulé pour recueillir des commentaires à l'étape 3 dans le cadre du CCFAC² et a été transmis au CCMAS pour examen.

5) L'Observateur de la CE a informé le Comité que la CE appuyait les dispositions du plan d'échantillonnage révisé pour les aflatoxines totales dans les arachides destinées à la transformation.

6) La délégation de l'Inde a proposé de modifier les Sections A. Définition ; B. Echantillonnage et C. Préparation des échantillons pour indiquer que l'échantillon composé devrait être divisé en deux sous-échantillons (chacun d'un poids de 10 kg) qui devraient être séparément homogénéisés : les sous-échantillons seraient analysés et l'acceptation du lot serait décidée sur la base de la moyenne des résultats des deux échantillons définitifs.

7) La délégation des Etats-Unis a souligné que la première modification proposée par la délégation de l'Inde était déjà couverte par la section A. Définition - prise d'essai qui indique que l'échantillon composé pourrait être divisé en échantillons de dimensions égales. La délégation a également proposé de remplacer l'équation Horwitz par sa variante simplifiée dans le texte actuel.

¹ CX/MAS01/2

² CX/FAC 01/21

8) Le Comité a été d'accord pour que dans la section C. Préparation des échantillons, la référence "Tout le matériel reçu par les laboratoires" soit remplacée par "Tous les échantillons de laboratoire obtenus d'échantillons composés", comme proposé par la délégation de l'Inde dans le but d'assurer une clarification en la matière.

9) Le Comité a été d'avis que les autres modifications proposées par la délégation de l'Inde pourraient entraîner des changements ultérieurs dans les dispositions d'échantillonnage et d'analyse pour les aflatoxines, et que le document devrait rester inchangé. Le Comité a fait remarquer que puisque le Comité sur les additifs alimentaires et les contaminants devait assumer la responsabilité principale pour le développement du plan d'échantillonnage révisé, et que celui-ci n'avait pas encore été envoyé au CCMAS en vue de son approbation, il n'était pas nécessaire de discuter le texte en détail à cette étape. Le Comité a été d'accord pour qu'aucun changement ultérieur ne soit fait et il a noté que la délégation de l'Inde et les délégations intéressées avaient la possibilité de soumettre leurs commentaires directement au CCFAC.

Biotechnologie

10) Le Comité a rappelé que le Comité sur l'étiquetage des denrées alimentaires avait demandé au CCMAS - à l'occasion de la discussion sur les dispositions d'étiquetage pour les aliments issus des biotechnologies - de considérer les méthodes d'analyse pour ces aliments. La première session du Groupe spécial intergouvernemental sur les aliments dérivés des biotechnologies avait également donné son accord pour commencer le travail sur les méthodes et avait demandé des propositions dans ce domaine par CL 2000/29- FBT/MAS. Le Comité a noté que le document préparé pour le Groupe spécial (CX/GBT 01/8) a été disponible trop tard pour permettre qu'une discussion spécifique ait lieu sur les méthodes proposées dans ce document à la présente session.

11) Plusieurs délégations ont soutenu l'établissement de méthodes pour les aliments issus des biotechnologies dans le cadre du CCMAS. La délégation du Royaume-Uni, appuyée par d'autres délégations, a souligné que, en vertu de ses termes de référence, le Comité avait la possibilité d'examiner les questions spécifiques d'analyse et d'échantillonnage soumises par d'autres comités lorsque une recommandation générale était nécessaire dans les secteurs concernant tous les Comités du Codex. Certaines délégations et observateurs ont souligné la nécessité de tenir compte du travail effectué par les organisations internationales pertinentes et de demander à la Réunion Interinstitutions (IAM) d'encourager ses membres à commencer des travaux sur la méthodologie dans les secteurs en question, même s'il n'y avait pas de dispositions spécifiques au Codex. Le Secrétariat a indiqué que les organisations internationales recevaient tous les documents de travail du Codex et qu'elles avaient la possibilité de soumettre des propositions et des informations pertinentes dans le cadre des Comités de produits et des Comités généraux, cela en plus du CCMAS.

12) Le Comité est convenu qu'il devrait assumer un rôle de coordination générale quant aux méthodes visant à détecter ou à identifier les aliments issus des biotechnologies et qu'il était prêt à considérer à sa prochaine session les propositions soumises par le Groupe Spécial et les propositions qui, dans le futur, pourraient provenir d'autres Comités du Codex. Le Comité a également donné son accord pour que le travail des organisations internationales pertinentes soit pris en considération au cours de ce processus et il les a invitées à fournir des informations pertinentes dans ce domaine.

Dioxines

13) Le Comité a noté que le CCFAC avait étudié un document de discussion sur les dioxines à sa dernière session et avait demandé au CCMAS de fournir des informations sur les méthodes d'analyse pour les dioxines.

14) Il a également été noté que le CCFAC ne considérait pas actuellement de niveau pour les dioxines dans les produits alimentaires et que les dioxines n'avaient pas encore été évaluées par le JECFA. Le Comité a aussi été informé que les méthodes d'analyse pour les aliments pour animaux, y compris la détermination des contaminants, seraient considérées par le Groupe spécial intergouvernemental sur l'alimentation animale sur la base des informations fournies par les gouvernements et les organisations

internationales³. Certaines délégations ont exprimé leur vue selon laquelle, bien qu'il n'y ait pas de limites dans le Codex pour les dioxines, il serait utile de considérer la sélection de méthodes appropriées au Comité, tout en prenant en compte le travail qui est en cours au sein des différentes organisations internationales.

15) Plusieurs délégations et observateurs ont informé le Comité du travail en cours au sujet de l'analyse et l'échantillonnage pour les dioxines dans les produits alimentaires et les aliments pour animaux. Le Comité a donné son accord pour que la délégation de l'Allemagne recueille des informations sur la méthodologie servant à la détermination des dioxines et il a invité les délégations intéressées à fournir à la Délégation des informations pertinentes ce qui lui permettrait de préparer un document qui pourra être débattu à la prochaine réunion.

AVANT-PROJET DE DIRECTIVES GENERALES SUR L'ECHANTILLONNAGE (Point 3 de l'ordre du jour)⁴

16) La délégation de la France a présenté l'Avant-projet de Directives préparé en coopération avec l'Australie, la Hongrie, les Pays-Bas, le Royaume-Uni, les Etats-Unis et la FIL, comme convenu à la dernière session, et a mis l'accent sur les objectifs, la structure et les aspects principaux du texte. Le préambule présentait les sujets principaux et soulignait l'importance de l'échantillonnage dans le cadre du Codex et passait en revue les conséquences des différences existant entre les procédures d'échantillonnage dans le commerce international. Les situations couvertes ou exclues par les Directives étaient résumées au Tableau 1 et les relations avec les normes ISO et ANSI étaient présentées à la section 1.4. La Délégation a indiqué que les définitions étaient dans la mesure du possible fondées sur la terminologie de l'ISO, avec, si nécessaire, l'ajout des nouveaux termes. Les Directives considéraient les différents types de plans d'échantillonnage (par attributs ou aux mesures) et traitaient les critères à appliquer lors de leur sélection selon les divers cas.

17) Certaines délégations, tout en reconnaissant la nécessité d'avoir une approche statistique, ont exprimé l'opinion que le document, sous sa forme présente, était trop complexe pour fournir une orientation effective aux gouvernements lors de la sélection des plans d'échantillonnage, et ont également souligné la nécessité de présenter des exemples pratiques pour en faciliter l'application. Il a également été souligné que différents plans d'échantillonnage seraient appliqués pour les produits alimentaires transformés et pour les produits frais.

18) Quelques délégations ont proposé qu'un document simplifié soit préparé pour servir de guide pratique destiné aux Comités du Codex et aux gouvernements pour la sélection des plans d'échantillonnage. La Délégation de la France a été d'accord pour que des recommandations simplifiées soient préparées, mais elle a souligné que les aspects scientifiques de l'échantillonnage devraient être retenus dans un document spécifique, vu la décision précédente qui avait prévu l'application d'une approche statistique.

19) Le Comité est convenu de créer un groupe de travail pendant la session pour réviser le texte à la lumière des commentaires obtenus et pour faciliter la discussion en Plénière. Le Comité a décidé de continuer son travail portant sur les Directives sur la base des recommandations du Groupe de travail présentées au CRD 7.

20) Le Comité a été d'accord pour changer la structure du document comme suit : le Préambule serait transféré des Directives vers un autre document qui serait dénommé "Utilisation des résultats analytiques: échantillonnage, relations entre le résultat d'analyse, l'incertitude des mesures, les facteurs de récupération et les spécifications dans les normes du Codex", et qui serait préparé par le Royaume-Uni (voir aussi par. 64).

21) Les Directives sur l'échantillonnage incluraient une nouvelle première section sur "Les recommandations de base pour la sélection des procédures d'échantillonnage du Codex" avec un

³ CX/AF 01/3

⁴ CX/MAS 01/3, CX/MAS 01/3-Corrigendum, CX/MAS 01/3-ADD.1 (observations du Brésil, République tchèque, Danemark, Irlande, Nouvelle Zélande, Etats-Unis), CX/MAS 01/3-Add. 2 (Cuba, Finlande, Norvège et ISO), CRD 4 (Argentine), CRD 7 (structure révisée du document proposé par le Groupe de travail)

organigramme pour faciliter la sélection des plans d'échantillonnage, et les sections suivantes correspondraient au projet actuel (à partir de la section 2).

22) La Délégation de la France a indiqué qu'il n'avait pas été possible d'incorporer tous les commentaires détaillés obtenus, y compris ceux de la Nouvelle Zélande, dans un seul document révisé à la session présente vu le manque de temps, et que le groupe de rédaction serait prêt à continuer sa tâche pour compléter la révision du texte.

23) Le Comité a été d'accord pour que la Délégation de la France continue son travail avec l'assistance d'un groupe de rédaction travaillant par courrier électronique pour compléter la révision du texte en vue de sa circulation à l'étape 3. Le Comité est également convenu qu'il y ait une réunion du Groupe de travail avant la prochaine session, si nécessaire, ce qui permettrait d'examiner en détail les commentaires et de faciliter la discussion au sein du Comité.

Etat d'avancement de l'avant-projet de Directives sur l'échantillonnage

24) Le Comité a été d'accord pour renvoyer l'avant-projet à l'étape 3 pour que celui-ci soit à nouveau rédigé par la Délégation de la France avec l'assistance d'un groupe de rédaction⁵, en vue de sa circulation à l'étape 3 et de son examen à la prochaine session du Comité.

25) Le Comité a exprimé son appréciation à la Délégation de la France et au groupe de rédaction pour le travail considérable effectué au cours de la préparation et de la révision de cet important document.

CRITERES D'EVALUATION DES METHODES D'ANALYSE ACCEPTABLES AUX FINS DU CODEX (Point 4 de l'ordre du jour) ⁶

AVANT-PROJET DE DIRECTIVES RELATIVES A L'APPLICATION DE LA DEMARCHE CRITERES (Point 4 a) de l'ordre du jour)

26) La délégation du Royaume-Uni a présenté le document qui avait été préparé en coopération avec d'autres pays, en suivant la décision de la dernière session pour développer des Directives pour la réalisation d'une démarche-critères. La Délégation a souligné la nécessité de donner des recommandations aux Comités du Codex et au CCMAS pour permettre une plus grande flexibilité dans la sélection des méthodes sur une base rationnelle et scientifique.

27) Le Secrétariat du Codex a rappelé que le sujet avait été approuvé en tant que nouveau travail en 1996 en termes généraux, et que le Comité devrait le cas échéant clarifier le statut du document en tant que Directives du Codex fournissant des recommandations aux gouvernements et incluses dans le Volume 13, ou bien sous la forme d'instructions adressées aux Comités du Codex figurant au Manuel de procédure du Codex.

28) La délégation du Japon, tout en soutenant le principe d'une démarche-critères et son application à toutes les méthodes validées excluant les méthodes de définition, a exprimé sa préoccupation quant à sa mise en œuvre au niveau national. La délégation était de l'opinion que les Directives devraient être à nouveau formulées selon le format de Directives du Codex et devraient fournir des recommandations non seulement pour les Comités du Codex, mais aussi pour les laboratoires des pays membres, en particulier pour savoir comment utiliser la démarche-critères lors de la sélection des méthodes d'analyses.

29) Un grand nombre de délégations ont exprimé leur soutien à la démarche-critères, celle-ci étant davantage scientifique et flexible et, par conséquent, plus facilement applicable aux objectifs du Codex. Quelques délégations ont avancé l'opinion que la démarche-critères devrait être limitée aux méthodes du Type III, alors que d'autres délégations ont indiqué qu'elle pourrait également être

⁵ Brésil, Egypte, Finlande, Grèce, Hongrie, Pays-Bas, Norvège, Nouvelle Zélande, Pologne, Suède, Royaume-Uni, Etats-Unis, Uruguay, ISO, OIE, FAO/IAEA, NMKL, FIL

⁶ CX/MAS 01/4, CX/MAS 01/4-Add. 1 (observations de l'Irlande et des USA), CX/MAS 01/4- Add.2 (Situations de litige – extraits de rapports du 23ème CCMAS et du 7ème CCFICS)

appliquée aux méthodes du Type II pour permettre l'utilisation de méthodes plus modernes. Il a été souligné qu'il n'y avait pas besoin de méthodes de Type II, d'un point de vue scientifique.

30) La Délégation des Etats-Unis, tout en donnant son plein appui à la démarche critères pour les méthodes du Type III, a soutenu l'idée de maintenir les méthodes du Type II en particulier pour les situations de litiges et que, à ces fins les méthodes du Type II devraient être sélectionnées par les experts techniques des Comités de produits ou du CCMAS. Si des méthodes de référence n'étaient plus disponibles pour les procédures légales, les différences de résultats pourraient, le cas échéant, être interprétées par la profession légale et non pas sur des bases scientifiques. Les méthodes du Type II étaient par conséquent nécessaires pour fournir des recommandations aux laboratoires sur les méthodes spécifiques et pour éliminer le manque d'objectivité lié à la sélection de méthodes dans les situations de litiges. La délégation a aussi souligné que la forme simplifiée de l'équation de Horwitz devrait être utilisée dans l'Annexe I du document.

31) Certaines délégations ont indiqué que des situations de litige pouvaient se présenter non seulement à cause des méthodes, mais aussi suite à un échantillonnage inadéquat et elles ont indiqué que pour réduire au minimum des situations où les résultats seraient différents et feraient l'objet de litiges, il serait nécessaire de s'appuyer davantage sur l'utilisation des systèmes d'accréditation des laboratoires et d'essais d'aptitude, comme cela avait déjà été recommandé par le CCFICS.

32) En guise de compromis, le Comité est convenu que la démarche-critères serait appliquée pour les méthodes du Type III et que les méthodes du Type II seraient prescrites par le CCMAS pour être utilisées dans les situations de litige.

Etat d'avancement de l'Avant-projet de Directives relatives à l'application de la démarche-critères

33) Le Comité a noté que le texte présent donnait des recommandations au CCMAS et aux Comités du Codex et est convenu qu'il devrait donc être inclus dans le Manuel de procédure à la fin de la section actuelle "*Principes pour l'élaboration des méthodes d'analyse du Codex*". Le Comité est convenu de transmettre la proposition de « Directives et instructions de travail pour faciliter l'application de la démarche critères à la sélection des méthodes d'analyse aux fins du Codex » (Annexe I, CX/MAS 01/4) au Comité sur les principes généraux en vue de leur approbation et à la Commission pour adoption et inclusion dans le Manuel de Procédure (voir Annexe II, Partie 2).

34) Le Comité est aussi convenu que la Délégation du Royaume-Uni, avec l'assistance de la Délégation de la Suède, rédigerait à nouveau les Directives actuelles pour qu'elles puissent être généralement applicables par les gouvernements, en vue de leur distribution à l'étape 3 et de leur discussion à la prochaine session du Comité.

Situations de litige

35) L'Observateur de l'OIV a attiré l'attention du Comité sur le fait que les litiges pouvaient plus vraisemblablement provenir des différences dans les pratiques légales que de problèmes d'ordre analytique et il a souligné la nécessité de disposer de méthodes analytiques appropriées lorsque la démarche-critères n'était pas applicable.

36) Le Comité a été informé de l'existence des normes ISO 5725:1994 et 4259:1992 qui donnent des conseils dans certaines situations de litige.

37) Le Comité a soutenu les recommandations générales faites par le Comité sur les systèmes d'inspection et de certification des importations et des exportations alimentaires⁷ quant aux situations de litige et a noté que cela n'empêchait pas le développement de recommandations plus spécifiques dans ce domaine. Plusieurs délégations ont exprimé leur vue selon laquelle le Comité devrait se pencher sur les situations de litige en adoptant un point de vue pratique.

38) Le Comité a été d'accord pour que la Délégation de la France, avec l'assistance de l'Australie, de la Belgique, du Brésil, du Canada, du Danemark, de l'Egypte, de la Grèce, des Pays-Bas, de la Norvège,

⁷ ALINORM 01/30, para 102.

de l'Afrique du Sud, du Royaume-Uni et des Etats-Unis, prépare un document de discussion traitant les situations de litige pour que celui-ci soit débattu à la prochaine session. Il serait demandé par lettre circulaire aux gouvernements de fournir des informations sur les pratiques suivies à l'heure actuelle dans ce contexte dans les pays membres, afin de faciliter la préparation du document de discussion mentionné précédemment.

CRITERES D'EVALUATION DES METHODES D'ANALYSE ACCEPTABLES AUX FINS DU CODEX (Point 4b) de l'ordre du jour)⁸

39) La délégation de la Suède, prenant la parole au nom des Etats membres de l'UE présents à la session et exposant une position commune de la CE, a proposé les amendements suivants : dans la nouvelle section sur les *Critères généraux*, de se référer au Type II et au Type III Codex (en supprimant les crochets); de remplacer "Processus usuel" par "Pratique usuelle" dans les *Relations entre les Comités s'occupant de produits et les Comités s'occupant de questions générales*; et de clarifier la présentation des sections.

40) Vu la discussion mentionnée ci-dessus, ainsi que la décision d'appliquer les critères seulement pour les méthodes du Type III à cette étape, le Comité a donné son accord pour supprimer la référence aux méthodes du Type II dans la nouvelle section. Le Comité a été d'accord avec les amendements de caractère éditorial proposés en vue d'une clarification du texte.

41) Le Comité a été d'accord pour transmettre les amendements aux *Principes pour l'élaboration des méthodes d'analyse* et les *Relations entre les Comités s'occupant de produits et les Comités s'occupant de questions générales - Méthodes d'analyse et d'échantillonnage* au Comité sur les principes généraux en vue de leur approbation et à la 24^{ème} session de la Commission pour adoption et inclusion dans le Manuel de procédure (voir Annexe II, Partie 1).

CONSIDERATION DES DIRECTIVES HARMONISEES CONCERNANT L'UTILISATION DES TAUX DE RECUPERATION DANS LES MESURES ANALYTIQUES⁹ (Point 5 de l'ordre du jour)

42) La Délégation du Royaume-Uni, tout en introduisant le document, a souligné le caractère complexe du sujet et a indiqué qu'il y avait des différences dans l'utilisation des taux de récupération : par exemple, dans la détermination des aflatoxines les taux de récupération étaient souvent utilisés alors que pour les résidus de pesticides et de médicaments vétérinaires, l'utilisation des taux de récupération étaient variables. La Délégation a également indiqué que des différences concernant l'utilisation et l'application des taux de récupération existaient dans la législation des Gouvernements membres et étaient pour cette raison susceptibles de créer des problèmes dans le commerce.

43) Quelques délégations ont indiqué que l'utilisation généralisée des taux de récupération pour chacune des matrices, signifierait un fardeau économique substantiel pour les laboratoires de produits alimentaires et rendrait cela impraticable, en particulier dans le cas d'analyses multi-résidus, par exemple des résidus de pesticides. Elles ont souligné qu'il faudrait confier aux analystes chimistes la tâche de trancher la question : utiliser ou ne pas utiliser les taux de récupération. Cependant, dans tous les cas il faudrait préciser si les résultats avaient été corrigés ou non et la méthode utilisée pour établir la correction devait être précisée.

44) Certaines délégations ont indiqué que l'objectif du Codex n'était pas de trouver la "meilleure évaluation des résultats" en effectuant une analyse chimique, mais d'obtenir des résultats comparables, et qu'on pourrait y parvenir en offrant des informations sur l'application des taux de récupération et la méthodologie utilisée à ces fins.

⁸ CX/MAS 01/5-Add. 1. CX/MAS 01/5 (commentaires de Cuba, de l'Espagne et de la Communauté européenne)

⁹ CX/MAS 01/, CX/MAS 01/6-Add.1 (Commentaires de la Finlande et des USA), CX/MAS 10/6-Add.2 (commentaires de Cuba et de l'Allemagne)

45) Un grand nombre de délégations ont reconnu la valeur scientifique des Directives, mais elles ont mis en relief les limites existant lors de l'application universelle des taux de récupération dans le cadre des rapports de résultats analytiques. Entre autres, il a été souligné que les taux de récupération étaient affectés par divers facteurs, comme le traitement ou l'extraction et qu'il y avait plusieurs secteurs où les taux de récupération n'étaient pas applicables.

46) Le Comité a reconnu que l'acceptation des deux premières phrases de la Recommandation 1 dans les Directives de l'UICPA pourrait créer des difficultés, puisque la correction des résultats analytiques deviendrait par la suite une exigence générale. En revanche, les autres recommandations étaient acceptables. Le Comité a décidé d'adopter les *Directives Harmonisées concernant l'utilisation des taux de récupération dans les mesures analytiques* de l'UICPA, de l'ISO et de l'AOAC, à l'exception des deux premières phrases de la Recommandation 1¹⁰ concernant la demande générale sur la correction. Il a donné son accord pour recommander à la 24^{ème} Session de la Commission son adoption par référence aux fins du Codex (voir Annexe III).

HARMONISATION DE LA TERMINOLOGIE ANALYTIQUE CONFORMEMENT AUX NORMES INTERNATIONALES : LIMITES DES MESURES (Point 6 de l'ordre du jour)¹¹

47) La délégation des Etats-Unis a présenté le document qui examinait la nécessité des caractéristiques de limite de détermination et de limite de détection, suite à la décision de la dernière session du Comité. La Délégation est arrivée à la conclusion qu'il n'était pas nécessaire de déterminer ces limites en routine, une fois que la méthode avait été choisie et a proposé de prévoir une définition du "Plus bas niveau validé" en tant qu'alternative pour les limites de mesure. Il a été noté que les méthodes d'analyse doivent être "directement appropriées à la Norme Codex pour laquelle elles sont prévues" et que les LMR du Codex n'étaient pas établies à la limite de la détection.

48) Quelques délégations ont indiqué que la limite de détection avait été introduite dans les critères généraux servant à la sélection des méthodes et les différences de terminologie existant en la matière devraient être résolues. La délégation de l'Uruguay a proposé de prendre en compte la norme ISO 11843 :1999 Capacité de détection. Il a également été noté que l'utilisation du terme « Plus bas niveau validé » au lieu de « limite de détermination » en relation à la validation des méthodes était cohérent avec le « plus bas niveau calibré » en relation au contrôle de qualité analytique.

49) Certaines délégations et l'Observateur du COMISA ont exprimé la vue selon laquelle il n'était pas nécessaire de prévoir des définitions additionnelles en la matière. Il a également été indiqué que le sujet des limites des mesures était plutôt pertinent pour les résidus de pesticides et les médicaments vétérinaires, qui n'étaient pas de la responsabilité du CCMAS.

50) L'Observateur de l'AOAC a indiqué que l'harmonisation des définitions et de la terminologie avait été introduite dans les activités futures de la réunion interinstitutions (IAM) et que le Comité serait tenu informé de l'évolution ultérieure dans ce domaine.

51) Le Comité est convenu qu'il n'était pas nécessaire d'examiner plus avant les limites des mesures à ce stade et que, si nécessaire, on pourrait revenir à cette question à une date ultérieure.

INCERTITUDE DES MESURES (Point 7 de l'ordre du jour)

RAPPORT D'ACTIVITE DES ORGANISATIONS INTERNATIONALES CONCERNEES (Point 7a de l'ordre du jour)

52) La Délégation de l'Irlande a informé le Comité de la publication de la deuxième édition du Guide EURACHEM/CITAC sur la quantification de l'incertitude dans les mesures analytiques. Les changements traitant de l'utilisation des données de performance des méthodes et des données de

¹⁰ Les résultats doivent être corrigés en fonction de la récupération, sauf raisons spécifiques pour ne pas le faire. Les raisons pour ne pas estimer ou utiliser les facteurs de récupération incluent les situations où (a) la limite analytique est considérée comme empirique, (b) une limite a été fixée, par réglementation ou par contrat, en utilisant des données non corrigées, ou (c) on sait que les récupérations sont proches de l'unité. Toutefois ...

¹¹ CX/MAS 01/7

validation de méthodes permettant de déterminer les composantes de l'incertitude étaient particulièrement importants pour le Comité. La Délégation a souligné que les exemples avaient été révisés et que le Guide contenait également une nouvelle section sur la traçabilité. Il a été noté qu'un résumé était inclus au document CX/MAS 01/8 et que le Guide complet était disponible sur le site Web EURACHEM ([http:// wwwz.vtt.fi/ket/eurachem](http://wwwz.vtt.fi/ket/eurachem)).

53) La délégation de la Finlande a aussi informé le Comité que la procédure NMKL pour l'expression de l'incertitude des mesures était en cours de révision et serait harmonisée avec le Guide EURACHEM.

RAPPORT ENTRE LES RESULTATS DES ANALYSES, L'INCERTITUDE DES MESURES ET LES DISPOSITIONS DES NORMES DU CODEX (Point 7b) de l'ordre du jour¹²

54) La Délégation du Royaume-Uni, en présentant le document, a mis en relief les éléments principaux traités: la terminologie, la méthodologie permettant d'évaluer l'incertitude des mesures et leur incidence sur l'interprétation des résultats et l'évaluation de la conformité. La Délégation a souligné que le terme d'incertitude était largement accepté au sein de la communauté analytique ; que les laboratoires qui mettaient en œuvre les principes de l'assurance qualité n'avaient pas besoin d'une évaluation supplémentaire de l'incertitude des mesures selon l'approche de l'ISO composant par composant et que les résultats devaient en général être présentés avec une incertitude des mesures. Le Comité a aussi pris note que le Guide 25 de l'ISO/IEC (approuvé par le Codex) a été remplacé par l'ISO/IEC 17025 qui se réfère à l'incertitude des mesures.

55) Le Comité a examiné les Recommandations présentées à la fin du document et est convenu qu'elles soient rédigées comme Directives sur l'incertitude des mesures destinées aux gouvernements, pour circulation à l'étape 3, sous réserve d'approbation comme nouveau travail par la Commission. Le Comité a eu une discussion approfondie sur ce sujet et a apporté un certain nombre d'amendements et d'ajouts au texte initial.

56) Le texte de l'Introduction a été révisé à des fins de clarification et pour bien refléter l'importance de la question. Certaines délégations ont remis en question la disposition selon laquelle on avait demandé "aux laboratoires d'analyses des produits alimentaires d'être sous contrôle". La Délégation du Royaume-Uni a souligné que cela était une expression adaptée pour refléter le fait que les laboratoires appliquaient les principes du Codex portant sur la qualité des résultats des laboratoires.

57) La Délégation de la Finlande a soumis les propositions suivantes pour clarifier le texte; au point 1) l'incertitude des mesures devrait plutôt être "estimée" et non pas "quantifiée" ; au point 2) il serait préférable de citer en premier lieu les données disponibles grâce à l'utilisation du contrôle de qualité interne; au point 4), la référence à la validation intra-laboratoire pourrait être incluse.

58) La Délégation des Etats-Unis soutenue par la Délégation de Thaïlande, a exprimé l'opinion que l'incertitude des mesures étant un concept relativement récent, il était possible qu'elle ne soit pas bien connue dans certains pays, et pour cette raison, le Comité devrait reconnaître que la "fiabilité" pouvait encore être utilisée. La Délégation de l'Irlande a souligné que "l'incertitude" était un terme accepté au niveau international et que le Codex était une référence dans le commerce international, elle a donc proposé que la définition ISO soit utilisée, accompagnée d'explications appropriées qui figureraient dans le texte des Directives.

59) Le Comité est convenu d'inclure la définition de l'incertitude des mesures de l'ISO pour clarifier la question de la terminologie. En guise de compromis, une note explicative a été ajoutée entre crochets après la Note 3) pour indiquer que le terme de "fiabilité des mesures" pouvait tout aussi bien être utilisé.

60) L'Observateur de l'IOFI a indiqué que la question de l'incertitude des mesures était particulièrement importante pour l'analyse des composants qui étaient présents à de faibles concentrations comme les arômes, en relation avec les dispositions réglementaires ou la conformité avec les spécifications. Le Comité a noté que la question de la conformité avait également été discutée

¹² CX/MAS 01/8, CRD 6 (commentaires de la France)

en rapport avec les facteurs de récupération et devrait être résolue dans une perspective générale (voir aussi le paragraphe 64).

61) Le Comité est convenu de regrouper les Recommandations 3 et 4, puisque les deux se référaient à la méthodologie utilisée pour évaluer l'incertitude. La Délégation des Etats-Unis a proposé d'ajouter une phrase additionnelle pour indiquer comment l'incertitude totale pourrait être déterminée.

62) Les Délégations d'Espagne et d'Uruguay ont souligné que le terme de "fiabilité" avait des connotations négatives et ne devrait pas être utilisé en espagnol. Pour cette raison, il est important de préciser que l'expression utilisée était équivalente à « l'incertitude » et qu'elle avait le même sens. Le Comité est convenu de se référer à un "terme alternatif, équivalent" et a noté que les pays membres auraient la possibilité de présenter des commentaires quant à la terminologie appropriée dans les différentes langues. La délégation de l'Irlande a informé le Comité que le Journal d'accréditation et d'assurance qualité (AQAL) (Volume 1, No. 1, Janvier 1996) comprenait un Glossaire des termes analytiques dans lequel « l'incertitude des mesures » était traduite dans plusieurs langues.

63) Le Comité est convenu de faire circuler à l'étape 3 une première version de l'Avant-projet de Directives sur l'incertitude des mesures destinées aux gouvernements, tel qu'il figure à l'Annexe V, celles-ci devant être approuvée par la Commission dans le cadre des nouveaux travaux.

64) La Délégation du Royaume-Uni a proposé de préparer un document de discussion qui se pencherait sur les aspects de conformité associés à l'incertitude des mesures, les facteurs de récupération et l'échantillonnage, car ces diverses questions étaient en rapport les unes avec les autres, et a invité les délégations intéressées à participer à la préparation du document. Le Comité a bien accueilli cette proposition car il apparaissait nécessaire d'avoir des recommandations pratiques pour les gouvernements et les laboratoires chargés du contrôle alimentaire dans ce domaine, et il est convenu que cette question serait débattue à sa prochaine session (voir aussi le para 60).

VALIDATION INTERNE DES METHODES (Point 8 de l'ordre du jour)¹³

65) Le Comité a rappelé que la dernière session avait donné son accord pour étudier le projet révisé de *Directives harmonisées pour la validation interne des méthodes d'analyse* de l'UICPA quand celles-ci seraient disponibles. Il avait également été d'accord pour que la Délégation des Pays-Bas prépare un document de discussion sur les caractéristiques des méthodes validées intra-laboratoire en vue de leur étude à la prochaine session.

66) Le Comité est convenu qu'il était préférable d'utiliser le terme « validation par un seul laboratoire » plutôt que « validation interne » comme proposé par la Délégation de la République Tchèque.

67) La Délégation des Pays-Bas a rappelé que cette question était essentiellement pertinente pour la détermination des résidus de pesticides et de médicaments vétérinaires, puisque relativement peu d'études en collaboration sur ces méthodes étaient disponibles et elle a proposé les recommandations suivantes en vue de leur étude par le Comité: reconnaître l'utilisation d'une validation par un seul laboratoire aux fins du Codex; adopter les critères pour les méthodes validées en intra laboratoire aux fins du Codex; et adopter les Directives préparées par la FAO/IAEA/AOAC dans ce but.

68) La Délégation du Royaume-Uni a indiqué que les Directives de l'UICPA fournissaient une orientation sur la validation interne, mais qu'elle ne devrait pas généralement remplacer les études en collaboration, et elle a souligné que ces deux questions devraient être considérées séparément par le Comité: la validation interne et l'utilisation de tests d'aptitude. La Délégation a également attiré l'attention du Comité sur les exemples présentés aux Annexes II et III qui reflètent les expériences pratiques du Royaume-Uni dans ce domaine.

¹³ CX/MAS 01/9

Directives de l'UICPA

69) Le Comité a noté que les Directives n'avaient pas encore été publiées sous leur forme finale par l'UICPA et que pour cette raison il n'était pas possible de proposer leur adoption en tant que référence à la présente session.

70) L'Observateur de l'AOAC a indiqué que l'AOAC n'avait pas encore harmonisé son approche avec les Directives de l'UICPA car celles-ci ne présentaient pas de recommandation pratique sur la marche à suivre en cas d'une validation par un seul laboratoire. Cette opinion a été soutenue par quelques délégations. La Délégation du Royaume-Uni a souligné que les Directives de l'UICPA étaient plutôt destinées à servir de document cadre et non pas de manuel détaillé pour les laboratoires d'analyses de produits alimentaires, et il a invité les gouvernements et les organisations internationales à soumettre leurs commentaires à l'UICPA.

71) La Délégation de l'Irlande a informé le Comité que le Guide EURACHEM "L'aptitude aux fins des méthodes analytiques. Un Guide de laboratoire pour la validation de méthodes et sujets afférents" pourrait fournir une orientation utile aux laboratoires d'analyses de produits alimentaires sur la validation intra laboratoire. Le Comité a noté que le NMKL avait établi une procédure sur la validation interne et que le NMKL avait aussi récemment publié des directives sur l'utilisation des matériels de référence certifiés : Procédure NMKL No. 9 (2001) Evaluation des résultats dérivés de l'analyse des matériels de référence certifiés.

72) La Délégation des Etats-Unis a proposé de formuler autrement la fin du deuxième paragraphe à la Section 4.4 *Méthode et effets de laboratoires* car "la fonction Horwitz dévie à des concentrations inférieures à 120ppb environ".

Exigences pour la validation par un seul laboratoire

73) Le Comité a eu un échange de vues sur les critères proposés au document de travail (page 2).

74) La Délégation de l'Allemagne, soutenue par d'autres délégations et observateurs, a exprimé le souhait que l'utilisation d'une validation par un seul laboratoire ne soit pas restreinte aux méthodes multi-résidus et que cette recommandation soit révisée (paragraphe 8a). Quelques délégations ont souligné que ce problème était plus général, car les laboratoires devaient développer de nouvelles méthodes à des fins de contrôle des produits alimentaires, pour détecter des substances qui représentaient un risque pour la santé comme les dioxines ou les contaminants dans les matériaux au contact.

75) La Délégation de l'Allemagne a également souligné que les recommandations pouvaient être en contradiction avec la démarche critères déjà approuvée par le Comité, en particulier parce que certaines méthodes futures pourraient être présentées seulement sous la forme de critères. Le Comité a été d'accord que ces questions soient traitées à l'occasion de la révision de la section des "Exigences".

Relations avec le CCPR et le CCRVDF

76) Le Représentant de la FAO/IAEA a informé le Comité de ce que les exposés présentés à l'Atelier international sur les principes et les pratiques de la validation des méthodes de l'AOAC/FAO/IAEA/IUPAC (4 au 6 novembre 1999)¹⁴ ont été publiés dans la littérature scientifique, y compris les Directives pour la validation par un seul laboratoire des méthodes analytiques pour les concentrations au niveau de traces des produits chimiques organiques, qui ont été par la suite finalisées par la Consultation FAO/IAEA/AOAC (8 au 11 novembre 1999).

77) Le Représentant a attiré l'attention du Comité sur la nécessité d'une approche harmonisée pour la validation intra laboratoire dans les domaines des résidus de médicaments vétérinaires et des résidus de pesticides, et il a souligné l'importance du travail effectué par la FAO/IAEA dans ce domaine. La Délégation des Pays-Bas a proposé de transmettre les Directives au CCPR et au CCRVDF.

¹⁴ Principes et pratiques de la validation de méthodes, Société royale de chimie, Cambridge, 2000.

78) La Délégation de la Suède a rappelé que d'après la partie (g) de son mandat, le Comité pouvait faire des recommandations générales adressées aux autres comités sur les procédures et les protocoles, comme les Directives de l'UICPA, même si ces comités étaient responsables du développement de leurs propres méthodes.

79) Le Secrétariat a confirmé que le CCMAS pourrait adresser des recommandations générales sur la méthodologie à tous les autres Comités et cela s'appliquerait aux Directives de l'UICPA. Cependant, cela ne faisait pas partie de son mandat de considérer et de faire des recommandations sur un document qui couvrait exclusivement des résidus chimiques, comme les Directives FAO/IAEA/AOAC mentionnées ci-dessus.

80) Le Secrétariat a également rappelé que la pratique habituelle pour les Agences des Nations Unies était de distribuer les rapports des consultations d'experts aux Comités du Codex lorsque les recommandations adoptées par ces consultations exigeaient une considération spécifique par les Comités. Cela avait été le cas, par exemple, pour la Consultation sur la validation des méthodes analytiques pour le contrôle des aliments tenue en 1997 avec la FAO/IAEA¹⁵, et c'était la pratique courante pour les Consultations de la FAO/OMS. En conformité avec la procédure habituelle, on pouvait attendre que les sessions prochaines du CCPR et du CCRVDF aient l'opportunité d'étudier les rapports de l'Atelier AOAC/FAO/IUPAC/IAEA et ceux des Consultations FAO/IAEA/AOAC, y compris les Directives lorsqu'elles seront distribuées par la FAO/IAEA.

81) Le Comité a été informé que la dernière session du CCRVDF avait pris note des résultats généraux de l'Atelier de la FAO/IUPAC/IAEA et de la Consultation FAO/IAEA/AOAC¹⁶, et que le CCPR avait pris note des résultats de la Consultation FAO/IAEA/AOAC¹⁷, mais les rapports pertinents et les Directives n'avaient pas été publiés à l'époque. Les Comités étaient déjà convenus de prendre en compte les recommandations pertinentes faites à ces réunions tout en développant les critères pour établir des méthodes analytiques appropriées.

82) Le Comité a pris note de ce que l'Atelier et la Consultation avaient fait un certain nombre de recommandations concernant la validation par un seul laboratoire, y compris les Directives, et il a invité le CCPR et le CCRVDF à continuer à les étudier pour pouvoir assurer une approche harmonisée du Codex sur la validation par un seul laboratoire.

Actions futures

83) Le Comité a généralement reconnu que la validation par un seul laboratoire pourrait être utilisée aux fins du Codex et il est convenu que la prochaine session considérerait l'introduction d'un texte spécifique dans le Manuel de procédure à ces fins.

84) Le Comité a été d'accord pour étudier la version publiée des *Directives harmonisées pour la validation interne des méthodes d'analyse* de l'UICPA à sa prochaine session en vue de son adoption en tant que référence. La Délégation des Pays-Bas, avec l'assistance des pays intéressés, procéderait à la révision du document sur les Exigences pour la validation par un seul laboratoire à la lumière des discussions de la présente session. En outre, la Délégation du Royaume-Uni préparerait un document sur la validation des méthodes par l'utilisation des résultats d'essais d'aptitude en tant que sujet séparé.

APPROBATION DES DISPOSITIONS RELATIVES AUX METHODES D'ANALYSE DANS LES NORMES DU CODEX (Point 9 de l'ordre du jour)¹⁸

85) Le rapport du Groupe de travail *ad hoc* sur l'approbation des méthodes d'analyse (CRD 1) a été présenté par son président, le Dr William Horwitz (USA). Le Dr Gregory Diachenko en a été le rapporteur. Les pays et organisations internationales suivants ont participé au Groupe de travail :

¹⁵ Food and Nutrition Paper No 68, Rome 1998

¹⁶ ALINORM 01/24, par. 152-153

¹⁷ ALINORM 01/31, par. 99-101

¹⁸ CX/MAS 01/10, CX/MAS 01/10-ADD.1 CRD 1 (rapport du Groupe de travail ad hoc)

Brésil, Finlande, Allemagne, Hongrie, Japon, Malaisie, Royaume-Uni, Etats-Unis, AOAC International, CEN, CE, FIL, ISO et NMKL.

86) Le Comité est convenu de remplacer la méthode générale du Codex pour le cuivre (AOAC 971.20) par la Méthode NMKL originale 139 (1991) pour le plomb, le cadmium, le cuivre, le fer et le zinc dans les aliments par l'AAS après une calcination sèche qui est également identique à l'AOAC 999.11 (comme méthode du Type II). Le Comité a aussi approuvé la méthode NMKL 161 (1998) qui utilise la digestion par micro-ondes suivant l'AAS et la méthode identique AOAC 991.10, comme méthode générale du Codex du Type III pour le plomb, le cadmium, le zinc, le cuivre et le fer dans les aliments.

87) Le Comité a conclu que la méthode NMKL proposée par le Comité sur les additifs alimentaires et les contaminants pour l'analyse de l'ochratoxine A dans les céréales et les produits à base de céréales semblait bien fonctionner pour les produits spécifiés à un niveau supérieur à 2ng/g. Le Comité a aussi considéré qu'il ne serait pas correct du point de vue de la procédure d'approuver une méthode avant qu'on ait établi une disposition pertinente du Codex. Il a aussi été souligné que d'autres méthodes étaient à présent en cours de validation pour l'ochratoxine A et que le CCFAC pourrait aussi les étudier.

88) Le Comité a été informé de ce que la référence à l'ICUMSA GS 2/3 pour mesurer le sucre inverti dans les sucres mous et le sucre brun n'était pas correcte et que la référence correcte était ICUMSA GS 1/3/7-3.

89) Le Comité a pris note des commentaires écrits du CEFS concernant la différence des résultats dans la détermination des valeurs de la couleur pour le sucre ayant des valeurs pour la couleur supérieures à 60 UI en utilisant différentes méthodes ICUMSA. Cependant, la méthode ICUMSA GS 2/3-10 (1998) a été retenue sur la base de la recommandation du Comité chargé des produits.

90) Le Comité a décidé de supprimer les méthodes servant à la détermination de l'arsenic et du plomb dans les normes pour le sucre, puisqu'il n'y avait pas de dispositions pour ces contaminants.

91) Le Comité a changé le statut "d'approuvé" en "approuvé à titre temporaire" pour plusieurs méthodes figurant dans la norme sur le miel, du fait d'un manque d'information sur les études inter-laboratoires et en conformité avec les décisions précédentes.

92) Le Comité est convenu de demander des clarifications au Comité sur les sucres concernant la disponibilité du réactif spécifique pour la méthode Phadebas.

93) Le Comité a accepté les informations de la Délégation de la Norvège au sujet de la disponibilité des études en collaboration et a approuvé la méthode WEFTA pour la détermination du sel dans les poissons salés de la Famille des *Gadidae* en tant que méthode du Type II, tout en précisant que le résultat serait calculé sur la base de la teneur en chlorure. Le Comité est également convenu que la méthode servant à déterminer l'histamine dans les harengs salés de l'Atlantique (AOAC 997.13) soit applicable à toutes les espèces de poissons où l'histamine était une préoccupation et il a approuvé la méthode pour "les poissons et les produits de la pêche", puisque que celle-ci serait appliquée pour toutes les normes pertinentes.

94) Comme il y avait des dispositions séparées concernant l'humidité et la matière sèche dans les différentes normes pour les fromages, le Comité a décidé de prévoir des données séparées pour ces dispositions.

95) Le Comité a décidé de supprimer la référence à une déviation de ± 2 ° C dans la norme sur les fromages de lactosérum, puisque les informations exactes pour cette valeur ont été introduites dans la norme et que le document concernant l'approbation ne contenait que le principe de la méthode.

96) Le Comité a supprimé la référence à la norme ISO non publiée pour la détermination du *Streptococcus thermophilus* dans les laits fermentés (yaourts) et a décidé de ne pas approuver les méthodes pour les protéines et la matière sèche dans la norme sur les fromages non affinés, y compris les fromages frais, puisque ces dispositions ne figuraient pas dans la norme.

97) Le Comité n'a pas approuvé les méthodes pour la détermination de la teneur en matière grasse dans le projet de norme sur les poudres de cacao et il a demandé au CCCPC de démontrer la validation par des études en collaboration et d'apporter des informations sur l'objectif et le type de la méthode. Le Comité n'a pas approuvé la méthode pour la détermination du cuivre dans l'Avant-projet de norme sur le chocolat et les produits de chocolat et a demandé au Comité d'étudier l'adoption de l'une des méthodes générales du Codex sur le cuivre pour déterminer le pourcentage de matière grasse dans les produits.

98) La référence au Comité pour les fruits et légumes traités a été ajoutée dans la section sur les produits de noix de coco aqueux car le projet de norme (dont l'initiative avait été prise par le CCASIA) était actuellement en cours d'examen dans ce Comité. Le Comité est également convenu de demander au CCPFFV d'examiner les questions qu'il lui avait adressées précédemment concernant le projet de Norme pour les pickles, lorsqu'il finaliserait la norme.

Approbation des dispositions sur les méthodes d'échantillonnage

99) Le Comité a approuvé les dispositions d'échantillonnage dans plusieurs normes sur les produits laitiers. Le Comité a aussi approuvé ces dispositions dans le projet de norme pour les produits de protéines de blé et il a modifié la référence à la norme ISO.

Méthodes pour la détection des aliments irradiés

100) La Délégation de la Suède, parlant au nom des Etats membres de l'UE participant à la présente session et présentant une position commune de la CE, a présenté le CRD 3 et l'addendum au CRD 3, et a rappelé que la norme générale du Codex pour l'étiquetage des denrées alimentaires préemballées exigeait l'étiquetage obligatoire des aliments irradiés et que pour cette raison, il était nécessaire d'établir des méthodes aux fins de contrôle. La Délégation a souligné, que avec l'assistance de la Division conjointe FAO/IAEA chargée des techniques nucléaires appliquées dans l'agriculture, un certain nombre de méthodes avaient été mises au point et validées et que ces méthodes avaient été ensuite normalisées par le CEN. La Délégation a proposé de considérer et d'approuver cinq méthodes pour la détection des différents aliments irradiés, comme présenté au CRD 3.

101) L'Observateur de l'AOAC a fait ressortir que le Comité sur les additifs alimentaires et les contaminants n'avait pas proposé de méthodes pour la détection de l'irradiation des aliments, et a indiqué que les méthodes sont proposées par les comités sur les produits bien avant la réunion pour que le Groupe de travail sur l'approbation des méthodes du CCMAS puisse les examiner. Quelques délégations et le Secrétariat ont rappelé que la disposition du Codex visée était l'exigence d'étiquetage des aliments irradiés dans la norme générale pour l'étiquetage des denrées alimentaires préemballées, qu'il était dans le mandat du Comité d'examiner les méthodes générales et qu'il ne s'agissait pas d'une approbation des méthodes proposées par les comités sur les produits.

102) La Délégation des Etats-Unis a indiqué qu'en dépit des nombreuses références, il n'y avait pas de bibliographie sur les méthodes et que la procédure habituelle du Comité était d'étudier de telles questions par l'intermédiaire du Groupe de travail.

103) Suite à la demande de la Délégation de l'Australie au sujet des résultats faussement positifs et négatifs, l'Observateur de la CE a indiqué que les méthodes fournissaient un très haut pourcentage d'échantillons correctement identifiés qui dans certains cas correspondaient même à 100 %. Il a été souligné que ces méthodes étaient actuellement utilisées dans la pratique dans quelques pays avec un succès significatif et étaient entièrement validées.

104) La Délégation du Royaume-Uni a demandé avec insistance au Comité de prendre une position plus dynamique au sujet de ces questions importantes et a donné son soutien à ce que les méthodes proposées soient étudiées et approuvées à la présente session. Cette vue a été soutenue par quelques autres délégations et le Représentant de la FAO/IAEA.

105) Le Comité a procédé à un débat approfondi sur la détermination des types des méthodes proposées. Certaines délégations ont indiqué que ces méthodes pourraient être classées comme Type I

parce qu'elles ne fournissaient qu'une estimation d'un résultat positif ou négatif, alors que d'autres délégations ont souligné que les méthodes pouvaient être différenciées entre le Type II et le Type III.

106) Le Comité a décidé d'approuver les méthodes proposées et est parvenu à la conclusion que la méthode EN 1785:1996 sur la détection des produits irradiés contenant des matières grasses basée sur l'analyse GS/MS de 2-alkylcyclobutanones, devait être approuvée comme Type III et que les méthodes restantes seraient spécifiées comme Type II (voir Annexe IV).

RAPPORT DE LA REUNION INTERINSTITUTIONS SUR LES METHODES D'ANALYSE (Point 10 de l'ordre du jour)¹⁹

107) Le projet de rapport de la 14^{ème} Réunion Interinstitutions a été présenté par l'Observateur de l'AOAC International. Le Comité a été informé de ce que 20 organisations internationales avaient participé à la réunion et que la réunion avait beaucoup apprécié la présidence du Dr Roger Wood (Royaume-Uni).

108) Le Comité a été informé de ce que trois nouvelles organisations (la Société des chimistes américains des huiles (AOCS), l'Association nationale des transformateurs de produits alimentaires (NFPA) et l'Institut de recherches de l'AOAC) avaient été admises comme nouveaux membres. L'Observateur a souligné que plusieurs questions pouvaient être de pertinence directe pour le CCMAS et pour les autres comités du Codex, comme l'harmonisation de la terminologie analytique en accord avec les normes internationales, l'assurance qualité dans l'analyse des produits alimentaires, les politiques et les pratiques afférentes à l'utilisation des techniques brevetées, l'évaluation des méthodes d'analyse normalisées, les effets des essais d'aptitude etc.

109) L'Observateur a attiré l'attention du Comité sur la liste des actions et a indiqué que le projet de rapport, une fois finalisé, serait placé sur le site web de l'AOAC sur: www.aoac.org

110) Le Comité a pris note du rapport présenté sur la 14^{ème} IAM et a exprimé ses remerciements à l'IAM pour avoir offert dans de nombreux domaines un appui technique au travail du Comité.

AUTRES QUESTIONS ET TRAVAUX FUTURS (Point 11 de l'ordre du jour)

Le Comité a noté que ses travaux futurs consisteraient en les questions suivantes :

- Avant-projet de Directives générales sur l'échantillonnage
- Avant-projet de Directives sur l'incertitude des mesures
- Considération de Directives sur l'utilisation de la démarche-critères, y compris la prise en compte des situations de litiges
- Validation par un seul laboratoire
- Validation des méthodes en utilisant les résultats des essais d'aptitude
- Utilisation des résultats analytiques: échantillonnage, relations entre les résultats analytiques, l'incertitude, les facteurs de récupération et les spécifications dans les normes du Codex
- Méthodes d'analyse pour la détection et l'identification des OGMs
- Méthodes d'analyse pour la détermination des dioxines
- Approbation des méthodes dans les normes du Codex

DATE ET LIEU DE LA PROCHAINE SESSION (Point 12 de l'ordre du jour)

111) Le Comité a été informé que la prochaine session du Comité était provisoirement prévue à Budapest en novembre 2002. La date et le lieu exacts seraient déterminés par le gouvernement hôte et le Secrétariat du Codex, sous réserve d'approbation par la Commission du Codex Alimentarius.

¹⁹ CRD 2 (Projet de rapport sur la 14^{ème} réunion Interinstitutions (IAM-14)).

ETAT D'AVANCEMENT DES TRAVAUX

| Sujet | Etape | Mesure à prendre par: | Référence dans ALINORM 01/23 |
|--|-------|---------------------------------------|------------------------------|
| Amendements au <i>Manuel de procédure</i> <ul style="list-style-type: none"> - Critères régissant le choix des méthodes d'analyse utilisant la démarche critères - Relations entre les comités s'occupant de produits et les comités s'occupant de questions générales - Directives et instructions de travail pour faciliter l'application de la démarche critères | | CCGP Gouvernements 24e CCA | par. 33 et 41 Annexe II |
| Directives UICPA concernant l'utilisation des taux de récupération dans les mesures analytiques (pour adoption par référence) | (*) | Gouvernements 24e CCA | par. 46 Annexe III |
| Approbation des méthodes d'analyse et d'échantillonnage, y compris les méthodes générales | | Gouvernements 24e CCA | par. 86 à 106 Annexe IV |
| Avant-projet de directives générales sur l'échantillonnage | 3 | France Gouvernements 24e CCMAS | par. 24 |
| Avant-projet de Directives sur l'incertitude des mesures | 1/2/3 | 24e CCA Gouvernements 24e CCMAS | par. 63 Annexe V |
| Avant-projet de Directives sur l'évaluation des méthodes d'analyse acceptables | 1/2/3 | 24e CCA Royaume-Uni 24e CCMAS | par. 34 |
| Validation interne des méthodes <ul style="list-style-type: none"> - Validation par un seul laboratoire - Utilisation des systèmes d'essais d'aptitude | | Pays-Bas IUPAC Royaume-Uni | par. 84 |

* Equivalent à l'étape 8

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

Chairperson: Prof. Peter Biacs
Président: Scientific Advisor
Presedente: Central Food Research Institute
Herman Ottó út 15
H-1022 Budapest, Hungary

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

**MEMBER COUNTRIES
PAYS MEMBRES / PAISES MEMBROS**

ARGENTINA/ARGENTINE

Horacio A. Chalian
Embajador
Embajada de la República Argentina
Budapest, H-1023
Vérhalom u. 12/16., Húngria
Tel: + 36 1 326 0492
Fax: + 36 1 326 0494
e-mail: embargen@pronet.hu

Rolando Olmos
Secretario de la
Embajada de la República Argentina
Budapest, H-1023
Vérhalom u. 12/16, Húngria
Tel: + 36 1 326 0492
Fax: + 36 1 326 0494
e-mail: embargen@pronet.hu

AUSTRALIA/AUSTRALIE

Dr. Penny Damos
Scientific & Client Liaison Officer
Australian Government Analytical Laboratories
GPO Box 1844
Canberra ACT 2601, Australia
Tel.: + 61 2 6213 6546
Fax: + 61 2 6213 6815
e-mail: penny.damos@agal.gov.au

AUSTRIA/AUTRICHE

Dr. Rudolf Kapeller
Chemist, director
Bundesanstalt für Lebensmitteluntersuchung in Linz
Bürgerstrasse 47, A-4020 Linz
Austria
Tel: + 43 732 7790 7112
Fax: + 43 732 7790 7115

**BELGIUM/BELGIQUE
BÉLGICA**

Mr. Jean-Marie Degroodt
Chef de section ff
Section Denrées alimentaires
Institut scientifique de Santé publique
rue J. Wytszman 14
1050, Bruxelles, Belgique
Tel: + 32 2 642 5125
Fax: + 32 2 642 5691
e-mail: Jean-Marie.Degroodt@iph.fgov.be

BRAZIL/BRÉSIL/BRASIL

Dr. Shirley de Mello Pereira Abrantes
Chemist, Researcher
Quality Control National Institute of Health – INQS-
FIOCRUZ - Ministry of Health
Av Brasil 4365 –Manguinhos
Rio de Janeiro / Brasil
Tel: + 55 21 573 1072 - + 55 91 948 283
Fax: + 55 21 290 0915
e-mail: shirley@alpha.fiocruz.br or s.abrantes@ig.com.br

Francisco Bezerra da Silva
Coordenador do PNCR
Medico veterinario
Ministerio da Agricultura e do Abastecimento
Esplanada dos Ministerios – Brasilia/DF
Tel: + 34 61 226 9771, 6182
Fax: + 34 61 218 2316, 224 3995
e-mail: fsilva@agricultura.gov.br

Marta P. de Freitas Severo
Fiscal Federal Agropecuário-Analista de Alimentos –
LARS/RS - Laboratorio Regional de Apolo Animal-RS
Ministerio da Agricultura e do Abastecimento
Estrada da Ponta Grossa, No. 3036
Porto Alegre-RS/Brasil
Tel: + 55 51 248 2133 R:19
Fax: + 55 51 248 1926
e-mail: lara-rs@agricultura.gov.br

Josefa Abucáter Lima
Farmaceutica
Ministerio da Agricultura/LARA/MG
CX P. 50 CEP 336.000-000/MG/Brasil
Tel: + 55 31 3661 3680
Fax: + 55 31 3661 2383
e-mail: labmg@yahoo.com

CANADA/CANADÁ

Dr. James F. Lawrence
Head of delegation
Food Research Division
Food Directorate, Health Protection Branch, Health Canada
Sir Frederick Banting Building
3rd Floor East (2203D)
Ottawa, Ontario, K1A 0L, Canada
Tel.: + 1 613 957 0947
Fax: + 1 613 941 4775
e-mail: jim_lawrence@hc-sc.gc.ca

Barbara Lee
Special Projects
Laboratories Directorate
Canadian Food Inspection Agency
59 Camelot Drive
Nepean, Ontario K1A 0V9, Canada
Tel.: + 1 613 225 2342 (4622)
Fax: + 1 613 228 6656, 759 1277
e-mail: blee@em.agr.ca

CROATIA/CROATIE/CROACIA

Marijan Katalenic
Biochemist
Head of Food Additives and Object of Common Use
Department
Croatian National Institute of Public Health
Rockefellerova 7, HR-10000 Zagreb, Croatia
Tel.: + 385 1 486 3255
Fax: + 385 1 4683 007
e-mail: marijan.katalenic@zg.tel.hr

Jasminka Papic
Biochemist
Head of Flavours and Fragrance Unit Department
Croatian National Institute of Public Health
Rockefellerova 7, HR-10000 Zagreb, Croatia
Tel.: + 385 1 486 3296
Fax: + 385 1 4683 007
e-mail: jasminka.papic@zg.tel.hr or jpapic@inet.hr

CUBA

Dra. Maritza L. Garcia Hernández
Investigadora Auxiliar dela
Vice Dirección General del
Instituto de Investigaciones de la
Industria Alimentica
Ministerio de la Industria Alimentica de la Republica Cuba
Carretura a Guatao KM.341/2
La Lisa C. Habana,
Cuba
Tel.: + 53 7 22 0580, 22 0919, 22 0588
Fax: + 53 7 24 6553
e-mail: agv@iia.edu.cu

CZECH REPUBLIC/RÉPUBLIQUE TCHÈQUE REPÚBLICA CHECA

Petr Cuhra
Head of Department of Laboratories
Czech Agricultural and Food Inspection
Pobrezni 10
186 00 Prague 8, Czech Republic
Tel: + 420 2 232 7117
Fax: +420 2 232 7117
e-mail: czpikarlin@mbox.vol.cz

DENMARK/DANEMARK/DINAMARCA

Inge Meyland
Senior Scientific Adviser
Danish Veterinary and Food Administration
Morkhoj Bygade 19
DK 2860 Soborg, Denmark
Tel.: + 45 33 95 6404
Fax: + 45 33 95 6619
e-mail: ime@fdir.dk

EGYPT/EGYPTE/EGIPTO

Dr. Ashraf Mahmoud Elmarsafy
Technical and Quality control manager
Central Laboratory of Analysis of Pesticide Residues and
Heavy Metals in Food - Agricultural Research Center
Ministry of Agriculture
7 Nadi El Said St. Dokki Giza – Cairo, Egypt
Tel: + 20 2 761 1395
Fax: + 20 2 761 1216
e-mail: qcap@intouch.com

FINLAND/FINLANDE/FINLANDIA

Harriet Wallin
Senior Food Control Officer
National Food Agency
P.O. Box 28, FIN-00581, Helsinki, Finland
Tel.: + 358 9 393 1557
Fax: + 358 9 393 1593
e-mail: harriet.wallin@nfa.fi

FRANCE/FRANCIA

Alain Felix Duran
Inspecteur chargé des questions de contrôle statistique de la
qualité
Ministère de L'Economie des Finances et de l'Industrie
DGCCRF - 59, Bd Vincent Auriol
75013 Paris, Cedex 13, France
Tel.: + 33 1 44 97 32 31
Fax: + 33 1 44 97 32 31
e-mail: alain.duran@dgccrf.finances.gouv.fr

Jean-Bernard Bourguignon
Direction Générale de la Concurrence, de la Consommation
et de la Répression des Fraudes
D.G.C.C.R.F. Ministère de l'Économie des Finances et de
l'Industrie - 59 Bd Vincent Auriol
75703 Paris, Cedex 13, France
Tel.: + 33 1 44 97 30 70
Fax: + 33 1 44 97 30 43
e-mail: jean-bernard.bourguignon@dgccrf.finances.gouv.fr

Francoise Janin
 Directeur - AFSSA LERHQA
 10, rue Pierre Curie
 94700 Maison Alfort, France
 Tel: + 33 01 49 77 27 48
 e-mail: f.janin@afssa.fr

Bertrand Lombard
 Co-ordinateur EU LCR "Lait"
 AFSSA-LERHQA
 41, rue du 11 novembre 1918
 94700 Maisons-Alfort, France
 Tel.: + 33 1 49 77 11 23
 Fax: + 33 1 49 77 11 02
 e-mail: b.lombard@afssa.fr

Nadine Normand
 Association française de normalisation (AFNOR)
 Département Développement
 Tour Europe, 92049 Paris la Defense Cedex, France
 Tel.: + 33 01 42 91 58 24
 Fax.: + 33 01 42 91 56 56
 e-mail: nadine.normand@email.afnor.fr

Lilian Puech
 Ministère de l'Agriculture et de la Pêche - DGAL
 251, rue de Vaugirard
 75732 Paris Cedex 15
 Tel: + 33 01 49 55 47 78
 Fax: + 33 01 49 55 49 61
 e-mail: lilian.puech@agriculture.gouv.fr

GERMANY/ ALLEMAGNE/ALEMANIA

Dr. Klaus Werner Bögl
 Food Chemist, Director
 Federal Institute for Health Protection of Consumers and
 Veterinary Medicine
 Berlin, D-14191, Germany
 Tel.: + 49 1 888 4120
 Fax: + 49 1 888 4124 741
 e-mail: k.boegl@bgvv.de

Hermann Broll
 Bundesinstitut für gesundheitlichen Verbraucherschutz und
 Veterinärmedizin Berlin, D-14191, Germany
 Tel: + 49 1 888 412 3639
 Fax: + 49 1 888 412 3635
 e-mail: h.broll@bgvv.de

Dr. Alice Stelz
 Hessisches Sozialministerium
 Staatliches Medizinal-Lebensmittel und
 Veterinäruntersuchungsamt Mittelhessen
 Marburger Strasse 54
 D-35396 Giessen, Germany
 Tel: + 49 641 300 633

Dr. Axel Preuss
 Chemisches Landes- und Staatliches
 Veterinäruntersuchungsamt
 D-48007 Münster, P.O. Box 1980, Germany
 Tel.: + 49 251 9821 215
 Fax: + 49 251 9821 250
 e-mail: preuss@cvua.nrw.de

Carola Schenzler
 Food chemist
 DIN Deutsches Institut für Normung
 Normenausschuss Lebensmittel und
 landwirtschaftliche Produkte (NAL)
 10772 Berlin, Burggrafenstr. 6, Germany
 Tel: + 49 30 2601 2198
 Fax: + 49 30 2601 42198
 e-mail: carola.schenzler@din.de

GREECE/GRÈCE/GRECIA

Dr. Eugénia Lampi
 Chemist
 General Chemical State Laboratory
 Tsocha St. 16, Athens 11521, Greece
 Tel: + 30 1 647 9335 ext.344
 Fax: + 30 1 646 5123
 e-mail: gxk-pest@ath.forthnet.gr

HUNGARY/HONGRIE/HUNGRÍA

Dr. Mária Váradi
 Scientific deputy director
 Central Food Research Institute
 H-1022 Budapest
 Herman Ottó út 15., Hungary
 Tel.: + 36 1 3558 982
 Fax: + 36 1 212 9853
 e-mail: m.varadi@cfri.hu

Ilona Boros
 Head of department
 Research Institute of Hungarian Sugar Industry
 Tolnai L. u. 25
 H-1084 Budapest, Hungary
 Tel.: + 36 1 333 0578
 Fax: + 36 1 210 4616
 e-mail: cukorkutato@mail.datanet.hu

Bányainé Dr. Sándor Júlia
 Professor
 University St. István, Faculty of Food Science
 Budapest, H-1118
 Villányi út 29-43., Hungary
 Tel: + 36 1 275 1295
 Fax: + 36 1 466 9273
 e-mail: bjuli@dpg.hu

Dr. Marianna Tóth-Markus
 Chemist
 Central Food Research Institute
 Herman Ottó út. 15
 H-1022 Budapest, Hungary
 Tel.: + 36 1 355 8244
 Fax: + 36 1 355 8928
 e-mail: m.toth@cfri.hu

Dr. Anna Gergely
 Head of Department
 National Institute of Food Hygiene and Nutrition
 Gyáli út 3/a
 H-1097 Budapest, Hungary
 Tel.: + 36 1 215 4130
 Fax: + 36 1 215 1545

Csilla Niklós
Standardization manager
Hungarian Standards Institute
Üllői út 25.
Budapest, H-1091, Hungary
Tel.: + 36 1 456 6920
Fax: + 36 1 456 6823
e-mail: cs.niklos@mszt.hu

Dr. Éva Deák
Chemist
National Office of Measures (OMH)
H-1124 Budapest
Németvölgyi út 37.
Tel.: + 36 1 458 5836
Fax: + 36 1 458 5809
e-mail: e.deal@omh.hu

Prof. Örsi Ferenc
Chem. Ing.
Budapest University of Technology
Budapest, H-1111
Műegyetem rkp. 3.
Tel.: + 36 1 463 2283
Fax: + 36 1 463 3855
e-mail: orsi.bet@chem.bme.hu

INDIA

Anil Kumar Goyal
Deputy Secretary
Dept. of Food Processing Industries
Ministry of Agriculture & Coop.
Panchsheel Bhawan August Kranti Marg
New Delhi - 110049
India
Tel: + 91 11 649 2113
Fax: + 91 11 649 3228

Dr. S. K. Saxena
Director
Food Research & Analysis Centre
Federation House, Tansen Marg
New Delhi – 110 001
India
Tel: + 91 11 372 3554, 335 9856 (direct)
Fax: + 91 11 335 9855, 372 1504
e-mail: frac@del3.vsnl.net.in

IRAN, THE ISLAMIC REPUBLIC OF IRAN, RÉPUBLIQUE ISLAMIQUE DE IRÁN, REPÚBLICA ISLÁMICA DE

Dr. Seyyed Mehdi Mortazavi Ravari
ISIRI general director
for Kerman Province
Iran

Dr. Abdollah Nazarinia
Head of Food Microbiology & Chemical Labs of FDCL
Ministry of Health & Medical Education
No 31 Imam Khomini Ave.
Tehran
Iran
Tel: + 98 21 670 7556
Fax: + 98 21 670 7330

Eng. Mohamad Chegini
managing director, Inspection
International Goods Inspection (IGI)
Ministry of Commerce
314 Motahary St., Tehran, Iran
Tel: + 98 21 883 3176-5
Fax: + 98 21 883 3179
e-mail: igi@igico.com

Masoumeh Takalo
Expert of food stuff
Iran's Food Hygienic and Cosmetic Control Department
Ministry of Health
No. 3 Fakhr Razi Engelab Ave, Tehran, Iran
Tel: + 98 21 646 4268
Fax: + 98 21 646 7265

IRELAND/IRLANDE/IRLANDA

Márie Walsh
State Chemist
State Laboratory
Abbotstown, Dublin 15, Ireland
Tel.: + 353 1 802 5800
Fax: + 353 1 821 7320
e-mail: mwalsh@statelab.ie

Ita Kinahan
Senior Chemist - State Laboratory
Abbotstown, Dublin 15, Ireland
Tel: +353 1 802 5800
Fax: +353 1 821 7320
e-mail: ikinahan@statelab.ie

Paul Rafter
Veterinarian, Dept. Agriculture, Food & Rural Development
Central Meat Control Laboratory
State Laboratory
Abbotstown, Dublin 15, Ireland
Tel: + 353 1 607 2950
Fax: + 1 821 4966
e-mail: cmclda@indigo.ie

ISRAEL

Dr. Abraham Mates
Director of Laboratory - Laboratories Division
Ministry of Health
Yaakov Elian St. 9
Jerusalem 94467, Israel
Tel.: + 972 2 655 1855
Fax: + 972 2 652 8079
e-mail: lbd.abraham@matat.health.gov.il

JAPAN/JAPON/JAPÓN

Yoshitoku Yoshida
Assistant director - Inspection and Safety Division
Dept. of Food Sanitation
Pharmaceutical and Medical safety bureau
Ministry of Health, Labour and Welfare
1-2-2 Kasumigaseki, Chiyoda-ku
Tokyo 100-8916, Japan
Tel: + 81 3 3595 2337
Fax: + 81 3 3503 7964
e-mail: yoshida-yoshitoku@mhlw.go.jp

Yasuhiro Araki
Standards Division
Dept. of Food Sanitation
Pharmaceutical and Medical safety bureau
Ministry of Health, Labour and Welfare
1-2-2 Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8916, Japan
Tel: + 81 3 3595 2341
Fax: +81 3 3501 4868
e-mail: araki-yasuhiro@mhlw.go.jp

Dr. Rieko Matsuda
Section Chief - Government employer, researcher
Division of Foods, 2nd Section
National Institute of Health Sciences
1-18-1, Kamiyoga, Setagaya-ku, Japan
Tel: +81 3 3700 9359
Fax: + 81 3 3706 6950
e-mail: matsuda@nihs.go.jp

Toshifumi Fujita
Section Chief - Technical Department
International Affairs Division
Tokyo Center for Quality Control and Consumer Service
Ministry of Agriculture, Forestry and Fisheries
Tokyo, Japan
Tel: + 81 48 600 2370
Fax: + 81 48 600 2372
e-mail: toshifumi-fujita@cqccs.go.jp

Kenji Tanno
Technical Adviser - Japan Food Hygiene Association
2-6-1 Jingumae Shibuya-ku
Tokyo 150-0001, Japan
Tel.: + 81 3 3403 2111
Fax: + 81 3 3478 0059

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

Dr. Jong-Seok Park
Researcher
Korea Food and Drug Administration
5, Nokbun-dong, Eunpyung-gu,
Seoul, 122-704, Rep. of Korea
Tel.: + 82 2 380 1682
Fax: + 82 2 382 4892
e-mail: johnspak@kfda.go.kr

MALAYSIA/MALAISIE/MALASIA

Hoong Seng Hong
Deputy Director General - Department of Chemistry
Jalan Sultan
46661 Petaling Jaya
Selangor, Malaysia

Norlia Bt. Musa
Manager - Chemical Testing Section
SIRIMQAS Sdn Bhd - Bangunan 16
No. I, Persiaran Dato' Menteri
40911 Shah Alam, Selangor, Malaysia
Tel: + 60 3 544 6652
Fax: + 60 3 544 6688
e-mail: norlia_musa@sirim.my

MOLDOVA/MOLDAVIE

Dr. Roman Corobov
Leading researcher - National Expert on project execution
UNDP-Moldova/FAO project
67a. Gh. Asaki, Room 401
MD2028 Chisinau, Moldova
Tel: + 373 2 735 813
Fax: + 373 2 735 804
e-mail: codex@mednet.md

Dr. Anjela Nimigean
National Codex Contact Point Officer
National Center of Preventive Medicine
67a. Gh. Asaki, Room 401
MD2028 Chisinau, Moldova
Tel: + 373 2 735 813
Fax: + 373 2 729 725
e-mail: NCP@mednet.md

MOROCCO/MAROC/MARRUECOS

El-Maâti Benazzouz
Ingénieur
Chef de la Division Recherche et Développement au
Laboratoire Officielle
d'Analyses et de Recherches Chimiques
Département de l'Agriculture
Ministère de l'Agriculture, du Développement Rural et des
Eaux et Forêts
25, Rue Nichakra Rahal
Casablanca, Maroc
Tel: +212 22 30 2196
Fax: +212 22 30 19 72
e-mail: loarc@casanet.net.ma

Mohammed Boujnah
Chef de Département de Technologie Agro-alimentaire
INRA - DTA-INRA, BP 415
Maroc
Tel: + 212 37 73 0601
Fax: + 212 37 77 0049
e-mail: boujnah@awamia.inra.org.ma

NETHERLANDS/PAYS-BAS/PAÍSES BAJOS

Henk van der Schee
Regional Inspectorate for Health Protection
Hoogte Kadijk
1018 BK Amsterdam
Tel: + 31 20 524 4600
Fax: + 31 20 524 4700
e-mail: henk.van.der.schee@kvw.nl

NORWAY/NORVÈGE/NORUEGA

Liv Christie Barratt
Head of Section
Central Laboratory
Directorate of Fisheries
P. O. B. 185, N-5804, Bergen
Norway
Tel.: + 55 23 80 00
Fax: + 55 23 80 90

Astrid Nordbotten
Senior Scientist
National Veterinary Institute
P.O. Box 8156, Dep., N-0033 OSLO
Norway
Tel.: + 47 22 5974 61
Fax.: + 47 22 5974 53
e-mail: astrid.nordbotten@vetinst.no

POLAND/POLOGNE/POLONIA

Dr. Renata Jedrzejczak
Chairman of ISO TC 34 SC3
Head of Spectrometry Lab.
Institute of Agricultural and Food Biotechnology
Rakowiecka 36, 02-532 Warsaw
Poland
Tel.. +48 22 606 3876
Fax: + 48 22 490 426
e-mail: jedrzejczak@ibprs.pl

Aleksandra Andruszkiewicz
Senior Assistant
Laboratory of Agricultural and Food Quality Inspection
Laboratory in Gdynia
Pilsudskiego 8/12,
81-378 Gdynia
Poland
Tel: + 48 58 661 6730
Fax: +48 58 661 6814
e-mail: cislab@mega.com.pl

Elzbieta Brulinska-Ostrowska
Assistant
National Institute of Hygiene
Chocimska 24, 00-791 Warsaw
Poland
Tel.: + 48 22 5421 362
48 22 5421 369
Fax: + 48 22 849 7445
e-mail: ebrulinska@pzh.gov.pl

PORTUGAL

Maria Fernanda Ramalho
Engenheira Química
Laboratorio Central de Qualidade Alimentar – DGFCQA
Av. Conde Valbom, 98
1050 Lisboa, Portugal
Tel: + 351 217 983 712
Fax: + 351 217 983 834
e-mail: dgfcqa.lcqa@mail.telepac.pt

SINGAPORE/SINGAPOUR SINGAPUR

Joanne S. H. Chan, MDM
Deputy Head
Food Laboratory Institute of Science and Forensic Medicine
Centre for Analytical Science
11 Outram Road,
Singapore 169078
Tel.: + 65 22 90 722
Fax: + 65 22 90 749
e-mail: CHAN_Sheet_Harn@MOH.gov.sg

SLOVAKIA/SLOVAQUIE ESLOVAQUIA

Lubomir Dasko
Head of Department
SAFI Department of Chromatography
Slovak Agriculture and Food Inspection
Priemyselna 4, 81549 Bratislava
Slovak Republic
Tel.: + 421 7 555 66 119
Fax: + 42 17 554 24 731
e-mail: dasko@sppi.sk

SLOVENIA/SLOVÉNIE/ESLOVENIA

Jana Frantar
Chemist - Counsellor to the Minister - Food Section
Ministry of Agriculture, Forestry and Food
Dunajska 56-58, 1000 Ljubljana, Slovenia
Tel: + 386 61 478 9000
Fax: + 386 61 478 9021
e-mail: jana.frantar@gov.si

SOUTH AFRICA/AFRIQUE DU SUD SUDÁFRICA

Pieter Broere
Analytical Services North
Directorate: Plant Health and Quality National Department
of Agriculture
Private Bag X258, Pretoria 0001, South Africa
Tel.: + 27 12 319 6089
Fax: + 27 12 319 6038
e-mail: pieterb@nda.agric.za

SPAIN/ESPAGNE/ESPAÑA

Pedro A. Burdaspal Pérez
Jefe del Area Química - Centro Nacional de Alimentación
Instituto de Salud Carlos III
Ministerio de Sanidad y Consumo
Crta Majadahonda a Pozuelo Km 2
28220 Majadahonda, Madrid, Espana
Tel.: + 34 91 509 7931
Fax: + 34 91 509 79 26
e-mail: pburdas@isci.es

Dra. Elia de la Hera, Macias
Jefe de Servicio de Técnicas Instrumentales
Centro de Investigación y Control de la Calidad I.N.C.
Ministerio de Sanidad y Consumo
Av. Cantabria S/N, 28042 Madrid, Espana
Tel: + 34 91 747 1500
Fax: + 34 91 747 9517
e-mail: elia.Hera@consumo-inc.es

SWEDEN/SUÈDE/SUECIA

Eva Lönberg
Codex Coordinator - National Food Administration
P.O.Box 622
SE-751 26 Uppsala, Sweden
Tel.: +46 18 175 500
Fax: + 46 18 105 848
e-mail: evlo@slv.se

Dr. Ulla Edberg
 Head of Chemistry Division 2
 National Food Administration
 P.O.Box 622
 S-741 26 Uppsala, Sweden
 Tel.: + 46 18 175 500
 Fax: + 46 18 105 848
 e-mail: ulla.edberg@slv.se

THAILAND/THAILANDE/TAIANDIA

Chanchai Chaichalermsak
 Senior Trade Technical Officer
 Department of Foreign Trade - Ministry of Commerce
 44/100 Sanambinnam –
 Nonthaburi Road, Nonthaburi 11000 , Thailand
 Tel: + 66 2 547 4801-3
 Fax: + 66 2 547 4802
 e-mail: chaichaic@moenet.moc.go.th

Charun Pornkuntham
 Chief of Center of Export Inspection and Certification for
 Agricultural Products
 Department of Agriculture
 Ministry of Agriculture & Cooperatives
 Kaset-Klang, Chattuchak
 Bangkok 10900, Thailand
 Tel: + 66 2 940 7474
 Fax: + 66 2 940 7448
 e-mail: charun@doa.go.th

Yupa Laojindapun
 Standard Officer - Thai Industrial Standards Institute
 Ministry of Industry
 Rama VI Str., Rachathewee
 10400 Bangkok, Thailand
 Tel: + 66 2 246 1993
 Fax: + 66 2 248 7987
 e-mail: yupalao@tisi.go.th

Mananya Pattamasoontorn
 Scientist
 Department of Livestock Development
 Feed Quality Control Division
 Ministry of Agriculture & Cooperatives
 Phaya Thai Rd, Bangkok 10400, Thailand
 Tel: + 66 2 653 4444 ext. 3174
 Fax: + 66 2 653 4917

TURKEY/TURQUIE/TURQUÍA

Günel Sibel
 Agricultural engineer
 Republic of Turkey Ministry of Agriculture and Rural Affairs
 Province Directorate of Ankara
 General Directorate of Protection and Control
 Province Control Laboratory
 Sehit Cem Ersever cad. No. 12 PK 36
 Yenimahalle, Ankara, Turkey
 Tel: + 90 312 315 0089
 Fax: + 90 312 315 7934

UNITED KINGDOM/ROYAUME-UNI REINO UNIDO

Dr. Roger Wood
 Food Standards Agency
 c/o Institute of Food Research
 Norwich Research Park - Colney
 Norwich NR4 7UA, United Kingdom
 Tel.: + 44 1603 255 231
 Fax: + 44 1603 507 723
 e-mail: roger.wood@foodstandards.gsi.gov.uk

E. B. Reynolds
 Tickle and Reynolds - Public Analyst's Laboratory
 83 Heavitree Road
 Exeter, EX1 2ND, United Kingdom
 Tel: + 44 1392 272 836/434 309
 Fax: + 44 1392 422 691
 e-mail: ebr@tandr.freereserve.co.uk

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

Dr. Gregory Diachenko
 Director - Division of Product Manufacture and Use
 Center for Food Safety and Applied Nutrition
 Food and Drug Administration
 200 C Street SW, (HFS-245)
 Washington, DC 20204, USA
 Tel: + 1 202 205 5320
 Fax: + 1 202 401 8531
 e-mail: gxd@cfsan.fda.gov

Mr. Syed Ali
 Staff Officer
 U.S. Codex Office - U.S. Department of Agriculture
 Room 4861 – South Building
 Washington D.C. 20250-3700, USA
 Tel.: + 1 202 205 0574
 Fax: + 1 202 720 3157
 e-mail: syed.ali@usda.gov

Dr. Foster McClure
 Director - Division of Mathematics
 Center for Food Safety and Applied Nutrition
 Food and Drug Administration
 200 C Street SW (HFS-705)
 Washington D.C. 20204, USA
 Tel.: + 1 202 205 5051
 e-mail: fdm@cfsan.fda.gov

Dr. I-Pin Ho
 Senior Scientist - National Food Processors Association
 1350 I Street, NW, Suite 300
 Washington, D.C. 20005, USA
 Tel: + 1 202 639 5977
 Fax: + 1 202 639 5991
 e-mail: IHO@nfpa-food.org

Dr. William Horwitz
 Editor - Official Books of Methods
 AOAC International
 481 Frederick Ave suite 500
 Gaithersburg, MD 20877, USA
 Tel.: + 1 301 460 5499
 e-mail: wxhor@aol.com

URUGUAY

Quím. Far. Annamaria Narizano
 Quimica Farmaceutica
 Laboratorio Tecnológico del Uruguay (LATU)
 Sector Análisis Químico
 Av. Italia 6201 11500 Montevideo, Uruguay
 Tel: + 598 2 601 3724 ext. 327
 Fax: + 598 2 601 85 54
 e-mail: anarizan@latu.org.uy

**INTERNATIONAL ORGANIZATIONS
 ORGANIZATIONS INTERNATIONALES
 ORGANIZACIONES INTERNACIONALES**

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

Dr. Alan R. Hanks
 Indiana State Chemist - Office Indiana State Chemist
 Purdue University - 1154 Biochemistry
 West Lafayette, Indiana 47907-1154, USA

AOAC INTERNATIONAL

Dr. Albert E. Pohland
 Chemist - Office of International Activities
 AOAC International Secretariat
 481 N. Frederick Ave., Suite 500
 Gaithersburg, MD20877-2417
 Tel: + 1 301 924 1011
 Fax: + 1 301 924 7089
 e-mail: apohland@aoac.org

Scott Coates
 Director - AOAC Research Institute
 481 N. Frederick Ave, suite 500
 Gaithersburg, MD 20877-2417, USA
 Tel.: + 1 301 924 7090
 Fax: + 1 301 924 7089

Margreet Lauwaars
 AOAC International
 P. O. Box 153, 6720 AD Bennekom
 The Netherlands
 Tel: + 31 318 418 725
 Fax: + 31 318 418 359
 e-mail: lauwaars@worldonline.nl

**AMERICAN OIL CHEMISTS' SOCIETY
 (AOCS)**

Dr. Kimberly Magin
 Monsanto
 700 Chesterfield Parkway N.
 St. Louis, MO 63198, USA
 e-mail: kimberly.m.magin@monsanto.com

**COUNCIL FOR RESPONSIBLE NUTRITION
 (CRN)**

Eddie F. Kimbrell
 13209 Moss Ranch Lane - Fairfax, VA 22033, USA
 Tel: + 1 703 631 9187
 Fax: + 1 703 631 3866
 e-mail: edkim@aol.com

COMISA

Dr. Lal Weerasinghe
 PFIZER
 Eastern Point Rd - Groton, CT 06340, U. S. A.
 Tel: + 1 860 441 8022
 Fax + 1 860 715 8029
 e-mail: lal_weerasinghe@groton.pfizer.com

Dr. Yu Yang
 PFIZER
 Eastern Point Rd - Groton, CT 06340, U. S. A.
 Tel: + 1 860 715 1589
 Fax: + 1 860 715 5779
 e-mail: ju_yang@groton.pfizer.com

**EUROPEAN COMMUNITY (EC)/
 COMMUNAUTE EUROPEENNE**

Dr. Georg A. Schreiber
 European Commission
 Health and Consumer Protection Directorate-General
 200 rue de la Loi - B-1049, Brussels, Belgium
 Tel.: + 32 2 29 56540
 Fax: + 32 2 29 91856
 e-mail: georg.schreiber@cec.eu.int

Hermann Glaeser
 European Commission - Agriculture Directorate-General
 Office LOI 130 08/53
 200 rue de la Loi
 B-1049, Brussels, Belgium
 Tel.: + 32 2 295 3238
 Fax: + 32 2 295 3310
 e-mail: hermann.glaeser@cec.eu.int

INTERNATIONAL DAIRY FEDERATION (IDF)

Edward Hopkin
 Secretary General - IDF
 41, Square Vergote B-1030 Bruxelles, Belgique
 Tel.: + 32 2 733 9888
 Fax: + 32 2 733 0413
 e-mail: EHopkin@fil-idf.org

INTERNATIONAL FRUIT JUICE UNION (IFU)

Dr. Hans Hofsommer
 General Manager
 Ges. F. Lebensmittel-Forschung mbH
 Landgrafenstrasse 16, D-10787 - Berlin, Germany
 Tel.: + 49 30 261 9075
 Fax: + 49 30 261 9076
 e-mail: gfl.berlin@t-online.de

**INTERNATIONAL ORGANIZATION OF THE
 FLAVOUR INDUSTRY (IOFI)**

Peter Liddle
 Group Scientific Coordinator (Europe)
 European Production & Quality Control
 BACARDI-MARTINI
 19, Av. Michelet
 F-93400 Saint Ouen, France
 Tel: + 33 1 49 45 48 73
 Fax: + 33 1 49 45 49 05
 e-mail: peliddle@bacardi.com

**INTERNATIONAL ORGANIZATION OF
STANDARDIZATION (ISO)**

Dr. Martha Petró-Turza
Chemical engineer
Secretary of ISO/TC 34
Magyar Szabványügyi Testület
H-1091 Budapest
Üllői út 25., Hungary
Tel.: + 361 456 6859
Fax: + 361 456 6823
e-mail: o.petro@mszt.hu

**OFFICE INTERNATIONAL DES ÉPIZOOTIES
(OIE)**

Dr. Barbara Röstel
Centre Collaborateur de l'OIE pour les médicaments
vétérinaires
ANMV-AFSSA Fougères
F-35302 Fougères Cedex, France
Tel.: + 33 2 99 94 78 87
Fax: + 33 2 99 94 78 99
e-mail: b.rostel@anmv.afssa.fr

**INTERNATIONAL VINE AND WINE OFFICE
(OIV)**

Bernadette Mandrou
Professeur Faculté de Pharmacie
Faculté de Pharmacie
F-34060 Montpellier Cedex 2, France
Tel: + 33 4 67 54 45 20
Fax: + 33 4 67 54 45 26
e-mail: ablaise@pharma.univ-montpl.fr

Yann Juban
Administrateur de l'Unité "Droit, Réglementation et
Organisations Internationales" Office International de la
Vigne et du Vin
18, rue d'Aguesseau
F-75008 Paris, France
Tel: + 33 1 44 94 80 95
Fax: + 33 1 42 66 90 63
e-mail: yjuban@oiv.int

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

Hilde Skar Norli
NMKL Secretary General
c/o National Veterinary Institute
P.O. Box 8156, Dep., N-0033 OSLO, Norway
Tel.: + 47 64 8700 46
Fax: + 47 22 5974 75
e-mail: nmkl@vetinst.no

**WORLD SUGAR RESEARCH ORGANISATION
(WSRO)**

Dr. Hans-Joachim Puke
Dipl.-Chem. - Suedzucker AG
Wormser Strasse 11
D-67283 Obrigheim/Pfalz, Germany
Tel: + 49 6359 803 139
Fax: + 49 6359 803 331
e-mail: hans-joachim.puke@suedzucker.de

**FAO / INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY
AGENCY (IAEA)**

Dr. Árpád Ambrus
Head, Agrochemicals Unit
FAO/IAEA Agriculture and Biotechnology Laboratory
IAEA Laboratories
Seibersdorf A-2444
Austria
Tel.: + 43 1 260 028 395
Fax: + 43 1 260 028 222
e-mail: a.ambrus@iaea.org

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

Jaroslav Suchman
Representative
Benczúr u. 34.
Budapest, H-1068, Hungary
Tel: + 36 1 351 7026
Fax: + 36 1 351 7029
e-mail: jaroslav.suchman@fao.org

Michael A. Canon
Food Standards Officer
Benczúr u. 34.
Budapest, H-1068, Hungary
Tel: + 36 1 461 2021
Fax: + 36 1 351 7029
e-mail: michael.canon@fao.org

**WORLD HEALTH ORGANIZATION
(WHO)**

Dr. Marco Jermini
Food Safety Regional Adviser
World Health Organization
Regional Office for Europe
Via Francesco Crispi, 10
00187 Rome, Italy
Tel: + 39 06 48 77 525
Fax: + 39 06 48 77 599
e-mail: maj@who.it

JOINT FAO/WHO SECRETARIAT

Dr. Selma Doyran
Food Standards Officer
FAO - Via delle Terme di Caracalla
00100 Rome, Italy
Tel: + 39 06 5705 5826
Fax: + 39 06 5705 4593
e-mail: Selma.Doyran@fao.org

Dr. Jeronimas Maskeliunas
Food Standards Officer
FAO - Via delle Terme di Caracalla
00100 Rome, Italy
Tel: + 39 06 5705 3967
Fax: + 39 06 5705 4593
e-mail: Jeronimas.Maskeliunas@fao.org

PROPOSITION D'AMENDEMENTS AU MANUEL DE PROCÉDURE**PARTIE 1 – AMENDEMENTS AUX SECTIONS ACTUELLES****1. PRINCIPES POUR L'ÉLABORATION DES MÉTHODES D'ANALYSE DU CODEX**

Adjonction d'une nouvelle section à la fin des **Critères généraux régissant le choix des méthodes d'analyse**, comme suit:

Critères généraux régissant le choix des méthodes d'analyse à l'aide de la démarche-critères

Dans le cas de méthodes Codex de type III, des critères méthodologiques pourront être identifiés et des valeurs quantifiées pour incorporation dans la norme de produit Codex appropriée. Les critères méthodologiques élaborés comprendront les critères de la section Méthodes d'analyse, paragraphe (c) ci-dessus ainsi que tout autre critère pertinent, par exemple les facteurs de récupération.

2. RELATIONS ENTRE LES COMITÉS S'OCCUPANT DE PRODUITS ET LES COMITÉS S'OCCUPANT DE QUESTIONS GÉNÉRALES – MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE

Adjonction de deux nouveaux paragraphes à la fin de la section "Pratique usuelle", comme suit:

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

En outre, le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage identifiera des valeurs numériques pour les critères auxquels il souhaiterait que ces méthodes se conforment."

PARTIE 2: ADDITION D'UNE NOUVELLE SECTION DANS LES PRINCIPES POUR L'ÉLABORATION DES MÉTHODES D'ANALYSE DU CODEX

PROPOSITION DE DIRECTIVES ET INSTRUCTIONS DE TRAVAIL POUR FACILITER L'APPLICATION DE LA DÉMARCHE CRITÈRES À LA SÉLECTION DES MÉTHODES D'ANALYSE AUX FINS DU CODEX

(pour inclusion à la fin des PRINCIPES POUR L'ÉLABORATION DES MÉTHODES D'ANALYSE DU CODEX)

INTRODUCTION ET HISTORIQUE

Historiquement, la Commission du Codex Alimentarius a confirmé des méthodes d'analyse spécifiques aux fins du Codex. Ces méthodes d'analyse doivent répondre à des critères de qualité spécifiés dans le Manuel de Procédure. Cependant, la Commission a récemment adopté la "démarche critères" (basée sur la performance) pour l'approbation des méthodes d'analyse aux fins du Codex dans certaines situations. Cette démarche permet la confirmation des critères pour les méthodes par la Commission plutôt que l'adoption de méthodes d'analyse spécifiques.

Ces directives définissent des instructions de travail indiquant comment et quand cette nouvelle démarche devrait être utilisée par les Comités du Codex sur les produits lorsqu'ils recommandent des méthodes d'analyse à confirmer par le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage, et leur approbation finale par la Commission.

SYSTÈME ACTUEL

La procédure actuelle pour l'adoption de méthodes d'analyse au sein du système Codex impose au CCMAS d'examiner et de confirmer les méthodes d'analyse proposées par les Comités s'occupant de produits lorsqu'ils élaborent leurs normes Codex. Le CCMAS peut en outre proposer des méthodes d'analyse d'application générale (par exemple, pour les éléments traces). Les méthodes d'analyse proposées par les Comités s'occupant de produits ou par le CCMAS peuvent être du type I, II, III ou IV; ces types sont définis dans les directives concernant les méthodes d'analyse et d'échantillonnage du Codex qui figurent dans le Manuel de procédure de la Commission du Codex Alimentarius ⁽³⁾. On y reconnaît qu'il existe essentiellement deux sortes de méthode d'analyse, à savoir:

- ◆ les procédures critères ou empiriques, où le résultat de l'analyse dépend de la méthode utilisée (par exemple, la détermination des "matières grasses" dans un aliment); et
- ◆ la détermination d'une substance chimique discrète où le résultat de l'analyse ne dépend pas en principe de la méthode utilisée (appelée parfois méthode rationnelle).

En outre, pour des méthodes d'analyse particulières, la préférence devrait être donnée à celles dont la fiabilité a été établie compte tenu des critères suivants, choisis selon le cas:

- ◆ spécificité
- ◆ exactitude
- ◆ précision; répétabilité intralaboratoire des résultats (dans un laboratoire), reproductibilité interlaboratoires des résultats (dans un laboratoire et dans plusieurs laboratoires)
- ◆ limite de détection
- ◆ sensibilité
- ◆ utilité pratique et applicabilité dans des conditions normales de laboratoire
- ◆ autres critères pouvant être choisis en fonction des besoins.

De plus,

- ◆ la méthode devrait être choisie en fonction de son utilité pratique et la préférence accordée aux méthodes applicables aux fins de routine,
- ◆ toutes les méthodes d'analyse proposées doivent être directement appropriées à la norme Codex à laquelle elles sont destinées,

- ◆ les méthodes d'analyse applicables uniformément à divers groupes de produits devraient être préférées aux méthodes qui ne sont applicables qu'à des produits individuels,
- ◆ il convient d'accorder la préférence aux méthodes officielles d'analyse élaborées par des organisations internationales s'occupant elles-mêmes d'une denrée alimentaire ou d'un groupe de denrées alimentaires.

LA NOUVELLE DÉMARCHE

La nouvelle démarche ne s'appliquera qu'à la détermination des substances chimiques à analyser (c'est-à-dire les méthodes du type III). Néanmoins, il faut noter que la plupart des méthodes empiriques (c'est-à-dire les méthodes du type I) ont déjà été adoptées par la Commission du Codex Alimentarius. Les méthodes empiriques spécifiques déjà adoptées par la Commission restent attachées à la norme appropriée. Elles n'ont pas besoin d'être réexaminées, à moins que la norme elle-même ne fasse l'objet d'un nouvel examen. Dans ce cas, le Comité du Codex s'occupant de produits devra encore recommander une seule méthode de type I qui sera évaluée par le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage en toute objectivité.

Lorsqu'un Comité du Codex s'occupant de produits a élaboré une norme et la méthode d'analyse qui s'y rapporte, il doit décider si la méthode qui doit aussi être élaborée est une procédure empirique de type I, une méthode de Type II, une procédure rationnelle de type III ou une procédure de type IV. Le Comité du Codex s'occupant de produits devra alors poursuivre ses travaux comme suit:

Méthode de type I

Dans le système actuel, il s'agit d'une méthode qui définit une valeur qu'il n'est possible d'obtenir qu'aux termes de la méthode *per se* et qui est, par définition, la seule utilisée pour établir la valeur acceptée de l'élément mesuré.

La procédure pour les méthodes de type I reste inchangée, c'est-à-dire que des méthodes spécifiques sont jointes à la norme de produit, puis considérées pour confirmation par le CCMAS. S'agissant de méthodes empiriques, c'est-à-dire de méthodes dont le résultat est étroitement lié à la méthode utilisée pour l'obtenir, il n'est pas opportun de séparer la spécification et la méthode employée pour déterminer la spécification.

Le Comité s'occupant de produits choisira la méthode appropriée de type I comme il le fait actuellement. Celle-ci devra répondre aux critères ci-dessus. Elle sera transmise au CCMAS pour examen et confirmation. Il n'y aura pas de changement par rapport au système actuel.

Le nombre de méthodes de type I que le CCMAS sera appelé à confirmer, devrait diminuer dans les années à venir, car le nombre de critères liés à des produits spécifiques sans méthodes correspondantes diminue. Au plan international, on a tendance à considérer que l'innocuité des produits alimentaires a davantage d'importance que les aspects liés à la composition et au produit. Le Codex suit cette tendance, et la majorité des méthodes proposées par des Comités "actifs" du Codex vise donc une substance chimique discrète identifiable (c'est-à-dire que ce sont des méthodes de type II ou III). En outre, il semble qu'il y ait "peu" de méthodes différentes pour chaque procédure empirique spécifique, de sorte que le point de vue analytique demeure relativement "stable" dans le temps.

Méthodes de type II et III

Type II: Méthode de référence. Les méthodes de Type II sont maintenues.

Type III: Méthode de remplacement approuvée. Dans le système actuel, c'est une méthode qui répond à tous les critères définis par le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage aux fins de contrôle, d'inspection ou de réglementation.

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

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

Lorsque le CCMAS confirme, ou recommande, une méthode de type II ou de type III, il examine l'applicabilité de la méthode dans une situation donnée. Parfois, plusieurs méthodes pour le même dosage sont examinées par le CCMAS en vue de confirmation: l'une d'entre elles sera retenue, sur des bases souvent arbitraires, comme méthode du type II, les autres étant classées comme méthodes de type III.

Dans l'avenir, toute méthode dont on pourra prouver qu'elle répond aux caractéristiques d'analyse données sera "approuvée" aux fins du Codex en tant que méthode de type III.

Les caractéristiques d'analyse Codex "approuvées" comprendront au minimum les critères numériques ci-après ainsi que les critères généraux indiqués dans le Manuel de procédure du Codex:

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

Le CCMAS produira les données correspondant aux critères indiqués ci-dessus. Le CCMAS a défini les termes à employer pour chacune des caractéristiques à évaluer. Cette terminologie est indiquée dans l'Annexe I. Le laboratoire devra démontrer que quelle que soit la méthode utilisée, son application correspond aux normes de qualité des laboratoires telles qu'elles sont adoptées à présent par la Commission du Codex Alimentarius.

Beaucoup de données requises par le CCMAS devraient lui être fournies par les comités sur les produits, suite à l'adoption de la liste de contrôle nécessaire pour évaluer les méthodes d'analyse soumises pour confirmation au Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage.

Dans la pratique il convient de noter que cette information est rarement ou jamais fournie par les comités sur les produits.

Méthodes de type IV

Dans le système actuel, il s'agit d'une méthode traditionnelle ou encore d'une méthode d'application récente, mais pour laquelle on n'a pas encore déterminé les critères exigés par le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage.

Les méthodes de type IV continueront d'être traitées comme elles le sont actuellement, c'est-à-dire que le CCMAS en "prendra note" sans toutefois les confirmer officiellement. Les méthodes de type IV peuvent devenir des méthodes de type I, II et III.

Les méthodes du type IV continueront à être traitées à part en tant que procédures provisoires. Il ne sera pas possible de les transformer en critères car leurs caractéristiques de précision seront inconnues: les méthodes du type IV n'ont pas fait l'objet d'un essai interlaboratoires.

CONVERSION DE MÉTHODES D'ANALYSE SPÉCIFIQUES EN CRITÈRES MÉTHOLOGIQUES PAR LE CCMAS

Le CCMAS confirme des méthodes d'analyse spécifiques qui lui sont transmises par les Comités du Codex s'occupant de produits. Il recommande également l'adoption de certaines méthodes générales d'analyse Codex qui ne sont pas liées à une norme de qualité spécifique. Le CCMAS prendra les informations qui devraient lui être fournies par le Comité du Codex chargé de la confirmation de la méthode, et les convertira en caractéristiques d'analyse généralisées appropriées. Le Comité convertira en critères les méthodes de type II et III qui lui sont envoyées en vue de confirmation.

Pour que la conversion puisse être effectuée, des informations sur les critères suivants seront nécessaires:

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

Ces termes, et d'autres encore, sont définis dans l'Annexe I. Les définitions sont accompagnées s'il y a lieu de remarques, ainsi que des valeurs numériques acceptables proposées.

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

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

ACCEPTABILITÉ DES VALEURS UTILISÉES

Les définitions nécessaires pour la mise en pratique des directives figurent dans le Manuel de procédure du Codex, avec l'ajout des remarques formulées dans l'Annexe II.

MESURES RÉTROACTIVES

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

ANNEXE I: TERMINOLOGIE ANALYTIQUE UTILISÉE PAR LE CODEX ET RENSEIGNEMENTS SUR LES VALEURS NUMÉRIQUES ACCEPTABLES

La terminologie analytique utilisée par le Codex figure dans le Manuel de procédure de la CCA. Les amendements ou les ajouts à y faire sont indiqués ci-après, avec des renseignements concernant les termes qui peuvent être utilisés pour l’élaboration des critères:

TERMINOLOGIE

Le Manuel de procédure donne la définition des termes suivants:

- ◆ Exactitude
- ◆ Applicabilité
- ◆ Précision
- ◆ Sélectivité
- ◆ Sensibilité

AUTRES TERMES POUVANT ETRE UTILISES DANS LA DEMARCHE-CRITERES

Limite de détection

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

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

Limite de détermination

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

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

Récupération

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

Sélectivité

La sélectivité est la capacité d'une méthode à déterminer un ou des analyte(s) particulier(s) dans des mélanges ou des matrices sans interférences d'autres composants.

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

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

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

Equation d'Horwitz: $RSD_R = 2C^{-0.1505}$

Les valeurs sont les suivantes:

| Taux de concentration | | RSD_R |
|-----------------------|--------|---------|
| 1 | (100%) | 2 |
| 10 ⁻¹ | | 2.8 |
| 10 ⁻² | (1%) | 4 |
| 10 ⁻³ | | 5.6 |
| 10 ⁻⁴ | | 8 |
| 10 ⁻⁵ | | 11 |
| 10 ⁻⁶ | (ppm) | 16 |
| 10 ⁻⁷ | | 23 |
| 10 ⁻⁸ | | 32 |
| 10 ⁻⁹ | (ppb) | 45 |

Horwitz a obtenu cette équation après avoir étudié les résultats de nombreux essais interlaboratoires (environ 3 000). Bien qu'elle représente les valeurs RSD_R moyennes et soit une approximation de la précision possible qui peut être atteinte, les points de données provenant d'essais interlaboratoires "acceptables" se situent dans une fourchette plus ou moins égale au double des valeurs tirées de cette équation. Cette courbe idéale est indépendante de la nature de la substance à analyser ou de la technique d'analyse qui a été utilisée pour prendre la mesure. En général, les valeurs prises sur cette courbe sont indicatives de la précision qu'il est possible d'obtenir et qui est acceptable d'une méthode d'analyse par différents laboratoires. Son emploi permet d'évaluer, de manière satisfaisante et simple, l'acceptabilité de la précision de la méthode.

Elle pourrait être démontrée d'une manière commode pour toute association particulière méthode/concentration en calculant les valeurs HORRAT, c'est-à-dire:

La valeur HORRAT pour la reproductibilité = RSD_r (observée) / RSD_r (estimée).

La valeur HORRAT pour la répétabilité est calculée de même en utilisant la valeur RSD_r observée au numérateur et en supposant que $RSD_r = 0.66 RSD_R$, c'est à dire :

$HORRAT_r = RSD_r$ (observée) / RSD_r (estimée)

Valeurs inférieures à 120µg/kg

Il convient de noter que l'équation a été recalculée à la lumière d'essais interlaboratoires récents. Ceci a été récemment publié par Thompson¹, qui recommande que pour les valeurs inférieures à 120µg/kg, une valeur constante de l'écart-type relatif de 22% soit utilisée. Cependant, pour de nombreuses utilisations, par exemple les mycotoxines et les résidus de pesticides, la forme originale est encore applicable dans de nombreux cas.

Référence

1. "Recent Trends in Inter-Laboratory Precision at ppb and sub-ppb Concentrations in Relation to Fitness for Purpose Criteria in Proficiency Testing", M. Thompson, *Analyst*, 2000, **125**, 385-386.

**DIRECTIVES HARMONISEES CONCERNANT L'UTILISATION DES TAUX DE
RECUPERATION DANS LES MESURES ANALYTIQUES
(Recommandées pour adoption par la Commission par référence)**

Il est recommandé que les Directives harmonisées de l'UICPA concernant l'utilisation des taux de récupération dans les mesures analytiques soient adoptées par la 24^{ème} session de la Commission aux fins du Codex, à l'exception des deux premières phrases de la recommandation 1¹.

La Recommandation 1 des Directives UICPA doit donc se lire comme suit:

Il est impératif que toutes les données, lorsqu'elles sont présentées, indiquent clairement (a) si une correction en fonction de la récupération a été ou non appliquée et (b) si une telle correction a été appliquée, le rapport doit préciser le montant de la correction et la méthode qui a permis de la calculer. Ceci permettra d'encourager la comparabilité directe des ensembles de données. Les fonctions de correction doivent être établies sur la base de considérations statistiques appropriées, documentées, archivées et disponibles pour le client.

Référence

Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement (Pure Appl. Chem, Vol. 71, pp. 337 – 348, 1999)

¹ “Les résultats doivent être corrigés en fonction de la récupération, sauf raisons spécifiques pour ne pas le faire. Les raisons pour ne pas estimer ou utiliser les facteurs de récupération incluent les situations où (a) la limite analytique est considérée comme empirique, (b) une limite a été fixée, par réglementation ou par contrat, en utilisant des données non corrigées, ou (c) on sait que les récupérations sont proches de l'unité. Toutefois ...”

STATUS OF ENDORSEMENT OF METHODS OF ANALYSIS AND SAMPLING

This Appendix consists of three sections:

Part I Methods of Analysis for Commodity Standards

Part II. Methods of Sampling for Commodity Standards

Part III. General Methods of Analysis

PART I . METHODS OF ANALYSIS FOR COMMODITY STANDARDS**A. CODEX COMMITTEE ON SUGARS**

| COMMODITY | PROVISION | METHOD | PRINCIPLE | Note | Type | Status |
|--|------------------|-------------------------|---------------------------|-----------------------------------|------|--------|
| Sugars (white sugar, plantation or mill white sugar, soft white sugar, soft brown sugar, powdered sugar, powdered dextrose, raw cane sugar) | Sulphur dioxide | ICUMSA GS 2-33 (1994) | Rosaniline procedure | | III | E |
| Sugars (powdered sugar) | Polarisation | ICUMSA (1994) GS 2/3-1 | Polarimetry | Corrected reference to the method | II | E |
| Sugars (fructose) | Conductivity ash | ICUMSA GS 2/3-17 (1994) | Conductimetry | . | I | E |
| Sugars (soft sugars, brown sugar) | Invert sugar | ICUMSA GS 1/3/7-3 | Titrimetry (Lane & Eynon) | | I | E |
| Sugars (plantation or mill white sugar) | Invert sugar | ICUMSA GS 2-6 (1998) | Titrimetry | | I | E |

| COMMODITY | PROVISION | METHOD | PRINCIPLE | Note | Type | Status |
|--|------------------------------------|--|--|--|------|--------|
| Sugars (soft white sugar, powdered sugar, plantation or mill white sugar) | Colour | ICUMSA GS 2/3-10 (1998) | Photometry | Corrected reference to the method. It was noted that the Commodity Committee recommended this method even though some members of the trade objected. | I | E |
| Honey | Sample preparation | AOAC 920.180 | | | I | |
| Honey | Moisture content | AOAC 969.38B MAFF validated method V21 | Refractometry | Both methods cited are identical | I | E |
| Honey | Fructose and Glucose (sum of both) | Harmonised method of the EHC, Apidologie, Special Issue 28, 1997, Chapter 1.7..2 | HPLC | The Commodity Committee is requested to verify that a collaborative study has been performed on this method. | II | TE |
| Honey | Sucrose content | Harmonised method of the EHC, Apidologie, Special Issue 28, 1997, Chapter 1.7.2 | HPLC | The Commodity Committee is requested to verify that a collaborative study has been performed on this method. | II | TE |
| Honey | Sugars added: for sugar profile | AOAC 998.18 | Carbon isotope ratio mass spectrometry | AOACI has replaced method 991.41 with AOAC 998.18. It was also noted that at the last session method AOAC 978.17 was endorsed for honey (sugars added) and has been replaced with AOAC 998.12. | I | E |
| Honey | Water-insoluble solids content | MAFF validated method V22, J A Public Analyst 1992, 28(4) 189-193?? | Gravimetry | | I | E |
| Honey | Electrical conductivity | Harmonised method of the EHC, Apidologie, Special Issue 28, 1997, Chapter 1.2 | | The Commodity Committee is requested to verify that a collaborative study has been performed on this method. | I | TE |
| Honey | Acidity | MAFF Validated method V19, J A Public Analyst 1992, 28(4) 171-175. | Titrimetry | | I | E |

| COMMODITY | PROVISION | METHOD | PRINCIPLE | Note | Type | Status |
|-----------|-----------------------|---|-----------|---|------|--------|
| Honey | Diastase activity | Phadebas – Harmonised method of the EHC | Enzyme | The Commodity Committee is requested to verify that the reagents for the method are available, and a collaborative study has been performed on this method and to provide a method reference. | III | TE |
| Honey | Hydroxymethylfurfural | Harmonised method of the EHC | HPLC | The Commodity Committee is requested to verify that a collaborative study has been performed on this method and to provide a method reference. | III | TE |

B. Codex Committee on Fish and Fishery Products

1. Methods referred back to CCCFFP

| | | | | | | |
|--|---|--|---|--|----|---|
| Quick Frozen Fish Sticks (fish fingers) and Fish Portions-Breaded and in Batter(except for certain fish species with soft flesh) | Proportion of fish fillet and minced fish | WEFTA Method | Gravimetry | The Commodity Committee is requested to provide the reference to the published method. | I | E |
| Quick Frozen Fish Sticks (fish fingers) and Fish Portions-Breaded and in Batter | Proportion of fish flesh in fish sticks (fish core) | AOAC 996.15 (with an adjustment factor of 2% for raw breaded and batter-dipped products; 4% for precooked products) | Gravimetry | AOAC 996.15 is a modified method of AOAC 971.13 which was endorsed previously.. | I | E |
| Salted Fish of the <i>Gadidae</i> Family | Salt | WEFTA Method | Titrimetry (Mohr) Salt determined as chloride expressed as sodium chloride | The Commodity Committee is requested to provide method reference. | II | E |

2. Methods proposed in standards under elaboration

| | | | | | | |
|---------------------------|-----------|-------------|-------------|--|----|---|
| Fish and Fishery Products | Histamine | AOAC 977.13 | Fluorimetry | | II | E |
|---------------------------|-----------|-------------|-------------|--|----|---|

C. CODEX COMMITTEE ON MILK AND MILK PRODUCTS

1. Methods of analysis referred back to CCMMP (adopted standards)

| COMMODITY | PROVISION | METHOD | PRINCIPLE | NOTE | Type | Status |
|-------------------------------|---|---|------------------------------------|---|------|--------|
| Cheese | Solids | IDF Standard 4A:1982 ISO 5534:1985 | Gravimetry, drying at 102 °C | The Working Group was interested in obtaining information on the difference in results between the previous method and this newly adopted method. | I | E |
| Cheese | Moisture | IDF Standard 4A:1982 ISO 5534:1985 | Gravimetry, drying at 102 °C | The Working Group was interested in obtaining information on the difference in results between the previous method and this newly adopted method. | I | E |
| Sweetened Condensed Milks | Solids | IDF Standard 15B:1991 ISO 6734:1989 | Gravimetry, drying at 102 °C | The Working Group was interested in obtaining information on the difference in results between the previous method and this newly adopted method. | I | E |
| Milkfat Products | Peroxide value (expressed as milliequivalents of oxygen/kg fat) | AOAC 965.33 | Titrimetry | | I | E |
| Evaporated Milks | Protein | AOAC 945.48H | Kjeldahl, titrimetry | | I | E |
| Sweetened and Condensed Milks | | AOAC 991.20 – IDF 20B:1993 | | | | |
| Milkfat Products Butter | Copper | IDF Standard 76A:1980/ISO 5738:1980/AOAC 960.40 | Photometry, diethyldithiocarbamate | The Commodity Committee was encouraged to consider adopting one of the general methods for copper. | II | E |

| COMMODITY | PROVISION | METHOD | PRINCIPLE | NOTE | Type | Status |
|--------------|-------------------------------|--|--|------|------|--------|
| Whey Cheese | Dry matter (for denomination) | IDF Standard 58:1970 (confirmed 1993) ISO 2920:1974 | Gravimetry, drying at 88 °C | . | I | E |
| Whey Powders | Lactose | IDF 79B:1991 | Enzymatic method: glucose moiety (method A), galactose moiety (method B) | | II | E |

2. Methods of analysis proposed for standards under elaboration (advanced to Step 5 or 8)

| | | | | | | |
|---|---|---|---|--|---|----|
| Cheeses, individual | Dry matter (specified in individual standards) | IDF Standard 4A:1982 ISO 5534:1985 | Gravimetry, drying at 102 °C | The Working Group was interested in obtaining information on the difference in results between the previous method and this newly adopted method | I | E |
| Cheeses, individual | Milkfat in dry matter | IDF Standard 5B:1986 ISO 1735:1987 AOAC 933.05 | Gravimetry (Schmid-Bondzynski-Ratslaff) | | I | E |
| Creams, Whipped Creams and Fermented Creams | Milk solids-not-fat | IDF Standard 80:1977 ISO 3727:1977 AOAC 920.116 | Gravimetry | | I | E |
| Creams, Whipped Creams and Fermented Creams | Milk solid-not-fat | IDF Standard 11A:1986 | Gravimetry | The Commodity Committee should review to assure that this method is appropriate since the cited method is for milk solids in butter not cream. | | NE |

| | | | | | | |
|-----------------------------------|--|---|---|---|---|----|
| Cream | Milkfat | IDF Standard 16C:1987 ISO 2450:1999 AOAC 995.19 | Gravimetry | | I | E |
| Creams Lowered in Milkfat Content | Milkfat | IDF Standard 16C:1987 ISO 2450:1999 AOAC 995.19 | Gravimetry | | I | E |
| Edible Casein Products | Casein in protein | IDF Standard 29:1964 | Titrimetry, Kjeldahl | | I | E |
| Fermented Milks | Lactic acid | IDF Standard 150:1991 ISO 11869:1997 | Potentiometry | The Commodity Committee should determine if the IDF method determines total acidity or lactic acid as in the provision. | I | NE |
| Fermented Milks | Lactic acid | AOAC 937.05 | Spectrophotometric (for lactate acid in milk & milk products) | The Commodity Committee should clarify the provision or what type method they are requesting since there can't be two type I or II methods. | | NE |
| Fermented Milks | Protein | IDF Standard 20B:1993 AOAC 991.20-23 | Titrimetry (Kjeldahl) | | I | E |
| Fermented Milks | Dairy starter cultures of lactic acid bacteria (LAB) | IDF Standard 149A:1997 (Annex A) | Colony count at 25 °C, 30 °C, 37 °C & 45 °C according to the starter organism in question | The Commodity Committee should provide information on whether a collaborative study has been performed and the type of the method. | I | TE |
| Fermented Milks (Yoghurt) | <i>Streptococcus thermophilus</i> & <i>Lactobacillus delbrueckii</i> subsp. <i>Bulgaricus</i> ≥ 10 ⁷ cfu/g | IDF Standard 117B:1997 | Colony count at 37°C | The Commodity Committee should provide information on whether a collaborative study has been performed and the type of the method. | I | TE |

| | | | | | | |
|---|---|--|------------------------------|--|---|----|
| Fermented Milks (Yoghurt) | <i>Streptococcus thermophilus</i> & <i>Lactobacillus delbrueckii</i> subsp.bulgaricus >= 10 ⁷ cfu/g | IDF Standard 146A:1998 | Test for identification | The Commodity Committee should provide information on whether a collaborative study has been performed and the type of the method. | I | TE |
| Milk Products obtained from Fermented Milks Heat-Treated after Fermentation | Protein | IDF Standard 20B:1993 ISO 8968 Part I AOAC 991.20-23 | Titrimetry (Kjeldahl) | | I | E |
| Unripened Cheese Including Fresh Cheese ¹ | Dry matter [not decided (unripened/fresh cheese)] >= 35 % (cream cheese) | IDF Standard 4A:1982 ISO 5534:1985 | Gravimetry, drying at 102 °C | | | NE |
| Unripened Cheese Including Fresh Cheese ¹ | Dry matter [not decided (unripened/fresh cheese)] >= 35 % (m/m), < Restricted by the MMFB | IDF Standard 4A:1982 ISO 5534:1985 | Gravimetry, drying at 102 °C | | | NE |
| Unripened Cheese Including Fresh Cheese ¹ | Dry matter [not decided (unripened/fresh cheese)] >= 35 % (cream cheese) | AOAC 926.08 | Gravimetry, vacuum oven | | | NE |
| Unripened Cheese Including Fresh Cheese ¹ | Protein | IDF Standard 20B:1993 AOAC 991.20-23 ISO 8968 Part I | Titrimetry, Kjeldahl | | I | E |

¹ The CCMMP decided to remove these provisions at their last session therefore method endorsement is unnecessary

D. CODEX COMMITTEE ON COCOA PRODUCTS AND CHOCOLATE

| COMMODITY | PROVISION | METHOD | PRINCIPLE | Note | Type | Status |
|---|--------------|-------------------------------------|---|--|------|--------|
| Cocoa (Cacao) Mass, Cocoa/Chocolate (liquor) and Cocoa Cake | Fat content | AOAC 963.15 or IOCCC 14 (1972) | Sohxlet extraction | | I | E |
| Cocoa powders (cocoas) and dry mixtures of cocoa and sugars | Cocoa butter | IOCCC 37 (1990) and IOCCC 14 (1972) | Total fat and total sterol content by GLC | The Commodity Committee is requested to provide evidence of collaborative study validation and information regarding the purpose and type of the method. | | NE |
| Chocolate and Chocolate Products | Copper | NMKL 139 AOAC 971.20 | Atomic absorption Spectrophotometry | The Commodity Committee should consider adopting one of the Codex general methods for copper that will handle the % fat in their product. | | NE |

E. CODEX COORDINATING COMMITTEE FOR ASIA AND CODEX COMMITTEE ON PROCESSED FRUITS AND VEGETABLES

| | | | | | | |
|--------------------------|--------------|------------------------------------|----------------------------------|--|---|----|
| Aqueous Coconut Products | Total solids | AOAC 925.23A (IDF-ISO-AOAC method) | Gravimetry | AOAC 925.23kA has been repealed and the Commodity Committee should provide information on validation of the cited method for this application. | I | NE |
| Aqueous Coconut Products | Total Fats | AOAC 945.48G | Gravimetry (Röse-Gotlieb method) | The Commodity Committee should provide information on validation of the cited method for this application. | I | NE |

F. CODEX COMMITTEE ON SOUPS AND BROTHS

| | | | | | | |
|------------------|-----------------|-------------------------|--------------------------|---|----|----|
| Soups and Broths | Creatinine | AIIBP Method 2/5 (2000) | HPLC | | II | E |
| Soups and Broths | Creatinine | AOAC 920.115 | Colorimetry | Based on the recommendation of the Commodity Committee this method should be deleted. | | NE |
| Soups and Broths | Total Nitrogen | AOAC 928.08 | Kjeldahl | | II | E |
| Soups and Broths | Sodium Chloride | AIIBP No. 2/4 | Potentiometric titration | Specification should be for chloride expressed as sodium chloride. | II | E |

G. CODEX COMMITTEE ON VEGETABLE PROTEINS

| | | | | | | |
|------------------------|---|--|----------|--|---|---|
| Wheat Protein Products | Vital wheat gluten and devitalized wheat gluten | AOAC 979.09 (Wheat protein in grain N x 5.7) | Kjeldahl | | I | E |
| Wheat Protein Products | Solubilized wheat protein | AOAC 920.87 (wheat protein in flour N x5.7) | Kjeldahl | | I | E |

H. COMMITTEE ON NUTRITION AND FOODS FOR SPECIAL DIETARY USES

| COMMODITY | PROVISION | METHOD | PRINCIPLE | Note | Type | Status |
|------------------------------------|---------------|-------------|---------------------------|------|------|--------|
| Guidelines for Nutrition Labelling | Saturated fat | AOAC 996.06 | Gas liquid chromatography | | II | E |

I. CODEX COMMITTEE ON PROCESSED FRUITS AND VEGETABLES

| | | | | | | |
|---------|--------------|---------------|-------------------|---|----|----|
| Pickles | Benzoic acid | ISO 5518:1978 | Spectrophotometry | The Commodity Committee is requested to review more modern methods such as the liquid chromatographic method IFU 63 (1995) or the gas chromatographic method NMKL 103 (1984)/AOAC 983.16 which has been endorsed as a Type II Codex general method. | IV | TE |
|---------|--------------|---------------|-------------------|---|----|----|

| | | | | | | |
|---------|-----------------|---------------|--|---|----|----|
| Pickles | Lead | ISO 6633:1984 | Flameless atomic absorption spectrophotometry | | IV | TE |
| Pickles | Sorbates | ISO 5519:1978 | Spectrophotometry | The Commodity Committee is requested to review more modern methods such as the liquid chromatographic method IFU 63 (1995) or the gas chromatographic method NMKL 103 (1984)/AOAC 983.16 which has been endorsed as a Type II Codex general method. | IV | TE |
| Pickles | Sulphur dioxide | ISO 5522:1981 | Titrimetry followed by: Gravimetry (high levels) Nephelometry (low levels) | The Commodity Committee is requested to review the Optimized Monier-Williams method (AOAC 990.28), which has been endorsed as a Type II Codex general method. | | NE |
| Pickles | Sulphur dioxide | ISO 5523:1981 | Colorimetry | See above | | NE |
| Pickles | Tin | ISO 2447:1998 | | The Commodity Committee is asked to consider whether it is necessary to express the provision using four significant figures. | IV | TE |

PART II. METHODS OF SAMPLING FOR COMMODITY STANDARDS

A. COMMITTEE ON MILK AND MILK PRODUCTS

| | | | | |
|--|----------|--|----------------------|---|
| | | | | |
| Creams, Whipped creams and Fermented Creams Fermented Milks | Sampling | IDF Standard 50C:1995 ISO 707:1997 AOAC 968.12 | General instructions | E |

Sampling of Cheese in Brine

(Amendment at Step 3 of the Accelerated Procedure)

Amend Section 8.1 of the Codex Standard for Cheeses in Brine (CODEX STAN 208-1999) concerning sampling as follows (struck-out text to be deleted):

8.1 Sampling

According to IDF Standard 50C:1995/ISO 707:1997/AOAC 933.12. - Endorsed

Special requirements for cheese in brine: A representative piece of cheese is placed on a cloth or on a sheet of ~~non~~-absorbent paper for 5 to 10 min. A slice of 2-3 cm is cut off and sent to the laboratory in a sealed insulated box for analysis.

B. COMMITTEE ON VEGETABLE PROTEINS

Draft Standard for Wheat Protein Products

Sampling: ISO 13690: 1999 - *Endorsed*

PART III GENERAL CODEX METHODS

1. Methods for contaminants

| | | | | | | |
|-----------|--------------------------------------|--------------------------------|-------------------------------|----------|-----|---|
| All foods | Lead, cadmium, copper, iron and zinc | NMKL 139 (1991) AOAC 999.11 | AAS after dry ashing | Type II | II | E |
| All foods | Lead, cadmium, copper, iron and zinc | NMKL 161 (1998) AOAC 991.10 | AAS after microwave digestion | Type III | III | E |

2. Methods for the detection of irradiated foods

| | | | | | | |
|---|---|--------------|--|--|-----|---|
| Food containing fat | detection of irradiated food containing fat | EN 1784:1996 | Gas chromatographic analysis of hydrocarbons | | II | E |
| Food containing fat | detection of irradiated food containing fat | EN 1785:1996 | Gas chromatographic/spectrophotometric analysis of 2/alkylcyclobutanones | | III | E |
| Food containing bone | detection of irradiated food containing bones | EN 1786:1996 | ESR spectroscopy | | II | E |
| Food containing cellulose | detection of irradiated food containing cellulose | EN 1787:2000 | ESR spectroscopy | | II | E |
| Food from which silicate minerals can be isolated | detection of irradiated food from which silicate minerals can be isolated | EN 1788:1996 | Thermoluminescence | | II | E |

AVANT-PROJET DE DIRECTIVES SUR L'INCERTITUDE DES MESURES (A l'étape 3 de la Procédure)²

Introduction

Il est important que les analystes soient conscients de l'incertitude associée avec chaque résultat analytique et estime cette incertitude. L'incertitude des mesures peut être dérivée par différentes procédures. Il est demandé aux laboratoires d'analyse alimentaires d'être sous contrôle aux fins du Codex, d'utiliser des méthodes testées en collaboration lorsqu'elles existent, et de vérifier leur application avant de les utiliser pour les analyses de routine. Ces laboratoires devraient donc avoir à leur disposition une série de données analytiques qui peuvent être utilisées pour estimer leur incertitude dans les mesures.

Terminologie

La définition acceptée de l'incertitude des mesures¹ est:

“Paramètre, associé avec le résultat d'une mesure, qui caractérise la dispersion des valeurs qui peut raisonnablement être attribuée à l'élément à mesurer”

NOTES:

1. Le paramètre peut être, par exemple, un écart-type (ou un multiple donné de celui-ci), ou la moitié d'un intervalle avec un niveau de fiabilité spécifié.
2. L'incertitude des mesures comprend, en général, de nombreux composants. Certains de ces composants peuvent être évalués à partir de la distribution statistique des résultats d'une série de mesures et peuvent être caractérisés par des écart-types expérimentaux. Les autres composants, qui peuvent aussi être caractérisés par des écart-types, sont évalués à partir de distributions estimées de probabilité sur la base de l'expérience ou autres informations.
3. Il est entendu que le résultat d'une mesure est la meilleure estimation de la valeur de l'élément à mesurer, et que tous les composants de l'incertitude, y compris ceux qui résultent d'effets systématiques, tels que les composants associés aux corrections et aux standards de référence, contribuent à la dispersion.

[Il est reconnu que le terme “incertitude des mesures” est le plus largement utilisé par les organisations internationales et les agences d'accréditation. Cependant le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage a observé à plusieurs reprises que le terme “incertitude des mesures” a quelques connotations négatives dans un contexte légal et a donc noté qu'un autre terme équivalent, “fiabilité des mesures” pouvait être utilisé.]

Recommandations

Les recommandations suivantes sont adressées aux gouvernements:

1. Aux fins du Codex le terme “incertitude des mesures” [“fiabilité des mesures”] devra être utilisé.
2. L'incertitude des mesures [ou “fiabilité des mesures”] associée à tous les résultats analytiques doit être estimée et doit, sur demande, être mise à la disposition de l'utilisateur (client) des résultats.
3. L'incertitude des mesures [ou “fiabilité des mesures”] d'un résultat analytique peut être estimée par différentes procédures, en particulier celles décrites par l'ISO¹ et EURACHEM². Ces documents recommandent des procédures basées sur l'approche composant par composant, les données concernant la validation des méthodes, le contrôle de qualité interne et les essais d'aptitude. Il n'est pas nécessaire

² Sujet à l'approbation de la Commission comme nouveau travail.

d'entreprendre une estimation de l'incertitude des mesures [ou "fiabilité des mesures"] en utilisant l'approche ISO composant par composant si d'autres formes de données sont disponibles et utilisées pour estimer l'incertitude [ou la fiabilité]. Dans de nombreux cas l'incertitude totale peut être déterminée par une étude inter-laboratoires (en collaboration) par un certain nombre de laboratoires et de matrices en appliquant les protocoles IUPAC/ISO/AOAC INTERNATIONAL³ ou ISO 5725⁴.

Références

1. "Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement", ISO, Geneva, 1993.
2. EURACHEM/CITAC Guide Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement (Second Edition), EURACHEM Secretariat, BAM, Berlin, 2000. This is available as a free download from <http://www.vtt.fi/ket/eurachem>
3. "Protocol for the Design, Conduct and Interpretation of Method Performance Studies", ed. W. Horwitz, *Pure Appl. Chem.*, 1995, 67, 331-343.
4. "Precision of Test Methods", Geneva, 1994, ISO 5725, Previous editions were issued in 1981 and 1986.