

commission du codex alimentarius

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

ORGANISATION MONDIALE
DE LA SANTÉ

BUREAU CONJOINT: Via delle Terme di Caracalla 00100 ROME Tél.: 57971 Téléx: 625852-625853 FAO I Câbles: Foodagri Rome Facsimile: (6)5797.4593

ALINORM 93/23

F

PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES

COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS

Vingtième session

Genève, 28 juin - 7 juillet 1993

RAPPORT DE LA DIX-HUITIEME SESSION
DU COMITE DU CODEX SUR LES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE

Note: La circulaire Codex CL 1992/34-MAS est jointe au présent document.

W/Z9740

commission du codex alimentarius

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

ORGANISATION MONDIALE
DE LA SANTÉ

BUREAU CONJOINT: Via delle Terme di Caracalla 00100 ROME Tél.: 57971 Télex: 625852-625853 FAO I Câbles: Foodagri Rome Facsimile: (6)5797.4593

CX 4/50.2

CL 1992/34-MAS
Novembre 1992

AUX:

- Services centraux de liaison avec le Codex
- Participants à la dix-huitième session du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage
- Organisations internationales intéressées

DU: Chef du Programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires, FAO, Via delle Terme di Caracalla, 00100 Rome, Italie

OBJET: Distribution du rapport de la dix-huitième session du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage.

Le rapport de la dix-huitième session du Comité susmentionné (ALINORM 93/23) sera examiné par la Commission du Codex Alimentarius à sa vingtième session (Genève, 28 juin - 7 juillet 1993).

PARTIE A: QUESTIONS SOUMISES A LA COMMISSION POUR ADOPTION

- i) Le nouveau mandat proposé par le Comité du Codex sur les principes généraux et amendé à la 18e session du CCMAS (ALINORM 93/23, par. 30);
- ii) La recommandation relative à la liste des informations nécessaires pour évaluer les méthodes d'analyse soumises au CCMAS pour confirmation (ALINORM 93/23, par. 39 et 94, et Annexe II);
- iii) Critères concernant les méthodes d'analyses soumises pour confirmation et les directives à l'usage du CCMAS (ALINORM 93/23, par. 39 et 94, et Annexe III);
- iv) Confirmation des méthodes d'analyse

Le Comité est convenu de confirmer les dispositions relatives aux méthodes d'analyse dans un grand nombre de normes Codex (ALINORM 93/23, par. 69 et Annexe V).

Les gouvernements qui désireraient proposer des amendements ou formuler des observations sur les répercussions éventuelles des points ci-dessus sur leurs intérêts économiques sont priés de le faire par écrit, conformément à la Procédure du Codex, et de les communiquer au Chef du Programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires, FAO, Via delle Terme di Caracalla, 00100 Rome, Italie, avant le 15 juin 1993.

PARTIE B: DEMANDE DE COMMENTAIRES ET DE RENSEIGNEMENTS

- i) Examen des méthodes générales pour les contaminants (ALINORM 93/23, par. 73)

La délégation du Canada a accepté de préparer pour la prochaine session du CCMAS un document où les observations des gouvernements seront rapportées à chacune des méthodes en cause de manière qu'une décision puisse être prise quant à l'acceptation des méthodes d'analyse proposées.

RESUME ET CONCLUSIONS

A sa dix-huitième session, le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage est parvenu aux conclusions ci-après:

QUESTIONS A SOUMETTRE A LA COMMISSION:

- Il a recommandé l'adoption de son mandat dans les termes suivants:
 - a) assurer la coordination entre le Codex et d'autres groupes internationaux s'occupant de méthodes d'analyse et d'échantillonnage et de systèmes d'assurance de la qualité pour les laboratoires; b) à f) sans changements, tels que figurant dans le Manuel de Procédure, 7^e édition;
 - g) établir des procédures, des protocoles, des directives et des textes apparentés concernant l'évaluation de la compétence des laboratoires d'analyse des aliments, ainsi que les systèmes d'assurance de la qualité pour les laboratoires (ALINORM 93/23, par. 30).

AUTRES QUESTIONS INTERESSANT LA COMMISSION:

- Il a estimé que les comités Codex de produits devraient s'adresser à lui pour toutes les questions et exigences en matière d'échantillonnage et que le Secrétariat du Codex devrait charger un consultant de préparer un projet de directives générales Codex sur l'échantillonnage. Le texte que fournira le consultant sera distribué aux gouvernements et examiné à la prochaine session du CCMAS (ALINORM 93/23, par. 26-27).
- A son avis, il est urgent d'améliorer les communications entre lui-même et les autres comités du Codex qui s'occupent de l'élaboration de méthodes d'analyse et de plans d'échantillonnage. Le CCMAS considère que la cohérence dans le déroulement de ces activités est une condition indispensable à l'application de l'approche horizontale.
- Il a examiné les procédures d'approbation des méthodes d'analyse dans l'intervalle de ses sessions, notamment l'utilisation du courrier électronique et des télécopieurs (par. 94).
- Il a approuvé la liste de contrôle et les directives à l'usage du CCMAS et est convenu de les joindre à son rapport en tant qu'annexes II et III pour l'information des gouvernements et des organisations internationales intéressées (par. 39).
- Il a approuvé le protocole amplifié pour la conception, la conduite et l'interprétation des études (interlaboratoires) sur la performance des méthodes et est convenu de transmettre pour examen à l'UICPA le document CX/MAS 92/7 (par. 39).

- Il a reconnu que la question du contrôle de l'efficacité des laboratoires devrait être examinée en priorité dans les travaux futurs du Codex et que les organisations internationales intéressées devraient être dûment informées des observations du CCMAS sur le protocole harmonisé pour le contrôle de l'efficacité des analyses de laboratoire de manière qu'il puisse examiner à sa prochaine session les développements futurs dans ce domaine (par. 47).
- Il a examiné la définition de la limite de détermination aux fins du Codex et est convenu de renvoyer cette question à l'UICPA, compte tenu du fait que cette organisation a entrepris l'élaboration d'un projet relatif à la limite de détermination (par. 57).
- Il a examiné de nouveaux critères pour l'évaluation de méthodes acceptables aux fins du Codex mais sans parvenir à un accord sur cette question et est convenu que celle-ci serait réexaminée une fois que la Commission se sera prononcée sur son nouveau mandat (par. 58-63).
- Il a confirmé les dispositions relatives aux méthodes d'analyse dans un grand nombre de normes Codex (par. 69).
- Il est convenu de clarifier la partie des procédures du Codex concernant la confirmation des méthodes et leur classification en quatre catégories, compte tenu du fait qu'un document exhaustif sur ce point sera préparé pour sa prochaine session (par. 68).
- Il a examiné les méthodes générales d'analyse pour les contaminants dans les normes Codex et a invité la délégation du Canada à préparer pour sa prochaine session un document de manière qu'une décision puisse être prise quant à l'acceptation des méthodes d'analyse proposées (par. 73).
- Il a discuté de la méthode générale d'incinération pour le dosage des métaux lourds et a reconnu que celle-ci n'était qu'une partie d'une méthode et que les méthodes d'analyse pour les métaux lourds devraient être élaborées selon la procédure normale (par. 81).
- Il a examiné plusieurs méthodes d'analyse nécessaires pour les normes Codex et qui doivent être soit mises au point, soit validées, et il a pris note des nombreuses informations reçues par des organisations internationales au sujet des méthodes proposées (par. 82-84).
- Il a été informé des critères visant à limiter le nombre des résultats faussement positifs et faussement négatifs pour les analytes à proximité de la limite de détermination (par. 95-89).

TABLE DES MATIERES

| | <u>Paragraphes</u> |
|--|--------------------|
| INTRODUCTION | 1- 2 |
| ADOPTION DE L'ORDRE DU JOUR | 3 |
| NOMINATION DU RAPPORTEUR | 4 |
| QUESTIONS INTERESSANT LE COMITE | |
| Questions découlant de la 19e session de la Commission | 6- 8 |
| Questions découlant des sessions d'autres comités du Codex | 9-13 |
| Questions provenant d'autres organismes | 14-19 |
| EXAMEN DES NORMES CODEX EN CE QUI CONCERNE L'ECHANTILLONNAGE ET NOTE SUR L'ECHANTILLONNAGE CODEX | 20-27 |
| NOUVEAU MANDAT DU COMITE | 28-33 |
| RECOMMANDATION VISANT UNE LISTE DES INFORMATIONS REQUISES AFIN D'EVALUER LES METHODES D'ANALYSE PRESENTEES AU COMITE DU CODEX SUR LES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE | 34-39 |
| RAPPORT DE LA NEUVIEME REUNION DES ORGANISATIONS INTERNATIONALES TRAVAILLANT DANS LE DOMAINE DE L'ANALYSE ET DE L'ECHANTILLONNAGE (RII) | 40-42 |
| RAPPORT INTERIMAIRE SUR L'ELABORATION D'UN PROTOCOLE HARMONISE VISANT A CONTROLER L'EFFICACITE DES ANALYSES DE LABORATOIRE | 43-47 |
| RAPPORT INTERIMAIRE SUR L'EXAMEN DES METHODES NORMALISEES PAR LES ORGANISATIONS INTERNATIONALES | 48-52 |
| LIMITE DE DETERMINATION | 53-57 |
| METHODES D'ANALYSE POUR LES AFLATOXINES - CRITERES PERMETTANT D'EVALUER DES METHODES ACCEPTABLES DE DETERMINATION DES AFLATOXINES | 58-63 |
| CONFIRMATION DES METHODES D'ANALYSE FIGURANT DANS LES NORMES CODEX ET RAPPORT DU GROUPE DE TRAVAIL SUR LES METHODES D'ANALYSE | 64-69 |
| EXAMEN DES METHODES GENERALES D'ANALYSE POUR LES CONTAMINANTS DANS LES NORMES CODEX | 70-73 |
| METHODE GENERALE D'INCINERATION POUR LE DOSAGE DES METAUX LOURDS | 74-81 |
| METHODES D'ANALYSE NECESSAIRES POUR LES NORMES CODEX ET QUI DOIVENT ETRE SOIT MISES AU POINT, SOIT VALIDEES | 82-84 |
| CRITERES VISANT A LIMITER LE NOMBRE DE RESULTATS FAUSSEMENT POSITIFS ET FAUSSEMENT NEGATIFS POUR LES ANALYTES A PROXIMITE DE LA LIMITE DE DETERMINATION | 85-89 |
| TRAVAUX FUTURS | 90 |
| AUTRES QUESTIONS | 91-97 |
| DATE ET LIEU DE LA PROCHAINE SESSION | 98 |

ANNEXES

| | <u>Pages</u> |
|---|--------------|
| ANNEXE I: LISTE DES PARTICIPANTS | 20-26 |
| ANNEXE II: RECOMMANDATIONS VISANT UNE LISTE DES INFORMATIONS REQUISES AFIN D'EVALUER LES METHODES D'ANALYSE PRESENTEES AU COMITE DU CODEX SUR LES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE | 27-33 |
| ANNEXE III: METHODES D'ANALYSE SOUMISES POUR CONFIRMATION AU COMITE DU CODEX SUR LES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE | 34-35 |

Pages

| | | |
|------------|--|-------|
| ANNEXE IV: | RAPPORT DE LA NEUVIEME REUNION INTERINSTITUTIONS (RII) | 36-49 |
| ANNEXE V: | LISTE DES METHODES D'ANALYSE EXAMINEES AUX FINS DE CONFIRMATION PAR LA 18E SESSION DU COMITE DU CODEX SUR LES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE | 50-63 |

INTRODUCTION

1. A l'aimable invitation du Gouvernement de la Hongrie, le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage a tenu sa dix-huitième session à Budapest du 9 au 13 novembre 1992. Ont participé à la session 80 délégués et observateurs de 22 pays et de 11 organisations internationales. La liste complète des participants, y compris les membres du Secrétariat, figure à l'Annexe I du présent rapport.

2. M. A. Salamon, Président du Comité national hongrois du Codex, a souhaité la bienvenue aux participants et a souligné l'importance de l'harmonisation au plan international des méthodes d'échantillonnage et d'analyse des aliments. Il a présenté M. Gy Raskó, Secrétaire d'Etat à l'agriculture, qui a fait le point de la situation actuelle du secteur hongrois de l'alimentation et de l'agriculture en liaison avec le processus entrepris par le Gouvernement dans le domaine de la privatisation et de la création d'une économie de marché dans son pays en ce qui concerne la production agricole et la transformation des denrées alimentaires, ajoutant que les exportations hongroises sont peu subventionnées. M. Raskó a souligné que l'agriculture et l'industrie de transformation des aliments jouent un rôle important dans l'économie hongroise, représentant en valeur 30% des exportations de la Hongrie, soit environ 2,5 milliards de dollars E.-U. en 1992. Le Secrétaire d'Etat a dit que le système de surveillance et de contrôle de la qualité dans les petites et moyennes entreprises revêt actuellement une extrême importance et qu'en conséquence, la participation de la Hongrie aux travaux du Codex Alimentarius s'amplifierait à l'avenir.

ADOPTION DE L'ORDRE DU JOUR (Point 2 de l'ordre du jour)

3. Le Comité a adopté l'ordre du jour provisoire (CX/MAS 92/1) tel que proposé. En vue de faciliter les débats sur l'échantillonnage et la confirmation des méthodes d'analyse, le Comité est convenu d'examiner ensemble les points 5 et 6 de l'ordre du jour, ainsi que les points 7 à 12.

NOMINATION DU RAPPORTEUR (Point 3 de l'ordre du jour)

4. Le Comité a souscrit à la proposition du Président de nommer comme rapporteur Mme J.A. Springer (Etats-Unis).

QUESTIONS INTERESSANT LE COMITE (Point 4 de l'ordre du jour)

5. Le Secrétariat a présenté les documents CX/MAS 92/2 et CX/MAS 92/2-Add.1 (document de séance N° 8) relatifs à ce point de l'ordre du jour.

a) Questions découlant de la 19^e session de la Commission

6. Le Comité a été informé des recommandations formulées par la Conférence FAO/OMS sur les normes alimentaires, les substances chimiques dans les aliments et le commerce des denrées alimentaires, puis endossées par la Commission, en ce qui concerne l'approche horizontale à la normalisation des aliments, la révision des normes Codex et la création d'un comité chargé du contrôle des importations/exportations. On a aussi mentionné la décision de la Commission au sujet de la répartition des compétences entre le Comité

du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage, le Comité sur la nutrition et les aliments diététiques et de régime, et le Comité du Codex sur l'étiquetage des denrées alimentaires.

7. Le Comité a appris en outre qu'une Consultation d'experts sur les plans d'échantillonnage pour les aflatoxines se réunirait au début de 1993 et qu'elle aurait pour objectif d'examiner des plans d'échantillonnage en liaison avec les concentrations maximales d'aflatoxines dans les arachides proposées par le Comité sur les céréales, les légumes secs et les légumineuses, et éventuellement avec les concentrations plus faibles demandées par plusieurs délégations lors de la dernière session du CCCPL.

8. Le Comité a pris note de la recommandation formulée par le Comité du Codex sur les additifs alimentaires et les contaminants à l'effet d'abaisser à 0,5 mg/kg la concentration du plomb dans le sucre; la méthode de dosage du plomb à ce niveau sera examinée dans le cadre du point 12 de l'ordre du jour.

b) Questions découlant d'autres comités du Codex

9. Le Comité a été informé que le Comité sur les résidus de pesticides avait proposé à sa dernière session une "méthode d'échantillonnage recommandée pour la détermination des résidus de pesticides dans le lait et les poissons, aux fins de contrôle", et qu'il avait été recommandé d'harmoniser ces travaux avec ceux du Comité sur les résidus de médicaments vétérinaires dans les aliments. La délégation des Pays-Bas a exprimé l'avis que les plans d'échantillonnage pour les pesticides, de même que les autres plans d'échantillonnage, devraient être communiqués au CCMAS; le Secrétariat a rappelé au Comité que l'examen des plans d'échantillonnage pour les pesticides et les médicaments vétérinaires avait été expressément exclu du mandat du CCMAS, car ils relèvent de la responsabilité des comités compétents en la matière. Toutefois, la présente session était libre de décider s'il fallait amender le mandat du Comité à ce propos. Le Comité est convenu d'examiner cette question dans le cadre des points 5 et 6 de l'ordre du jour concernant spécifiquement l'échantillonnage.

10. On a présenté les conclusions du Comité sur les principes généraux relatives à la modification des procédures d'acceptation et d'élaboration. L'observateur de la FIL a demandé quelles seraient les conséquences de l'alignement proposé des procédures pour les produits laitiers sur les procédures du Codex à l'égard des méthodes d'analyse. On a déclaré que le Comité du Codex sur le lait et les produits laitiers travaille normalement comme les autres comités du Codex. Toutefois, le Comité sur les principes généraux a reconnu que le Comité sur le lait et les produits laitiers devrait examiner son mandat, ainsi que les procédures d'acceptation et les répercussions générales de cette modification, et que cela valait aussi pour la définition des méthodes d'analyse.

11. Le Comité a été informé des amendements proposés par le CCGP pour son mandat à la suite de la décision de la Commission d'étendre son domaine d'action à l'évaluation de la compétence des laboratoires, ainsi que le Comité l'avait demandé à sa dernière session. On est convenu d'examiner cette question en détail dans le cadre du point 8 de l'ordre du jour.

12. On a présenté les principales conclusions du Comité sur les systèmes d'inspection et de certification des importations et exportations de denrées alimentaires, et souligné que toutes les questions touchant aux opérations des laboratoires bromatologiques étaient exclues de son mandat car elles relèvent de la responsabilité du CCMAS.

13. Le Comité a appris que le Comité sur la nutrition et les aliments diététiques ou de régime avait réexaminé à sa dernière session les méthodes d'analyse prévues dans les normes pour ces denrées et était convenu d'une liste de méthodes à soumettre au CCMAS.

c) Autres organismes

- Fédération internationale des industries du glucose (IFG)

14. L'observateur de l'IFG a signalé au Comité que son organisation avait élaboré, dans le cadre du Comité technique ISO TC 93, des méthodes pour les amidons et produits apparentés et que nombre des méthodes pour les produits d'hydrolyse de l'amidon étaient utilisées depuis plusieurs années. L'organisation d'études interlaboratoires sur ces méthodes ne lui semblait pas justifiée et, à son avis, celles-ci devraient être confirmées en tant que méthodes valables.

- Organisation internationale de normalisation (ISO)

15. L'observateur de l'ISO s'est référé à la liste des méthodes figurant dans le document CX/MAS 92/9, "Progress Report on Review of Standard Methods by International Organizations on Methods of Analysis and Sampling", où sont indiquées toutes les méthodes récentes de l'ISO.

- Comité nordique de l'analyse des aliments (NMKL)

16. L'observateur du NMKL a exposé les objectifs de son organisation au sujet des méthodes d'analyse pour les aliments, en particulier aux fins du contrôle officiel, ainsi que ses activités dans le domaine de l'assurance de la qualité dans les laboratoires. Il importe aussi que tous les laboratoires s'occupant des denrées alimentaires mettent au point des systèmes qualitatifs.

- Comité européen de normalisation (CEN)

17. L'observateur du CEN a présenté les objectifs et les activités de son organisation, dont font partie les 12 pays de la CEE et 6 pays de l'AELE, par l'intermédiaire de ses comités techniques qui travaillent dans différents domaines. Il a précisé que ces comités tiennent compte des travaux effectués par d'autres organisations et que les premières normes seraient publiées en 1993.

- AOAC International (AOAC)

18. L'observateur de l'AOAC a signalé que son organisation avait modifié son nom afin de refléter l'expansion de ses activités; l'AOAC s'occupe de programmes de validation des méthodes ainsi que de l'harmonisation des méthodes et systèmes touchant la qualité. Un Groupe d'étude sur l'étiquetage des éléments nutritifs a été créé

pour procéder à un examen approfondi des méthodes d'analyse de ces substances. Le Comité a appris en outre qu'une sous-commission européenne avait été mise sur pied, et que la prochaine réunion de l'AOAC se tiendrait à Washington du 25 au 29 juillet 1993.

- Comité international permanent de la conserve (CIPC)

19. L'observateur du CIPC a déclaré que son organisation a une composition internationale très vaste et a signalé ses activités dans le domaine de l'analyse et de l'échantillonnage. Il a souligné que l'industrie de la conserve applique à grande échelle les plans d'échantillonnage élaborés par le Codex, de même que les normes Codex pour les fruits et légumes transformés; il a insisté sur la nécessité de mettre ces textes continuellement à jour, d'autant plus que le commerce international des aliments en conserve est très important.

EXAMEN DES NORMES CODEX EN CE QUI CONCERNE L'ECHANTILLONNAGE (Point 6 de l'ordre du jour) **ET NOTE SUR L'ECHANTILLONNAGE CODEX** (Point 5 de l'ordre du jour)

20. Etant donné la complémentarité des points 5 et 6 de l'ordre du jour, le Comité a décidé de les examiner ensemble. Les documents versés au débat étaient les suivants: CX/MAS 92/3 préparé par la délégation du Royaume-Uni et CX/MAS 92/4 préparé par le Secrétariat du Codex.

21. Le Comité a noté que la Commission avait admis, conformément aux recommandations de la 16e session du CCMAS, qu'il convenait d'élaborer un seul document Codex de caractère consultatif en matière d'échantillonnage, plutôt que de faire figurer des dispositions d'échantillonnage dans les normes Codex individuelles (ALINORM 89/40, par. 339-341).

22. Un exposé complet sur la révision des plans d'échantillonnage dans les normes Codex a été préparé par le Secrétariat et présenté dans le document cité plus haut. Celui-ci donne des informations sur le statut des plans d'échantillonnage dans le Codex, précisant qu'environ 24% des normes Codex se réfèrent expressément aux Plans FAO/OMS d'échantillonnage pour les denrées alimentaires préemballées (CAC/RM 42-1969), 47% des normes Codex ne font aucune référence à l'échantillonnage et 2% seulement de ces normes mentionnent les plans d'échantillonnage en conformité des Instructions relatives aux procédures d'échantillonnage du Codex.

23. La délégation du Royaume-Uni a présenté le document CX/MAS 92/3 préparé en tant qu'ébauche d'un éventuel volume du Codex Alimentarius qui couvrirait tous les aspects de l'échantillonnage. Ce document a été considéré comme un avant-projet des textes rédigés en matière d'échantillonnage au cours de nombreuses années afin de couvrir des points précis: défauts des produits, critères de composition, contenu net et propriétés en rapport avec la santé. Le Comité a été prié d'indiquer clairement dans quel sens il faudrait élaborer les directives générales pour qu'elles constituent un document consultatif utile permettant de contrôler les produits qui font l'objet d'un commerce international.

24. Plusieurs délégations ont félicité la délégation du Royaume-Uni pour l'excellente préparation du document sur l'échantillonnage Codex et ont estimé que, eu égard à l'approche horizontale recommandée par la Commission, tous les plans d'échantillonnage Codex, notamment pour les résidus de pesticides, les résidus de médicaments vétérinaires, les métaux lourds contaminants et les aflatoxines, devraient être incorporés dans les directives générales de manière à éviter les divergences et les doubles emplois dans le domaine de l'échantillonnage Codex. La délégation de la Hongrie s'est offerte pour compléter les définitions consécutivement à la section 5.5 sur la nature hétérogène de la distribution des caractéristiques qualitatives dans un lot. Le Comité a aussi examiné le point de savoir s'il convenait de réunir dans une seule section les procédures d'échantillonnage pour les défauts et les critères de composition des produits ou bien d'ajouter une autre section concernant l'échantillonnage pour le contrôle des éléments nutritifs déclarés sur l'étiquette.

25. D'autres délégations ont estimé que les directives générales sur l'échantillonnage devraient comprendre une partie relative aux aspects administratifs de l'échantillonnage et une autre consacrée aux plans d'échantillonnage. Ces directives devraient prévoir des plans d'échantillonnage simples pour le contrôle de routine des produits commercialisés, indiquant des critères d'acceptation des lots comme dans les plans d'échantillonnage élaborés pour les résidus de pesticides dans les aliments, et dans les directives sur l'échantillonnage préparées sur la base de plans statistiques utilisables en cas de différends pour les produits faisant l'objet d'un commerce international.

JD

26. Le Comité a aussi estimé que les comités Codex de produits devraient s'adresser à lui pour toutes les questions et exigences en matière d'échantillonnage. On a recommandé que le glossaire sur l'échantillonnage élaboré par l'UICPA en collaboration avec l'ISO soit utilisé pour la mise au point des directives générales sur l'échantillonnage et qu'une attention particulière soit accordée à l'échantillonnage concernant les questions relatives à la santé et à la protection des consommateurs.

27. Le Comité est convenu de recommander au Secrétariat de charger un consultant de préparer un projet de directives générales Codex sur l'échantillonnage en tenant compte du document rédigé par la délégation du Royaume-Uni, des recommandations formulées par plusieurs délégations et des documents élaborés à ce sujet par des organisations internationales et par la FAO. Le texte que fournira le consultant devra être distribué aux gouvernements pour observations et examiné à la prochaine session du CCMAS.

NOUVEAU MANDAT DU COMITE (Point 8 de l'ordre du jour)

28. Le Comité était saisi du document CX/MAS 92/6 indiquant que, dans la perspective de l'approche horizontale, le CCMAS avait exprimé son intérêt pour les questions touchant aux laboratoires - certification et assurance de la qualité. A sa 19e session, la Commission était convenue que le Comité du Codex sur les principes généraux devrait envisager un nouveau mandat pour le CCMAS de manière à renforcer son rôle dans ce domaine neuf.

29. Le Comité a appris en outre qu'à sa dernière session, le CCGP avait examiné le nouveau mandat proposé et jugé que l'emploi de l'expression "certification des laboratoires" pourrait être comprise comme signifiant "accréditation des laboratoires". ce qui n'est pas de la compétence du Comité. Pour éviter toute confusion, il avait été proposé de remplacer cette expression par "systèmes de qualité pour les laboratoires", comme en fait état le document CX/MAS 92/2-Addendum 1 (document de séance N° 8) où figure le nouveau mandat tel qu'amendé par le CCGP.

30. De l'avis du Comité, ce libellé ne reflète pas correctement les activités qu'il entend entreprendre dans ce domaine, car il doit être clair que le CCMAS est responsable de toutes les questions relatives à l'évaluation de la compétence des laboratoires et à l'assurance de la qualité. Le Comité est donc convenu que le mandat devrait se référer explicitement aux "système d'assurance de la qualité pour les laboratoires" et a décidé en conséquence de recommander à la Commission d'amender comme suit son mandat:

- a) assurer la coordination entre le Codex et d'autres groupes internationaux s'occupant de méthodes d'analyse et d'échantillonnage et de systèmes de la qualité pour les laboratoires;
- b) à f) inchangés;
- g) établir des procédures, des protocoles, des directives et des textes apparentés, concernant l'évaluation de la compétence des laboratoires d'analyse des aliments, ainsi que les systèmes d'assurance de la qualité pour les laboratoires.

31. On a rappelé que le Comité sur les principes généraux avait signalé l'éventualité d'un conflit de compétence entre le Comité sur les additifs alimentaires et les contaminants et le CCMAS au sujet des méthodes d'analyse pour les additifs dans les aliments. On a rappelé aussi que le CCFAC avait réuni il y a quelques années un groupe de travail pour examiner ces méthodes et que l'on disposait actuellement d'une masse considérable de renseignements qui permettraient de poursuivre ce travail. Une solution pratique consisterait à commencer avec un petit nombre d'additifs, car l'ampleur de cette tâche est très vaste; le CCFAC pourrait établir une liste d'additifs à examiner en priorité par le CCMAS.

32. Le Comité a estimé que l'on devrait examiner en premier lieu les questions de procédure et les modalités de la collaboration entre lui-même et le CCFAC et d'autres comités comme le CCRVDF et le CCPR. Il est convenu de créer un groupe de travail constitué de l'Australie (Présidence), de la Finlande et des Etats-Unis pour étudier les rapports entre le CCMAS et d'autres comités ayant des attributions spécifiques en matière d'analyse et d'échantillonnage et rechercher les moyens de parvenir à une coopération efficace pour éviter les doubles emplois. Les conclusions du groupe de travail seront présentées dans le cadre du point 17 de l'ordre du jour: **Autres questions.**

33. Le Comité a indiqué que le résultat de ses débats sera communiqué pour information au CCFAC, au CCPR et à d'autres comités,

ainsi qu'à la Commission pour examen à sa prochaine session, afin de déterminer les compétences respectives des comités en cause.

RECOMMANDATION VISANT UNE LISTE DES INFORMATIONS REQUISES AFIN D'EVALUER LES METHODES D'ANALYSE PRESENTEES AU COMITE DU CODEX SUR LES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE (Point 9 de l'ordre du jour)

34. A l'invitation du Président, la délégation des Etats-Unis a présenté le document CX/MAS 92/7 (document de séance N° 5) et a rappelé que le Comité avait décidé à sa dernière session de procéder à une étude des renseignements nécessaires pour évaluer les méthodes. Cette étude, conduite par les Etats-Unis avec le concours de la Finlande, a tenu compte des observations reçues en réponse à la circulaire CL 1991/14-MAS au sujet de la liste de contrôle. La délégation américaine a signalé que certaines modifications importantes avaient été proposées pour le protocole UICPA/ISO/AOAC concernant les études interlaboratoires, par exemple la suppression du système à deux degrés jugé inutile et éventuellement peu valable du point de vue statistique, et elle a insisté sur l'importance de la reproductibilité. La délégation des Pays-Bas a fait état des observations formulées par l'Institut néerlandais de normalisation et transmises à l'ISO.

35. Tout en prenant acte avec appréciation de la liste de vérification révisée, l'observateur de l'AOAC a souligné la nécessité d'élaborer un protocole harmonisé et a déclaré que les modifications devraient être discutées par le Groupe UICPA/ISO/AOAC.

36. La délégation des Etats-Unis a souscrit à la proposition de l'AOAC et a précisé que la liste de contrôle proprement dite figurait dans la première partie du document et était destinée à l'usage du Comité, tandis que la seconde partie contenant les amendements proposés serait transmise par le Comité à l'UICPA en lui recommandant d'inclure une limite de détermination interlaboratoires. En réponse à une question, la délégation américaine a indiqué que les paramètres figurant dans le tableau des pages 6-7 étaient des exemples pour l'obtention de résultats valables, les uns incluant et les autres excluant les valeurs aberrantes, les résultats non valables ne devant pas être confondus avec les valeurs aberrantes.

37. La délégation du Royaume-Uni a relevé que la liste de contrôle représentait un très utile document de travail pour les activités du Comité, ainsi que pour les comités s'occupant de produits.

38. On a noté que le projet de directives à l'usage du Comité sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage faisait partie de la liste de contrôle et, à la suite d'un échange de vues, il a été convenu de le maintenir sous sa forme actuelle.

39. Le Comité a ultérieurement approuvé la liste de contrôle (par. 96) et les directives et est convenu de les joindre au présent rapport en tant qu'annexes II et III. Il est convenu en outre de transmettre pour examen à l'UICPA le projet de protocole révisé.

RAPPORT DE LA NEUVIEME REUNION DES ORGANISATIONS INTERNATIONALES TRAVAILLANT DANS LE DOMAINE DE L'ANALYSE ET DE L'ECHANTILLONNAGE (RII) (Point 10 de l'ordre du jour)

40. Le Comité était saisi du rapport de la neuvième Réunion inter-institutions (RII) sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage, tenue le vendredi 6 novembre 1992 dans les locaux de l'Office hongrois de normalisation (MSZH). Ce rapport (document de séance N° 1) a été présenté par M. K. Lingner (ISO). La Réunion s'est tenue en présence des représentants de dix organisations ayant des activités dans le domaine de l'analyse et du contrôle des denrées alimentaires, et notamment pour la première fois du CEN, sous la présidence de M. Castan (ISO/AFNOR). Le rapport de cette réunion est reproduit à l'Annexe IV du présent document. La RII a abordé de questions intéressant spécifiquement le CCMAS, et plus précisément:

- l'échange d'informations sur les études interlaboratoires;
- l'état d'avancement des travaux menés conjointement par l'AOAC, l'UICPA et l'ISO sur un protocole harmonisé devant régir les études interlaboratoires;
- les méthodes d'analyse et d'échantillonnage dont a besoin la Commission dans les domaines touchant aux questions générales et concernant des produits;
- les progrès de l'harmonisation de la terminologie dans le domaine des méthodes d'analyse et d'échantillonnage;
- les techniques de laboratoire brevetées par rapport à la méthodologie traditionnelle;
- proposition relative à la réorganisation de la RII;
- évaluation de la compétence des laboratoires.

41. Compte tenu des attributions nouvelles du CCMAS, la délégation du Royaume-Uni a estimé qu'il conviendrait de modifier le mandat de la Réunion interinstitutions. Appuyée par d'autres délégations, elle a aussi invité instamment les organisations internationales à clarifier leurs procédures afin d'éviter les doubles emplois et les atteintes aux droits d'auteur respectifs.

42. Le Comité a rendu hommage aux organisations représentées à la RII pour le soutien fourni à la Commission dans le domaine des méthodes d'analyse et d'échantillonnage.

RAPPORT INTERIMAIRE SUR L'ELABORATION D'UN PROTOCOLE HARMONISE VISANT A CONTROLER L'EFFICACITE DES ANALYSES DE LABORATOIRE (Point 10a) de l'ordre du jour)

43. Le Comité était saisi du document CX/MAS 92/8, présenté par la délégation du Royaume-Uni, auteur dudit document résumant le projet de protocole harmonisé UICPA/ISO/AOAC pour le contrôle de la compétence des laboratoires.

44. La délégation du Royaume-Uni a déclaré que les laboratoires devraient participer aux activités de contrôle des compétences et

qu'il importait que le Codex oeuvre dans ce domaine qui fait partie intégrante et est complémentaire des opérations de sélection et de confirmation des méthodes d'analyse validées pour contrôler l'application des dispositions des normes du Codex. Le projet révisé de ce protocole a été préparé compte tenu des observations formulées lors d'une réunion publique à Genève (mai 1991) et mis au point par un atelier tenu à Delft en mai 1992.

45. La délégation de la Hongrie a estimé qu'il faudrait introduire une procédure statistique dans la section 3.3.5 traitant des résultats "avérés". Pour la délégation de la Suède, lors de l'application d'un programme d'évaluation des compétences, il faudrait aussi s'efforcer d'améliorer la performance des laboratoires participants. La délégation de la France a déclaré que différentes procédures étaient suivies dans son pays pour l'évaluation des compétences et que les observations du CCMAS devraient être communiquées au Comité technique ISO TC 69 qui participera directement à l'élaboration d'un protocole de caractère plus général non strictement en rapport avec l'analyse des denrées alimentaires. La délégation de la Fédération russe a parlé des limites des valeurs z acceptables car, à son avis, il n'est pas indispensable de fixer la limite acceptable mentionnée dans la section 9 du document qui juge inacceptables les valeurs z supérieures à 3,0 en valeur absolue. Elle a aussi demandé s'il fallait prévoir une limite pour les déterminations interlaboratoires.

46. La délégation du Royaume-Uni a précisé que le document présenté était un résumé du projet de protocole établi à Delft et que la version finale publiée contiendrait une procédure statistique pour les résultats "avérés" et le calcul de la valeur z , et que les valeurs z inférieures à 2 seraient jugées satisfaisantes. Elle a souligné que l'évaluation des compétences concernait les procédures d'évaluation des laboratoires et non les méthodes d'analyse.

47. Le Comité a reconnu que la question devrait être examinée en priorité dans les travaux futurs du Codex et que les organisations internationales intéressées devraient être dûment informées des observations du Comité sur le protocole harmonisé, de manière que le CCMAS puisse examiner à sa prochaine session les développements futurs dans ce domaine.

RAPPORT INTERIMAIRE SUR L'EXAMEN DES METHODES NORMALISEES PAR LES ORGANISATIONS INTERNATIONALES (Point 10 b) de l'ordre du jour)

48. Le Comité était saisi du document CX/MAS 92/9 contenant le rapport intérimaire sur l'examen des méthodes normalisées par les organisations internationales, préparé par la délégation du Royaume-Uni, ainsi que l'avait demandé le Comité à sa dernière session.

49. La délégation du Royaume-Uni a fait observer que les diverses organisations internationales et nationales de normalisation avaient réalisé de nombreuses activités qui présentent de l'intérêt pour les délégués présents à la session du CCMAS; ces activités sont récapitulées dans le document précité.

50. On a noté que les renseignements contenus dans le document n'étaient pas complets; ils concernent les années 1991 et 1992 et il a fallu opérer un choix.

51. Il a aussi été dit au Comité que l'AOAC recueillerait pour le Codex des informations auprès des organisations internationales membres de la RII. D'autres organisations internationales ont fourni oralement des données qui ne figurent pas dans le rapport intérimaire. La délégation des Pays-Bas a appelé l'attention sur les directives élaborées pour la validation des méthodes d'analyse à l'échelon des laboratoires individuels avant l'examen des études interlaboratoires; ces directives pourront être soumises à l'UICPA et à l'AOAC pour examen et révision.

52. Le Comité a remercié la délégation du Royaume-Uni et a exprimé l'espoir d'être tenu informé des progrès futurs.

LIMITE DE DETERMINATION (Point 10c) de l'ordre du jour)

53. Le Comité était saisi du document CX/MAS 92/10 contenant les observations de la Fédération russe sur la limite de détermination dans les travaux interlaboratoires, et du document CX/MAS 92/10-Add.1 (document de séance N° 9) contenant la réponse de l'UICPA aux commentaires de la 17e session du CCMAS, ainsi que les observations des Etats-Unis. Le Secrétariat a rappelé que le Comité avait examiné cette question à sa dernière session et que ses observations au sujet d'un document préparé par l'UICPA avaient été transmises à cette organisation.

54. La délégation de la Fédération russe a rappelé que cette question était à l'étude depuis plusieurs années et a décrit les principaux éléments de sa proposition, en particulier l'introduction de la MQS, quantité minimum de substance à analyser (expression ISO/UICPA) qui peut être déterminée dans l'échantillon d'essai par une quelconque méthode de détermination des caractéristiques de sécurité. La délégation a estimé que cette question pourrait être examinée par l'UICPA.

55. La délégation des Etats-Unis a dit que le Comité devrait établir une définition acceptable. Elle a indiqué que l'UICPA avait préparé un projet sur la limite de détermination et a attiré l'attention du Comité sur les activités du Comité technique ISO en matière de statistiques dans ce domaine. Selon la délégation américaine, il existe déjà plusieurs définitions de la limite de détermination, mais il est difficile d'en trouver une qui soit satisfaisante. La délégation de l'Autriche a été du même avis et a déclaré que la limite de détermination pourrait être estimée au niveau des laboratoires grâce à une approche pratique plutôt que statistique et que les organisations internationales pourraient faciliter la solution du problème en fournissant des lignes directrices concernant non la définition mais l'estimation.

56. La délégation des Pays-Bas s'est dite contraire à l'adjonction de nouveaux critères pour la limite de détermination. La délégation du Royaume-Uni a déclaré que, comme il avait été indiqué durant les débats sur le point 9 de l'ordre du jour, on pourrait inviter l'UICPA à inclure une définition de la limite de détermination dans le protocole harmonisé du contrôle de la qualité dont elle a entrepris l'élaboration.

57. Le Comité est convenu de renvoyer la question à l'UICPA.

METHODES D'ANALYSE POUR LES AFLATOXINES - CRITERES PERMETTANT D'EVALUER DES METHODES ACCEPTABLES DE DETERMINATION DES AFLATOXINES

(Point 11 de l'ordre du jour)

58. Le Comité était saisi pour examen des documents CX/MAS 92/11 préparé par la délégation du Royaume-Uni, CX/MAS 92/11-Add.1, préparé par la délégation des Etats-Unis sur la fiabilité des essais sur les mycotoxines, CX/MAS 92/11-Add.2 rédigé par l'AOAC (liste de méthodes) et document de séance N° 11 contenant les observations de la Hongrie.

59. Lors de la présentation de son document, la délégation du Royaume-Uni a rappelé que le Comité était convenu à sa dernière session de dresser une liste de critères pour l'évaluation des méthodes acceptables. La délégation britannique a pris le dosage des aflatoxines comme exemple de cette approche, laquelle représente un fait nouveau et n'a pas pour objet d'imposer telle ou telle méthode; elle vise à établir des critères pour garantir l'acceptabilité des méthodes afin d'offrir à l'analyste de plus grandes possibilités de choix et de permettre une plus grande souplesse dans l'ensemble de la procédure.

60. Se référant au document sur la fiabilité du dosage des mycotoxines, la délégation des Etats-Unis a souligné que la procédure actuelle visait à limiter le nombre des méthodes disponibles à celles qui ont été pleinement validées. A son avis, les méthodes courantes ne sont parfois pas applicables à la détermination des concentrations maximales fixées par les normes, par exemple dans le cas de l'aflatoxine M_1 dans le lait. De très grandes variations s'observent dans le cas des faibles concentrations, par exemple 5 microgrammes/kg, et la fréquence des erreurs d'analyse, des résultats faussement positifs ou faussement négatifs est très élevée. De manière générale, il semble indispensable d'utiliser la procédure d'acceptation des méthodes qui ont été mises au point au cours de nombreuses années et ne devraient pas aujourd'hui être écartées.

61. Les délégations des Pays-Bas, de la Hongrie et de la Suède se sont dites favorables à l'approche suggérée par le Royaume-Uni, déclarant que les critères ne remplaceraient pas les méthodes actuelles et seraient suffisamment rigoureux pour restreindre le nombre des méthodes; en outre, ils seraient fort utiles pour les besoins analytiques.

62. La délégation du Royaume-Uni a proposé d'inclure ce point avec d'autres questions parmi les problèmes d'interaction avec d'autres comités du Codex dont s'occupera le Groupe de travail (Australie, Finlande, Etats-Unis).

63. Le Comité n'a pu parvenir à un accord sur cette question et il a été proposé que celle-ci soit réexaminée une fois que la Commission se sera prononcée sur le nouveau mandat. Le Président a indiqué que la question serait discutée plus en détail à la prochaine session du Comité.

CONFIRMATION DES METHODES D'ANALYSE FIGURANT DANS LES NORMES CODEX
(Point 7 de l'ordre du jour)

RAPPORT DU GROUPE DE TRAVAIL SUR LES METHODES D'ANALYSE
(Point 12 de l'ordre du jour)

64. Le Comité était saisi du document CX/MAS 92/5, contenant une liste complète des méthodes d'analyse à confirmer et préparé par le Secrétariat, et du document de séance N° 2 reproduisant le rapport du Groupe de travail sur la confirmation des méthodes d'analyse qui s'était réuni le 7 novembre 1992. Les pays membres et les organisations internationales ci-après étaient représentés: Canada, Finlande, France, Allemagne, Hongrie, Pays-Bas, Royaume-Uni, Etats-Unis, AOAC International, IFG et OIV.

65. Placé sous la présidence de M. W. Hortwitz (Etats-Unis), le Groupe de travail avait reçu le mandat suivant:

- a) examiner la confirmation des méthodes d'analyse des normes Codex énumérées dans le document Cx/MAS 92/5;
- b) examiner le document CX/MAS 92/14 concernant les méthodes d'analyse nécessaires dans les normes Codex afin que les membres du Groupe de travail puissent formuler des observations sur les méthodes nouvellement élaborées.

66. Le Groupe de travail a recommandé ce qui suit:

- a) lorsque le principe des méthodes d'analyse à l'étude a été modifié, les organisations internationales intéressées responsables de ces méthodes devraient changer complètement les références y relatives, et non pas seulement l'année;
- b) en ce qui concerne la méthode UICPA confirmée pour le dosage de la matière grasse du lait dans certains produits contenant des graisses végétales (CODEX STAN 157-1987), le Groupe de travail avait demandé à sa précédente session d'être informé du coefficient utilisé pour convertir l'acide butyrique en matière grasse du lait, car ce facteur n'était pas indiqué dans la méthode UICPA confirmée. Le Comité en cause a signalé au Groupe de travail qu'il existait un intervalle naturel pour la concentration de cet acide dans 100% de matière grasse du lait, mais qu'un coefficient de conversion de compromis de 3,6% avait été adopté par plusieurs services de confirmation. Le Groupe de travail a recommandé l'insertion d'une référence claire appropriée aux normes Codex;
- c) il faudrait examiner en séance plénière la manière dont le Comité devrait appliquer la procédure de confirmation des méthodes couramment utilisées pour le contrôle des produits mais n'ayant pas fait l'objet des études interlaboratoires requises pour une confirmation pleine et entière. Si la question ne peut être résolue en séance plénière, il est recommandé que l'on rédige une note à ce sujet qui sera examinée à la 19e session du CCMAS.

67. Le Groupe de travail a noté que plusieurs données étaient fournies au Secrétariat dans le document CX/MAS 92/14 devant être examiné dans le cadre du point 14 de l'ordre du jour.

68. Le Comité a examiné les documents de travail et le rapport du Groupe de travail et a noté que celui-ci avait confirmé plusieurs méthodes non accompagnées des résultats d'études interlaboratoires, les classant dans le type IV, compte tenu de leur utilisation pendant nombre d'années pour le contrôle des produits. Selon le Groupe de travail, cette procédure représente une solution à un problème récurrent dans le cas de beaucoup de méthodes. Plusieurs délégations ont estimé qu'il était urgent de clarifier cette partie des procédures Codex concernant la confirmation des méthodes et leur classification en quatre catégories. La délégation des Pays-Bas a proposé de participer à cette activité et déclaré qu'un document exhaustif sur ce point devrait être soumis à la prochaine session. Les délégations de l'Egypte, de la Hongrie, du Royaume-Uni et des Etats-Unis, ainsi que le représentant de l'IFG ont offert leur collaboration. Il a été convenu que le Secrétariat fournirait à la Commission des orientations sur des aspects particuliers de la question.

69. Le Comité a adopté le rapport du Groupe de travail et a décidé de joindre la liste des méthodes avec leur statut du point de vue de la confirmation en tant qu'Annexe V du présent rapport. Il a adressé ses remerciements à M. Horwitz ainsi qu'aux membres du Groupe de travail.

EXAMEN DES METHODES GENERALES D'ANALYSE POUR LES CONTAMINANTS DANS LES NORMES CODEX (Point 13a) de l'ordre du jour)

70. Le Comité était saisi des documents CX/MAS 92/12, CX/MAS 92/13 (document de séance N° 6), CX/MAS 92/12-Add.1 (document de séance N° 4), CX/MAS 92/12-13-Add.1 (document de séance N° 10) et CX/MAS 92/12-13-Add.2 (document de séance N° 12) contenant des observations sur la liste mise à jour de dix méthodes générales soumises à des études interlaboratoires, préparés par la délégation du Canada et transmis aux gouvernements (CL 1992/20-MAS) pour commentaires. Les pays suivants ont envoyé des observations au Comité: République fédérale tchèque et slovaque, Danemark, Egypte, Finlande, Hongrie, Pays-Bas, Pologne, Fédération russe, Suède, Suisse et Etats-Unis.

71. Le document CX/MAS 92/12-Add.1 (document de séance N° 4) contenait une liste de 69 méthodes et procédures ayant fait l'objet d'études interlaboratoires et de 674 références bibliographiques concernant des méthodes multi-éléments et/ou multi-dénrées non soumises à des études interlaboratoires. Les délégations ont été invitées à formuler des observations sur ces méthodes, ainsi que sur leur pertinence en tant que méthodes générales aux fins du Codex.

72. Le Comité a noté que les observations étaient en général favorables à l'acceptation des 10 méthodes ayant fait l'objet d'études interlaboratoires. La délégation de la Suisse a attiré l'attention sur les avantages de la digestion par micro-ondes et de la méthode d'incinération sous haute pression, ainsi que sur les inconvénients de l'utilisation de l'acide perchlorique et sur les risques de contamination (air, verrerie, etc.). La délégation de la

Hongrie a déclaré que la méthode de digestion par micro-ondes convenait pour la préparation d'échantillons homogènes aux fins du dosage d'éléments présents en concentrations relativement élevées.

73. Le Comité a prié la délégation du Canada de préparer pour sa prochaine session un document où les observations des gouvernements seraient rapportées à chacune des méthodes en cause, de manière qu'une décision puisse être prise quant à l'acceptation des méthodes d'analyse proposées.

METHODE GENERALE D'INCINERATION POUR LE DOSAGE DES METAUX LOURDS

(Point 13b) de l'ordre du jour)

74. Les pays ci-après ont envoyé des observations au sujet de la méthode sous rubrique en réponse à la circulaire CL 1992/20-MAS: Canada et Finlande (document CX/MAS 92/12-13, document de séance N° 6, partie b); Egypte, Pologne, Suède et Etats-Unis (document CX/MAS 92/12-13-Add.1(b), document de séance N° 10); Tchécoslovaquie et Hongrie (document de séance N° 11); Fédération russe (document de séance N° 12).

75. La délégation de la Fédération russe, se référant à ses commentaires, a rappelé les études faites dans ses laboratoires pour définir cette méthode générale et a proposé que le Comité l'adopte comme méthode de type I.

76. La délégation du Royaume-Uni a exprimé son appréciation pour les travaux réalisés en Russie, mais a soulevé un point général de procédure relatif à la confirmation des méthodes. La méthode générale d'incinération n'est en fait qu'une partie d'une méthode; or, le Comité peut seulement confirmer des méthodes complètes. La délégation des Pays-Bas a partagé cette opinion.

77. La délégation de la Pologne a souligné que le dosage du mercure exigeait une procédure spéciale et que ce fait devrait être mentionné dans la méthode proposée, compte tenu en particulier des graves problèmes de contamination des produits de la pêche par le mercure.

78. Tout en reconnaissant l'importance de cette contamination, la délégation de la Fédération russe a estimé que le dosage du mercure appelait une procédure spéciale. Elle a en outre expliqué qu'il s'agissait en l'occurrence d'une méthode préliminaire et, bien qu'elle n'ait pas fait l'objet d'études interlaboratoires, elle est généralement acceptée dans de nombreux pays.

79. Le Secrétariat a précisé que la définition d'une méthode générale serait compatible avec l'approche horizontale; toutefois, de nombreuses méthodes sont actuellement utilisées et il pourrait se révéler nécessaire d'appliquer des méthodes différentes pour des aliments différents en fonction des teneurs spécifiées pour les métaux lourds.

80. La délégation des Etats-Unis a déclaré qu'il appartenait au Comité de se prononcer sur le besoin de méthodes générales ou de méthodes spécifiques et, tout en notant les importants travaux réalisés dans la Fédération russe, elle a souligné qu'il s'agissait ici d'une méthode classique et que plusieurs pays utilisaient désormais des méthodes plus modernes. Elle a insisté sur le fait

qu'il fallait élaborer des méthodes en fonction non pas de fortes concentrations de métaux lourds, mais au contraire de concentrations faibles, notamment dans le cas du sélénium et du mercure.

81. Le Comité est convenu que les activités relatives aux méthodes d'analyse des métaux lourds devraient se poursuivre et que ces méthodes devraient être élaborées selon la procédure normale.

METHODES D'ANALYSE NECESSAIRES POUR LES NORMES CODEX ET QUI DOIVENT ETRE SOIT MISES AU POINT, SOIT VALIDEES (Point 14 de l'ordre du jour)

82. Le Comité était saisi du document CX/MAS 92/14 contenant une liste des dispositions des normes et directives Codex pour lesquelles il est nécessaire d'élaborer des méthodes d'analyse.

83. L'observateur de l'ICC a indiqué qu'une méthode avait été élaborée pour déterminer la granulométrie de la semoule et de la farine de blé dur et a proposé que son organisation participe aux activités dans ce domaine. L'observateur de l'IFG a informé le Comité que son organisation allait entreprendre des travaux en vue de fournir une méthode appropriée pour le dosage de la gliadine dans les aliments exempts de gluten. Il a aussi été noté que le CEN avait mis au point une méthode pour le dosage du miel dans les jus de fruits. La délégation des Pays-Bas a suggéré que le CEN soit invité à élaborer une méthode pour estimer la teneur en fruits des jus de fruits.

84. En réponse à une demande sur l'état d'avancement des travaux sur les valeurs indicatives concernant la concentration totale de mercure dans les poissons, le Secrétariat a rappelé que la Commission avait adopté les chiffres mentionnés dans le document CX/MAS 92/14 et que la définition des poissons prédateurs était à l'examen; dans ce domaine, le Comité aux termes de son mandat, n'est compétent qu'en ce qui concerne la définition des méthodes.

CRITERES VISANT A LIMITER LE NOMBRE DE RESULTATS FAUSSEMENT POSITIFS ET FAUSSEMENT NEGATIFS POUR LES ANALYTES A PROXIMITE DE LA LIMITE DE DETERMINATION (Point 15 de l'ordre du jour)

85. Le Comité était saisi du document CX/MAS 92/15 (document de séance N° 7) préparé par la délégation des Pays-Bas.

86. M. W.G. de Ruig a présenté le document et expliqué que, par suite d'erreurs, les échantillons évalués pouvaient être classés en quatre catégories: vrais positifs, vrais négatifs, faux positifs et faux négatifs. L'objectif du document est de présenter une approche qui aide à mieux comprendre le risque de résultats erronés.

87. M. de Ruig a indiqué que, grâce à une analyse de la distribution statistique des résultats faussement positifs et faussement négatifs, il est possible d'établir une relation entre précision et décision d'inspection et de saisir l'importance de la prise de décision.

88. La délégation de la Fédération russe, appuyée par plusieurs autres pays, a souligné l'importance de ce document pour l'inspection et le contrôle interlaboratoires. La délégation des Etats-Unis a

insisté sur l'importance du document pour les études interlaboratoires et a proposé que ce texte soit transmis à l'UICPA pour examen.

89. Le Comité a exprimé ses remerciements à M. de Ruig pour l'excellence du document qui sera fort utile pour la qualité des procédures d'inspection et pour les études interlaboratoires.

TRAVAUX FUTURS (Point 16 de l'ordre du jour)

90. Le Comité a noté que l'ordre du jour de sa prochaine session comprendrait les sujets suivants:

- Examen des procédures de confirmation des méthodes d'analyse;
- Examen des relations de travail entre le CCMAS et d'autres comités du Codex;
- Plans d'échantillonnage;
- Confirmation des méthodes d'analyse figurant dans les normes Codex - rapport du Groupe de travail sur les méthodes d'analyse;
- Recommandations visant une liste des informations requises afin d'évaluer les méthodes d'analyse;
- Rapport de la 10e Réunion interinstitutions;
- Méthodes d'analyse des aflatoxines;
- Examen des méthodes d'analyse des contaminants;
- Méthodes d'analyse et procédures nécessaires pour les normes Codex et qui doivent être soit mises au point, soit validées;
- Nouveaux critères pour l'évaluation des méthodes d'analyse acceptables aux fins du Codex; et
- Protocole harmonisé pour l'évaluation des compétences en matière d'analyses de laboratoire.

AUTRES QUESTIONS (Point 17 de l'ordre du jour)

91. Au cours des débats sur les points 8 et 9 de l'ordre du jour, le Comité était convenu d'établir un Groupe de travail *ad hoc* comprenant l'Australie (Président), la Finlande et les Etats-Unis qui devait étudier comment définir et établir des relations de travail entre le CCMAS et d'autres comités du Codex en ce qui concerne les méthodes d'analyse et d'échantillonnage. M. Dahl, Président du Groupe de travail, a présenté au Comité son rapport et ses recommandations.

92. Le Groupe a identifié un certain nombre de domaines où il faudrait intervenir pour garantir l'application de l'approche horizontale aux méthodes d'analyse et d'échantillonnage:

1. Critères utilisés pour la confirmation des méthodes
2. Plans d'échantillonnage
3. Classification/typage des méthodes
4. Format des méthodes.

93. Le Groupe de travail a noté que la liste des informations approuvée par le Comité lors de l'examen du point 9 de l'ordre du jour (CX/MAS 92/7) énonçait les critères d'acceptation requis. Il a reconnu que, en règle générale, les méthodes d'analyse et les plans d'échantillonnage des normes Codex devraient être examinés par le CCMAS afin d'assurer la cohérence des activités de tous les comités dans ce domaine, sans préjudice des responsabilités spécifiques des autres comités pour les questions techniques. En ce qui concerne le format des méthodes, le Groupe est convenu qu'il faudrait appliquer de façon générale le format ISO (Norme ISO 78-2: 1982, Schéma des normes - Partie 2: Norme pour les analyses chimiques).

94. Dans cette perspective, le Groupe de travail a formulé les recommandations suivantes:

Recommandations 1

Recommander à la Commission d'informer tous les organes subsidiaires relevant de l'Article IX-1(i) que:

- a) le CCMAS leur fournira une liste des informations nécessaires pour l'évaluation des méthodes d'analyse;
- b) le CCMAS fournit des avis et des conseils concernant l'application des critères d'acceptation ainsi que le choix des méthodes;
- c) de leur côté, les organes subsidiaires du Codex devraient:
 - i) informer le CCMAS de toutes les méthodes d'analyse et de tous les plans d'échantillonnage en cours d'élaboration;
 - ii) présenter pour confirmation toutes les nouvelles méthodes d'analyse et tous les nouveaux plans d'échantillonnage.

Recommandation 3

Le CCMAS devrait envisager des procédures pour l'approbation des méthodes d'analyse entre ses sessions, notamment en recourant au courrier électronique et aux télécopieurs.

Recommandation 4

- a) Le protocole pour la conception, la conduite et l'interprétation des études (interlaboratoires) sur la performance des méthodes, tel qu'il a été développé dans l'Annexe II du document CX/MAS 92/7 devrait être transmis à l'UICPA pour qu'elle examine les amendements apportés;

- b) La liste figurant au début du document CX/MAS 92/7, de même que les critères d'acceptation proposés et le projet de directives à l'usage des comités du Codex en ce qui concerne les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (CX/MAS 92/7, p. 22-23), devraient être joints au rapport de la présente session (ALINORM 93/23).

95. L'observateur de l'AOAC a signalé que le Comité avait déjà accepté les dispositions de la Recommandation 4 lors de l'examen du point 9 de l'ordre du jour.

96. Les délégations ont appuyé les propositions du Groupe de travail et le Comité a approuvé les recommandations. Le Comité a noté que ces recommandations seront portées à l'attention de la 20e session de la Commission (juillet 1993).

97. La délégation des Etats-Unis a suggéré que le protocole amendé sur les études interlaboratoires soit communiqué à l'UICPA avant l'assemblée générale, de manière que cette organisation soit autorisée à s'occuper du protocole. Cette question sera aussi examinée par la dixième Réunion interinstitutions qui siégera avant la prochaine session du CCMAS.

DATE ET LIEU DE LA PROCHAINE SESSION (Point 18 de l'ordre du jour)

98. Le Comité a été informé que sa dix-neuvième session se tiendrait à Budapest, selon toute vraisemblance au début du mois de novembre 1994.

| Sujet | Mesure à prendre par: | Référence (ALINORM 93/23) |
|---|--|---------------------------|
| Directives pour l'échantillonnage | Secrétariat du Codex | par. 20-27 |
| Nouveau mandat du Comité | Commission | par. 28-30 |
| Méthodes d'analyse pour les additifs dans les aliments | Secrétariat du Codex | par. 31-32 |
| Liste d'informations nécessaires pour évaluer les méthodes d'analyse et les directives à l'usage du CCMAS | Commission | par. 34-39 |
| Protocole harmonisé pour contrôler l'efficacité des analyse de laboratoire | Organisations internationales intéressées CCMAS | par. 40-47 |
| Limite de détermination | UICPA Secrétariat du Codex | par. 53-57 |
| Critères concernant l'acceptabilité des méthodes d'analyse | Secrétariat du Codex Commission | par. 58-63 |
| Procédures Codex pour la confirmation des méthodes et leur classification | Secrétariat du Codex Groupe de travail | par. 68 |
| Examen des méthodes générales d'analyse pour les contaminants | Canada Secrétariat du Codex Gouvernements | par. 70-73 |
| Méthodes d'analyse nécessaires pour les normes Codex | Secrétariat du Codex Organisations internationales intéressées Gouvernements | par. 82-84 |

ALINORM 93/23
ANNEXE I

LIST OF PARTICIPANTS ¹
LISTE DES PARTICIPANTS
LISTA DE PARTICIPANTES

Chairman: Dr. P. Biacs
Président: Professor, General Director
Presidente: Central Food Research Institute
Herman Ottó ut 15
H-1022 Budapest, Hungary

Secretary: Dr. P. Molnár
Secrétaire: Professor, Head of Food Quality Centre
Secretaria: Central Food Research Institute
Herman Ottó ut 15
H-1022 Budapest, Hungary

¹ The Heads of Delegations are listed first; alternates, advisers and consultants are listed in alphabetical order.
Les chefs de délégation figurent en tête et les suppléants, conseillers et consultants sont énumérés par ordre alphabétique.
Figuran en primer lugar los Jefes de las delegaciones, los Suplentes, Asesores y Consultores aparecen por orden alfabético.

MEMBER COUNTRIES
PAYS MEMBRES
PAISES MIEMBROS

AUSTRALIE
AUSTRALIE

Dr. C. Dahl
Government Analyst
Australian Government Analytical
Laboratories
P.O. Box 65,
Belconnen, A.C.T.2616
Australia

Mrs. B. Lee
Chief
Accreditation and Contaminants
Laboratory Services Division
Central Experimental Farm
Building No. 22
Ottawa, Ontario K1A 0C6
Canada
Tel. 613.995.4907
Fax. 613.992.5819

AUSTRIA
AUTRICHE

Dr. R. Kapeller
EA für Lebensmitteluntersuchung
Bürgerstrasse 47
A-4020, Linz
Austria

CZECH-SLOVAK FEDERAL REPUBLIC
REP. FED. TSCHEQUE ET SLOVAQUE
REP. FED. CHECA Y ESLOVACA

J. Barvir
Dipl. Chemist
Czech Agriculture and Food
Inspection
J. Plachty 16
151 18 Prague 5
Czech-Slovak F.R.

CANADA

Mr. J. Lawrence
Food Research Division
Health Protection Branch
Health and Welfare Canada
Sir Frederick Banting Building
Ottawa, Ontario KIA 0L2
Canada
Tel. 613.957.0946
Fax. 613.957.4775

Dr. J. Kalas
Head of Lab Dept.
Slovak Agricultural and Food
Inspection
Podjavorinskej 4
81549 Bratislava
Czech-Slovak F.R.

DENMARK
DANEMARK
DINAMARCA

K. Orbaek
Senior Scientific Officer
National Food Agency of Denmark
Morkhøj Bygade 19
DK-2860 Soborg
Denmark

EGYPT
EGYPTE
EGIPTO

Dr. A. Abdelkader
Sector of Quality Control
S.S.D.E.
12 Gawad Hasni st.
Cairo
Egypt

Dr. Salwa Dogheim
Chief Researcher
Central Agricultural Pesticides
Laboratory
Cairo
Egypt
Tel. 360.1395
Fax. 360.2209

FINLAND
FINLANDE
FINLANDIA

Mrs. H. Wallin
Senior Research Scientist
VTT/Food Research Laboratory
P.O. Box 203
SF-02151 Espoo
Finland
Tel. 358.0.4561
Fax. 358.0.455.2103

Mrs. P.L. Penttilä
Senior Research Scientist
National Food Administration
P.O. Box 5
SF-00531 Helsinki
Finland

FRANCE
FRANCIA

J.B. Bourguignon
Président
Commission Générale d'Unification
des Méthodes d'Analyse
Ministère des Finances
D.G.C.C.R.F.
Carré Diderot
3-5 Boulevard Diderot
75572 Paris Cedex 12
France

Ms. N. Normand
Association Française de
Normalisation
Tour Europe - Cédex 7
92049 Paris La Défense
France

GERMANY
ALLEMAGNE
ALEMANIA

Dr. W. Sanitz
Lebensmittel-Technologe
Bundesgesundheitsamt
Thielallee 88-92
D-1000 Berlin 33
Germany

Dr. J. Hild
Ltd. Chem. Direktor
Chem. Research Institute
Pappelstrasse 1
D-W-5800 Hagen
Germany

HUNGARY
HONGRIE
HUNGRIA

Dr. M. Váradi
Scientific Deputy Director
Central Food Research Institute
Herman Ottó út 15
H-1022 Budapest
Hungary

Ms. I. Boros
Chemical Eng.
National Food Investigation
Institute
Mester u. 81
H-1095 Budapest
Hungary

Dr. J. Domoki
Head of Department
National Institute of Food Hygiene
and Nutrition
Gyáli út 3/A
H-1097 Budapest
Hungary

Dr. A. Gergely
Head of Trace Element Department
National Institute of Food Hygiene
and Nutrition
Gyáli út 3/A
H-1097 Budapest
Hungary

Dr. M. Harkay-Vinkler
Ass. Professor
Universite Horticulture
Somlói út 14/16
H-1118 Budapest
Hungary

Dr. K. Matyasovszky
Head of Department
National Institute of Food Hygiene
and Nutrition
Gyáli út 3/A
H-1097 Budapest
Hungary

Dr. F. Örsi
Professor
P.O. Box 91
H-1502 Budapest
Hungary

Dr. K. Soós
Consultant
National Institute of Food Hygiene
and Nutrition
Gyáli út 3/A
H-1097 Budapest
Hungary

Dr. É. Szalánczy
Ass. Head of Laboratory
Malomkutató Kft.
Kisrökus u. 15/B
H-1024 Budapest
Hungary

T. Szerdahelyi
Senior Officer
Ministry of Agriculture
Department of Quality Control
Kossuth tér 11
H-1860 Budapest
Hungary

Dr. M. Tóth-Markus
Chemist
Ujvidék tér 7
H-1145 Budapest
Hungary

JAPAN
JAPON

H. Watanabe
Chief
Research Planning Section
Technical Research Division
Center for Quality Control
and Consumer Service
4-4-7, Konan, Minato-ku
Tokyo
Japan

LEBANON
LIBAN
LIBANO

Dr. C. Hilan
Director of FAO Project "Food Hygiene"
Agricultural Research Institute
Beirut
Lebanon

NETHERLANDS
PAYS-BAS
PAISES BAJOS

Mr. W.J. de Koe
Ministry of Welfare, Health and
Cultural Affairs
Inspectorate for Health Protection
P.O. Box 5406
2280 H.K. Rijswijk
Netherlands

Dr. W.G. de Ruig
State Institute for Quality Control
of Agricultural Products
Postbus 230
6700 AE Wageningen
Netherlands
Tel. 31.70.340.6960
Fax. 31.70.340.5435

Mr. H.A. van der Schee
Ministry of Welfare, Health and
Cultural Affairs
Regional Inspectorate for Health
Protection
Hoogte Kadijk 401
1018 BK Amsterdam
Netherlands
Tel. 020.23.75.25
Fax. 020.20.82.99

Dr. F. Smeets
Adviser
Commission for the Dutch Food
and Agricultural Industry
Unilever Research Laboratory
P.O. Box 114
3130 AC Vlaardingen
Netherlands

NORWAY
NORVEGE
NORUEGA

Mr. P.A. Rosness
Assistant Director General
Norwegian Food Control Authority
P.O.Box 8187
N-0034 Oslo
Norway

Mr. A. Vidnes
Norwegian Food Control Authority
P.O.Box 8187 Dep.,
N-0034 Oslo
Norway

POLAND
POLOGNE
POLONIA

Dr. K. Cwiek-Ludwicka
Food Analyst
National Institute of Hygiene
24 Chocimska Str.
00-791 Warsaw
Poland

Dr. E. Dunajski
Head of Laboratory
Quality Inspection Office
Ministry of Foreign Economic
Relations
8/12 Al. Pitsudskiego
81-378 Gdynia
Poland

Dr. R. Jedrzejczak
Food Analyst
Institute of Biotechnology of the
Agriculture and Food Industry
Rakowiecka 36
02-532 Warsaw
Poland

Dr. S. Tyszkiewicz
Professor, Head of Dept.
Meat and Fat Research Institute
Rakowiecka 36
02 532 Warsaw
Poland

RUSSIAN FEDERATION
FEDERATION RUSSE
FEDERACION RUSA

I. Ikurikhin
Head of Laboratory
of Institute of Nutrition
Russian Academy of Medical Sciences
Ustinsky proesa 2/14
109240 Moscow
Russian Federation

Dr. I.M. Skurikhin
Professor
Head of Laboratory of Food Chemistry
Institute of Nutrition
Academy of Medical Sciences of
the Russian Federation
2/14 Ustinsky Proezd
109240 Moscow
Russian Federation

SWEDEN
SUEDE
SUECIA

Dr. U. Edberg
Head of Laboratory
National Food Administration
Statens Livsmedelsverk Kem 2
P.O. Box 622
S-751 26 Uppsala
Sweden

Mrs. E. Lönberg
Codex Coordinator
National Food Administration
P.O. Box 622
S-751 26 Uppsala
Sweden

SWITZERLAND
SUISSE
SUIZA

Dr. R. Gerber
Section Head
Federal Office of Public Health
Haslerstrasse 16
CH-3000 Bern 14
Switzerland

Mr. P. Rossier
Head of Delegation
Federal Office of Public Health
Haslerstrasse 16
CH-3000 Bern 14
Switzerland

Mr. P. Venetz
NESTEC S.A.
Quality Management Department
55 Av Nestlé
CH-1800 Vevey
Switzerland

THAILAND
THAÏLANDE
TAILANDIA

P. Boriboon
Medical Scientist
Food Analysis Division
Dept. of Medical Science,
Yod-Se
Bangkok 10100
Thailand
Tel. 223.1444

S. Liamrangsi
Director
Food Hygiene Division
Health Department
10200 Bangkok
Thailand

T. Somsakul
Scientist
Standard Analysis Division
Department of Foreign Trade,
Ministry of Commerce
10200 Bangkok
Thailand

S. Srikongsri
Scientist
Biological Science Division
Ministry of Science,
Technology and Environment
Rama 6 Rd
10400 Bangkok
Thailand

N. Thongtan
Director
Agricultural Chemistry Division
Ministry of Agriculture and
Cooperatives
10900 Bangkok
Thailand

P. Traipuech
Scientist
Ministry of Commerce
Standard Analysis Division
10200 Bangkok
Thailand

UNITED KINGDOM
ROYAUME-UNI
REINO UNIDO

Mr. E.B. Reynolds
Public Analyst
83, Heavitree Road
Exeter, EX1 2ND
United Kingdom

Dr. R. Wood
Head of Department
Ministry of Agriculture,
Fisheries and Food
Food Science Laboratory
Colney Lane
Norwich NR4 7U
United Kingdom

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

Dr. G.W. Diachenko
Chief, Food Formulation Branch
Center for Food Safety and Applied
Nutrition (HFF-413)
Food and Drug Administration
200 C Street, S.W.
Washington, D.C. 20204, U.S.A.
Tel. 202.205.4319
Fax. 202.205.5025

Mr. E. Elkins Jr.
Principal Research Scientist
National Food Processors Association
1401 New York Avenue, N.W.
Suite 400
Washington, D.C. 20005, U.S.A.

Mr. W. Franks
Deputy Director
Science Division
Agricultural Marketing Service
U.S. Department of Agriculture
Room 3522, South Building
Washington, D.C. 20250, U.S.A.
Tel. 202.720.3075
Fax. 202.720.6496

Dr. W. Horwitz
Scientific Advisor
Center for Food Safety and Applied
Nutrition (HFF-7)
Food and Drug Administration
200 C Street S.W.
Washington, D.C. 20204, U.S.A.
Tel. 202.205.4307
Fax. 202.205.5205

Mrs. I. Kamishlian
Manager, Conc. Quality Programs
The Coca-Cola Company
P.O.Box 1734
Atlanta, GA 30301, U.S.A.

Dr. A.P. Rainosek
Professor of Statistics
National Marine Fisheries Service
University of South Alabama
Mobile, AL 36688
U.S.A.

Mrs. J. Springer
Director, Division of Mathematics
Center For Food Safety and Applied
Nutrition (HFF-100)
Food and Drug Administration
200 C Street, S.W.
Washington, D.C. 20204, U.S.A.
Tel. 202.205.5051
Fax. 202.205.5354

OBSERVER COUNTRY
PAYS OBSERVATEUR
PAIS OBSERVADOR

SLOVENIA
SLOVENIE
ESLOVANIA

Dr. I. Koren
Food Technology
Fructal Tovarniska
65270 Ajdovscina
Slovenia

D. Zavrnik
Specialist in Sanitary Chemistry
University Institute of Public Health
and Social Welfare
Trubarjeva 2
61000 Ljubljana
Slovenia

INTERNATIONAL ORGANIZATIONS
ORGANISATIONS INTERNATIONALES
ORGANIZACIONES INTERNACIONALES

AOAC INTERNATIONAL

Mr. R.R. Christensen
Executive Director
AOAC International
2200 Wilson Blvd., Suite 400
Arlington, VA 22201-3301, U.S.A.

Mrs. M. Lauwaars
European Representative
AOAC International
P.O. Box 153
6720 AD Bennekom
Netherlands

EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION

Mr. M. Jeanson
Technical Officer
Rue de Stassart 36
B-1050 Brussels
Belgium

COMITE INTERNATIONAL PERMANENT
CONSERVE CIPC

Mr. Y. Michelon
Secretary-General
44 rue d'Alésia
75014 Paris
France

EUROPEAN COMMUNITIES (EC)

Dr. G. Verardi
Principal Administrator
Directorate General
for Internal Market and
Industrial Affairs
200 Rue de la Loi
1049 Bruxelles
Belgium

INTERNATIONAL ASSOCIATION FOR
CEREAL SCIENCE AND TECHNOLOGY

Dr. Á. Mosonyi
Scientific Expert
Malomipari Kutató és Fejlesztő Kft.
Kis Rókus u. 15b
H-1024 Budapest
Hungary

INTERNATIONAL DAIRY FEDERATION (IDF)

Mr. E. Hopkin
Secretary General
41 Square Vergote
1040 Brussels
Belgium

**INTERNATIONAL FEDERATION OF GLUCOSE
MANUFACTURERS (IFG)**

Dr. B. Whitehouse
Quality Assurance Manager
Cerestar SA/NV
Havenstraat 84
B-1800 Bruxelles
Belgium
Tel. 322.254.2605
Fax. 322.254.2604

**INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR
STANDARDIZATION (ISO)**

Mr. G. Castan
Expert
8 rue de Varize
75016 Paris
France

Mr. K.G. Lingner
Technical Group Manager
Planning and Technical Coordination
ISO Central Secretariat
1, Rue de Varembe
CH-1211 Geneva 20
Switzerland

Mrs. E. Nagy
Secretary of ISO/TC 34
Hungarian Office for Standardization
Secretariat of ISO/TC 34
"Agricultural Food products"
Üllői út 25
H-1095 Budapest
Hungary

MARINALG INTERNATIONAL

Mr. J.J. Piot
Adviser
Association Mondiale des Producteurs
d'Extraits d'Algues Marines
World Association of Seaweed Processors
85, Bd Haussmann
75008 Paris
France

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

Mrs. H. Wallin
Secretary General
VTT/Food Research Laboratory
P.O. Box 203
SF-02151 Espoo
Finland

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

Dr. B. Mandrou
Professor
Faculté de Pharmacie
34060 Montpellier Cedex 1
France

**JOINT FAO/WHO SECRETARIAT
SECRETARIAT CONJOINT FAO/OMS
SECRETARIA CONJUNTO FAO/OMS**

Dr. Enrico Casadei
Food Standards Officer
Joint FAO/WHO Food Standards
Programme
FAO
Via delle Terme di Caracalla
00100 Rome
Italy

Ms. Selma Doyran
Food Standards Officer
Joint FAO/WHO Food Standards
Programme
FAO
Via delle Terme di Caracalla
00100 Rome
Italy

**RECOMMANDATIONS CONCERNANT UNE LISTE D'INFORMATIONS REQUISES POUR
EVALUER LES METHODES D'ANALYSE SOUMISES POUR CONFIRMATION
AU COMITE DU CODEX SUR LES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE**
(Texte préparé par la délégation des Etats-Unis)

Le rapport de la dix-septième session du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage signalait que la délégation des Etats-Unis avait accepté de revoir les observations des gouvernements sur les deux premiers protocoles de l'Union internationale de chimie pure et appliquée (UICPA) et de préparer un projet de liste révisé à soumettre pour examen à la dix-huitième session. Les pays suivants ont formulé des commentaires: Cuba, Finlande, Mexique, Pologne et Thaïlande. La plupart de ces observations étaient de caractère rédactionnel ou concernaient des points de traduction et les excellentes suggestions avancées ont été prises en compte dans la préparation des versions révisées jointes. Mme Harriet Wallin (délégation de la Finlande) a collaboré à la rédaction/révision de ces documents.

Les documents révisés ci-après et leurs appendices sont présentés en tant que guides pratiques pour la soumission par les comités du Codex de méthodes d'analyse et de la documentation y afférente que le CCMAS devra examiner et confirmer:

RECOMMANDATIONS CONCERNANT UNE LISTE D'INFORMATIONS REQUISES
POUR EVALUER LES METHODES D'ANALYSE SOUMISES POUR CONFIRMATION
AU COMITE DU CODEX SUR LES METHODES D'ANALYSE ET
D'ECHANTILLONNAGE
(Révision de l'Annexe III du document ALINORM 91/23)
Appendice 1: Exemple de tableau rempli

ANNEXE 1: PROTOCOLE POUR LA CONCEPTION, LA CONDUITE ET
L'INTERPRETATION DES ETUDES (INTERLABORATOIRES) SUR LA
PERFORMANCE DES METHODES - PROTOCOLES UICPA HARMONISES 1987

Appendice 1: Symboles
Appendice 2: Définitions
Appendice 3: Valeurs critiques pour les tests de Cochran
et de Grubbs; calcul des valeurs aberrantes
du test de Cochran et du test de Grubbs
Appendice 4: Marche à suivre pour l'élimination des
valeurs aberrantes

ANNEXE 2: CRITERES D'ACCEPTATION

Eu égard à leur longueur, le CCMAS souhaitera peut-être indiquer les références des protocoles, et/ou de leurs versions amplifiées, publiés par des organismes de normalisation plutôt que de les reproduire intégralement.

[Note rédactionnelle: Les passages soulignés et en caractère gras dans le texte (les titres de l'original sont déjà soulignés indiquent les adjonctions faites au précédent projet. Certaines sections (signalées par un astérisque *) ont été révisées afin d'être rendues conformes au Protocole UICPA-1987, Annexe 1.]

RECOMMANDATIONS CONCERNANT UNE LISTE D'INFORMATIONS REQUISES POUR EVALUER LES METHODES D'ANALYSE SOUMISES POUR CONFIRMATION AU COMITE DU CODEX SUR LES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE

TYPE D'INFORMATIONS A FOURNIR POUR EXAMEN AU COMITE DU CODEX SUR LES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE

1. **FORME DU RAPPORT**

1.1 **INFORMATION D'IDENTIFICATION**

1.1.1 Comité du Codex responsable

Comité du Codex demandant la confirmation, pour référence et transmission.

1.1.2 Norme Codex et statut

Référence au produit spécifique envisagé, avec son statut du point de vue de la confirmation et un renvoi à l'endroit où il figure dans la documentation du Codex.

1.1.3 Substance à analyser ou propriété

Le composant, le constituant ou la propriété (**chimique, physique, microbiologique**) qu'il convient de mesurer et à l'égard duquel (ou de laquelle) il existe une prescription de limite ou de spécification dans la norme correspondante.

1.1.4 Spécification ou limite Codex

Spécification, limite, tolérance ou directive spécifique qui figure dans la norme et qui permet de faire le départ entre substance acceptable et substance inacceptable.

1.1.5 Méthode d'analyse

a) Titre et principe - Enoncé de la méthode d'analyse comprenant un résumé des principes d'isolement et/ou de mesure.

b) Limite de détection, limite de détermination ou intervalle applicable (selon le cas).

c) Classification (Type - La classification de la méthode comme indiqué dans le Manuel de procédure de la Commission du Codex Alimentarius, pp. 139-140, tel qu'amendé par la Commission en 1991 (Réf. ALINORM 91/21 ou ALINORM 91/23, par. 43):

| | |
|-------------------------------------|------------|
| Méthodes-critères | (Type I) |
| Méthodes de référence | (Type II) |
| Méthodes de remplacement approuvées | (Type III) |
| Méthodes provisoires | (Type IV) |

d) Référence à la source de la méthode d'analyse. Renvoi à la documentation bibliographique indiquant l'ouvrage scientifique ou technique, le document du Codex ou le numéro de référence interne de l'organisation nationale ou internationale, selon le cas. La référence fournie doit permettre de retrouver les documents originaux dans lesquels est examinée l'application de la méthode à la substance ou au produit à analyser.

1.2 CONCEPTION, CONDUITE ET COMPTE RENDU D'UNE ETUDE INTERLABORATOIRES PRATIQUÉE EN VUE D'APPUYER LA CONFIRMATION DE LA METHODE

La conception et la conduite de l'étude interlaboratoires de la méthode doivent suivre les principes énoncés dans le Protocole UICPA harmonisé 1987 concernant la conception, la conduite et l'interprétation des études interlaboratoires (voir Annexe 1, provenant de la référence 1).

1.2.1 Référence bibliographique à l'étude interlaboratoires
Notamment renvoi à l'étude interlaboratoires publiée, sous forme de référence bibliographique, cote du document du Codex ou numéro de référence interne de l'organisme national ou international, selon le cas. Fournir des renseignements suffisants pour qu'un bibliothécaire puisse obtenir le document référencé directement auprès de la revue scientifique, par prêt interbibliothèques ou en s'adressant à l'organisme dont il émane.

1.2.2 Conception
Indiquer le nombre de substances, de laboratoires, de dosages, de répliques et d'épreuves utilisés. Si ce nombre varie selon les substances, on pourra être amené à prévoir dans le tableau une ligne distincte pour l'information sujette à variation.

1.2.3 Identification et composition des substances
Les substances seront indiquées en tête des colonnes d'un tableau de données, notamment dans le cas des informations prévues aux alinéas 1.2.4 à 1.2.8.

1.2.4 *Élimination des valeurs aberrantes*
Indiquer le nombre de laboratoires restants après élimination des valeurs aberrantes et/ou le pourcentage des valeurs aberrantes qu'il a fallu rejeter pour obtenir les paramètres de précision indiqués en 1.2.8. Si aucune valeur aberrante n'a été rejetée, on notera 0. On indiquera le ou les numéros d'identification des laboratoires écartés de manière à noter le biais systématique cohérent qui pourrait éventuellement être imputable à tel ou tel d'entre eux.

1.2.5 Concentration de la substance à analyser ou valeur d'une propriété
Indiquer si elle est connue ou supposée. Si elle est systématiquement la même, on pourra la faire figurer dans l'identification de la substance, 1.2.3.

1.2.6 Moyenne observée et unités

On donnera la valeur moyenne observée pour chaque substance, en indiquant les unités dans la rangée voulue. Si le nombre de répliques signalé par chaque laboratoire n'est pas le même, on utilisera la moyenne de chaque laboratoire pour faire la moyenne et éviter ainsi d'avoir à pondérer les résultats.

1.2.7 Récupération

Indiquer le pourcentage de récupération si la quantité de substance est connue ou supposée.

1.2.8 Paramètres de précision

a) Répétabilité (intralaboratoire), écart-type s_r en utilisant les mêmes unités que pour la moyenne. Ecart-type relatif de répétabilité ($s_r \times 100/\text{moyenne}$).

Limite de répétabilité ($2,8 \times s_r$).

b) Reproductibilité (interlaboratoires, y compris la reproductibilité intralaboratoire), écart-type, s_R , en utilisant les mêmes unités que pour la moyenne.

Ecart-type relatif de reproductibilité ($s_R \times 100/\text{moyenne}$).

Limite de reproductibilité ($2,8 \times s_R$).

Indiquer les paramètres de précision 1) avec tous les résultats valables et 2) avec les valeurs aberrantes éliminées. Ne pas inclure les données des laboratoires qui n'ont pas appliqué la méthode, qui ont signalé des problèmes en rapport avec les instruments ou les colonnes, dont les paramètres de compatibilité avec le système ne correspondent pas aux spécifications ou qui ont noté un comportement aberrant similaire.

Les écarts-types doivent être obtenus substance par substance. En règle générale, les écarts-types relatifs constituent, dans le domaine de l'analyse des produits alimentaires, les paramètres de précision les plus parlants dans la mesure où ils sont souvent constants pour une large gamme de concentrations. Il faut bien savoir que l'écart-type relatif interlaboratoires ne s'obtient pas en calculant l'écart-type de l'ensemble des données concernant une substance (sauf lorsqu'on ne pratique que des dosages uniques); il s'obtient par "analyse simple de la variance", comme indiqué dans la partie Steiner du Manuel de statistique de l'AOAC ou dans ISO 5725, Section 7.2b).

Les limites de répétabilité et de reproductibilité indiquent jusqu'à quel degré l'analyste doit se vérifier lui-même (répétabilité), ainsi qu'un autre analyste d'un autre laboratoire (reproductibilité): dans les deux cas, leurs résultats doivent concorder dans 19 analyses sur 20 portant sur le même échantillon.

On trouvera à L'Appendice 1 un exemple de tableau rempli contenant les informations prévues en 1.2.1-1.2.8.

2. NOTES

(Renseignements supplémentaires, exceptions, et motifs de dérogation aux recommandations.)

- 2.1 Références à la même méthode confirmée pour d'autres normes Codex.
- 2.2 S'il existe une méthode Codex pour cette substance ou cette propriété dans le cas d'un produit différent mais que cette méthode n'est pas recommandée pour la norme de produit envisagée, indiquer les raisons pour lesquelles on n'a pas utilisé la méthode précédemment employée et pour lesquelles on a été amené à recourir à une méthode différente pour ce produit ou ce niveau de concentration.
- 2.3 S'il existe une méthode Codex générale pour cette substance ou cette propriété et qu'elle ne soit pas utilisée dans cette norme, indiquer les raisons pour lesquelles on n'a pas employé la méthode générale.
- 2.4 Donner les raisons des modifications éventuellement apportées à la méthode précédemment utilisée ou confirmée pour d'autres produits ou à la méthode générale.

3. REFERENCES

Horwitz, W. (1988) Protocol for the Design, Conduct and Interpretation of Collaborative Studies, Pure and Appl. Chem. 60, 855-864.

Youden, W.J. & Steiner, E.H. (1975) Statistical Manual of the AOAC. AOAC International, Washington, D.C., Etats-Unis.

Organisation internationale de normalisation (ISO). Norme internationale 5725:1986. Précision des méthodes d'analyse - Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'analyse normalisée au moyen de tests interlaboratoires. Disponible auprès de l'ISO, Genève, Suisse et des organisations nationales de normalisation. En cours de révision.

EXEMPLE D'UN TABLEAU REMPLI INDIQUANT LES PARAMETRES DE PRECISION. TIRE DE POCKLINGTON, W.D. (1990) HARMONIZED PROTOCOL FOR THE ADOPTION OF STANDARDIZED ANALYTICAL METHODS AND FOR THE PRESENTATION OF THEIR PERFORMANCE CHARACTERISTICS (1).

Deux tests interlaboratoires sur la performance des méthodes, réalisés au niveau international en 1987 et 1988 (2) par la Commission de l'UICPA sur les huiles, les graisses et leurs dérivés, auxquels ont participé respectivement 7 et 13 laboratoires, chacun d'eux ayant effectué 2 répliques, ont donné les résultats statistiques suivants (évalués conformément au protocole UICPA harmonisé 1987 (3) et au document ISO 5725):

TABLEAU DES PARAMETRES DES ETUDES INTERLABORATOIRES

Acide butyrique (g/100 g)

| N° d'identification | A | B | C | D |
|---|------|----|----|------|
| N° de laboratoires retenus après élimination des valeurs aberrantes | 11 | 7 | 11 | 11 |
| N° de laboratoires ayant des valeurs aberrantes | 2 | - | - | 2 |
| Code des laboratoires ayant des valeurs aberrantes | d, f | | | d, g |
| N° de résultats acceptés | 22 | 14 | 22 | 22 |

Moyenne et paramètres de précision pour tous les résultats valables (à titre d'exemple)

| | | | | |
|--|------|-------|-------|------|
| Moyenne (g/100 g) | 0,20 | 0,35 | 1,79 | 3,46 |
| Valeur réelle, ou acceptée, si elle est connue | - | - | 1,82 | 3,45 |
| Répétabilité, écart-type (s_r) | 0,12 | 0,015 | 0,044 | 0,22 |
| Répétabilité, écart-type relatif ($RSD_r, \%$) | 6,0 | 4,3 | 2,5 | 6,4 |
| Limite de répétabilité, r ($2,8 \times s_r$) | 0,34 | 0,04 | 0,12 | 0,62 |
| Reproductibilité, écart-type (S_R) | 0,40 | 0,056 | 0,16 | 0,36 |
| Reproductibilité, écart-type relatif ($RSD_R, \%$) | 20,0 | 16,0 | 8,7 | 10,4 |
| Limite de reproductibilité, R ($2,8 \times S_R$) | 0,11 | 0,16 | 0,43 | 1,0 |

Moyenne et paramètres de précision pour les résultats acceptés, les valeurs aberrantes étant éliminées

| | | | | |
|--|--------|---|---|------|
| Moyenne (g/100 g) | 0,190 | - | - | 3,46 |
| Valeur réelle ou acceptée, si elle est connue | - | - | - | 3,45 |
| Répétabilité, écart-type (s_r) | 0,0080 | - | - | 0,10 |
| Répétabilité, écart-type relatif ($RSD_r, \%$) | 4,2 | - | - | 2,9 |
| Limite de répétabilité, r ($2,8 \times s_r$) | 0,02 | - | - | 0,29 |
| Reproductibilité, écart-type (S_R) | 0,024 | - | - | 0,24 |

| | | | | |
|--|------|------|------|------|
| Reproductibilité, écart-type relatif (RSD_R , %) | 12,6 | - | - | 7,0 |
| Limite de reproductibilité, R ($2,8 \times S_R$) | 0,11 | 0,16 | 0,43 | 0,68 |

REFERENCES

- 1) Pure and Appl. Chem. (1988) 62, 149-162
- 2) Pure and Appl. Chem. (1986) 58, 1419-1428
- 3) Pure and Appl. Chem. (1988) 60, 855-864.

ALINORM 93/23

ANNEXE III

**METHODES D'ANALYSE SOUMISES POUR CONFIRMATION
PAR LE COMITE DU CODEX SUR LES METHODES D'ANALYSE ET
D'ECHANTILLONNAGE: PARAMETRES DE PRECISION**

(Résumé interprétatif du protocole publié dans
"Pure & Applied Chemistry" (1990) 62, 149-162)

HISTORIQUE DES CRITERES D'ACCEPTATION

Il a été démontré que, lorsque la précision d'une méthode est exprimée par l'écart-type relatif de la reproductibilité (interlaboratoires), RSD_R , l'ampleur de cette valeur dépend pour beaucoup de la concentration de la substance à analyser. On obtient des valeurs RSD_R essentiellement similaires pour des concentrations similaires de la substance à analyser, indépendamment de la nature de cette substance, de la matrice ou de la méthode d'analyse. C'est pourquoi l'ordre de grandeur de la valeur RSD_R est souvent utilisée comme base pour évaluer l'acceptabilité de la précision d'une méthode d'analyse.

Au cours d'une enquête sur un grand nombre d'études relatives à la performance des méthodes comportant un nombre élevé de substances, de matrices et de techniques de séparation et de mesure, on a observé que l'écart-type relatif de la reproductibilité peut généralement être prévu à partir de l'équation dite de Horwitz (1):

- (1) RSD_R (prévue) = $2^{(1-0,5 \log C)} \approx 2C^{-0,1505}$; et
- (2) $HORRAT = RSD_R$ (observée) / RSD_R (prévue)

où C est la concentration exprimée en fraction décimale, et log est sur la base 10. Le rapport entre les valeurs RSD_R observées et les valeurs RSD_R prévues par cette équation, désigné par le sigle HORRAT, peut être considéré, selon Horwitz et al. (2), comme une indication de l'acceptabilité d'une méthode en ce qui concerne sa précision. Dans une étude de performance interlaboratoires, une série de rapports HORRAT voisins de 1,0 ou constamment plus faibles indique que la méthode est d'une précision acceptable; des valeurs HORRAT non constamment voisines de 2 ou supérieures indiquent probablement que la méthode est acceptable pour ce qui est de la précision. L'équation de Horwitz, fondée sur près de 7 000 séries de données interlaboratoires recueillies au cours des cent dernières années, représente un résumé succinct de la précision relative observée dans la pratique effective.

Le critère d'acceptabilité maximum, à savoir "Une valeur RSD_R non supérieure à deux fois la valeur prévue indique une méthode acceptable", a été adopté par l'UICPA et figure dans le protocole harmonisé pour l'adoption des méthodes d'analyse normalisées (3). Le protocole fixe trois critères à appliquer avant d'approuver la publication d'une méthode d'analyse en tant que méthode normalisée; ces paramètres sont énumérés ci-après comme critères d'acceptation suggérés du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage.

**PROJET DE DIRECTIVES A L'USAGE DU COMITE DU CODEX
SUR LES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE**

Le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage applique les critères décrits ci-dessous (3) quand il envisage de confirmer les méthodes d'analyse qui lui sont soumises:

1. L'organisation de l'étude de la performance de la méthode et l'analyse statistique des résultats obtenus doivent être conformes aux principes énoncés dans le protocole UICPA harmonisé 1987 (4).
2. Chaque série de données (résultant de l'analyse des échantillons selon différentes matrices ou concentrations de substances) ne doit pas contenir plus de 2/9 ($\approx 22,2\%$) de valeurs aberrantes statistiquement inexplicables (au maximum 2 laboratoires sur 9).
3. Les valeurs escomptées calculées de l'écart-type relatif de la reproductibilité (RSD_R) à la concentration de la substance à analyser, exprimée en rapport de concentration, doivent être comparables aux valeurs suivantes:

| | | | | | | | | | | |
|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|---|
| Concn | 10^{-9} | 10^{-8} | 10^{-7} | 10^{-6} | 10^{-5} | 10^{-4} | 10^{-3} | 10^{-2} | 10^{-1} | 1 |
| RSD_R % | 45 | 32 | 23 | 16 | 11 | 8 | 5,6 | 4 | 2,8 | 2 |

Note 1: Une "Concn" (concentration) 1 correspond à 100% en unités conventionnelles, 10^{-1} à 10%, 10^{-6} à des mg/kg (parties par million) et 10^{-8} à 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ (parties par milliard), etc.

Note 2: Les valeurs RSD_R indiquées ci-dessus ont été calculées au moyen de l'équation de Horwitz (1), par exemple pour $C = 10^{-6}$:

$$RSD_R = 2^{(1-0,5 \log C)} = 2^{(1-0,5 \log(6))} = 2^{(1+3)} = 2^4 = 16\%$$

Note 3: En l'absence de données satisfaisantes, les valeurs ne dépassant pas 2 fois la RSD_R (calculées sur la base des concentrations observées) sont considérées comme un niveau de précision acceptable des études interlaboratoires sur la performance des méthodes. En ce qui concerne la performance intralaboratoire des méthodes, la RSD_R se situe fréquemment entre la moitié et les deux tiers de ces valeurs.

Références:

- (1) Peeler, J.T., Horwitz, W. & Albert, R. (1989). J.Assoc. Off. Anal. Chem. 72, 784-806.
- (2) Horwitz, W., Albert, R., Deutsch, M.J. & Thompson, J.N. (1990), J. Assoc. Off. Anal. Chem. 73, 661-680; (1992), 75, 227-229.
- (3) Pocklington, W.D. (1990) Pure and Appl. Chem. 62, 149-162.
- (4) Horwitz, W. (1988) Pure and Appl. Chem. 60, 855-864.

ALINORM 93/23
ANNEXE IV

RAPPORT DE LA NEUVIEME REUNION INTERINSTITUTIONS (RII)
Budapest, 6 novembre 1992

SOMMAIRE

| | <u>Paragrapes</u> |
|--|--------------------------|
| Ouverture de la réunion | 1 |
| Election du Président | 2 |
| Adoption de l'ordre du jour | 3 |
| Composition de la RII | 4 |
| Mesures prises par le Secrétariat du Codex comme suite aux résultats de la huitième RII | 5-6 |
| Collaboration internationale dans le domaine des méthodes d'analyse normalisées | 5 |
| - Rapport sur l'échange d'informations en matière d'essais interlaboratoires | 7-8 |
| - Etat d'avancement du travail conjoint de l'AOAC, de l'UICPA et de l'ISO pour un protocole harmonisé sur les essais interlaboratoires | 9-11 |
| Méthodes d'analyse et d'échantillonnage demandées par la Commission | 12 |
| Questions générales | |
| - Méthodes d'échantillonnage | 13 |
| - Résidus de pesticides | 14 |
| - Résidus de médicaments vétérinaires | 15-16 |
| - Méthodes d'analyse pour l'étiquetage nutritionnel des denrées alimentaires | 17 |
| - Additifs alimentaires et contaminants | 18 |
| - Microbiologie | 19 |
| - Nutrition et aliments diététiques ou de régime | 20-21 |
| - Méthodes d'analyse des denrées alimentaires irradiées | 22-23 |
| - Méthodes de détection et de détermination de la contamination par radionucléides des denrées alimentaires | 24 |
| Questions relatives aux produits | |
| - Produits cacaotés et chocolat | 25 |
| - Lait et produits laitiers et glaces de consommation | 26-27 |
| - Graisses et huiles | 28-29 |
| - Jus de fruits | 30 |
| - Fruits et légumes traités | 31 |
| - Produits à base de viande et de chair de volaille | 32 |
| - Poisson et produits de la pêche | 33 |
| - Sucres | 34 |
| - Produits d'hydrolyse de l'amidon | 35 |

Paragraphes

| | |
|---|-------|
| - Céréales, légumes secs et légumineuses | 36-40 |
| - Eaux minérales | 41 |
| - Vins et spiritueux | 42-43 |
| Autres activités intéressant la RII | 44 |
| Terminologie harmonisée dans le domaine des méthodes d'analyse et d'échantillonnage | 45 |
| Echange de vues sur les techniques de laboratoire brevetées par rapport à la méthodologie traditionnelle | 46-47 |
| Propositions pour une meilleure connaissance de la RII | 48-49 |
| Questions diverses | 50 |
| Date de la prochaine RII | 51 |

OUVERTURE DE LA REUNION

1. La neuvième réunion interinstitutions a été ouverte par M. Sandor Vass, Directeur du Département des relations internationales à l'Office hongrois de normalisation (MSZH). Après avoir accueilli les représentants des diverses organisations internationales (voir annexe), M. Vass a souhaité une spéciale bienvenue à M. Jeanson qui participait à la RII comme représentant du Comité européen de normalisation (CEN). Il souligna alors l'importance du travail de normalisation internationale dans le domaine des produits alimentaires pour le commerce extérieur de son pays. Se référant aux changements récents du système national de son pays, M. Vass informa la RII que la Hongrie était en train d'établir un nouveau système de normalisation qui, comme dans la plupart des pays occidentaux, sera basé sur les normes volontaires.

ELECTION DU PRESIDENT

2. Sur proposition de M. Vass, M. G. Castan (Conseiller spécial de l'AFNOR) qui a présidé trois précédentes réunions interinstitutions, a été élu président. M. Castan, après avoir remercié pour cette confiance renouvelée, nota son plaisir de voir les développements positifs actuels en Hongrie. Il souhaita alors aux participants une réunion fructueuse et un séjour agréable à Budapest.

ADOPTION DE L'ORDRE DU JOUR

3. L'ordre du jour a été adopté sans modification. Suite à une proposition de la représentante de l'AOAC, il a été décidé de considérer les questions de copyright, d'échanges d'informations et de reconnaissance mutuelle des méthodes d'analyse sous le point "Autres activités intéressant la RII".

COMPOSITION DE LA RII

4. Ayant à l'esprit le mandat de la RII, les participants ont été d'accord que sa composition actuelle était suffisante et répondait aux besoins de la CCA. En réponse à une question du représentant de l'ICUMSA, le représentant du Secrétariat du Codex confirma que le sujet de l'accréditation des laboratoires ne devait pas être considéré par la RII pour le temps présent. A ce sujet, le représentant de la FIL appela l'attention sur la Conférence internationale pour l'accréditation des laboratoires (ILAC) qui avait préparé d'utiles guides sur ce sujet.

MESURES PRISES PAR LE SECRETARIAT DU CODEX COMME SUITE AUX RESULTATS DE LA HUITIEME RII

5. Le représentant du Codex informa la RII des actions suivantes qui ont été prises depuis la huitième RII:

- le rapport de la huitième RII a été distribué comme Annexe IV au rapport de la dix-septième session du CCMAS (document ALINORM 91/23).
- une compilation informatisée des 529 méthodes d'analyse Codex a été préparée; parmi elles 387 ont été confirmées par le CCMAS, 100 sont en discussion à différents stades,

c'est-à-dire confirmées temporairement, soumises à confirmation ou non confirmées. Quarante autres méthodes devraient être développées pour le besoin de la CCA. En raison des résultats de la Conférence internationale sur les normes alimentaires et le commerce et de plusieurs recommandations prises par cette conférence qui ont été adoptées par la Commission, mais aussi en raison du besoin de réviser certaines des normes anciennes, le volume des méthodes Codex n'a pas encore été publié;

- la proposition de changement du mandat du CCMAS, telle que l'a acceptée le Comité du Codex sur les Principes généraux, devrait être examinée lors de la dix-huitième session du CCMAS;
- le Groupe de travail du CCMAS sur la validation des méthodes devrait se réunir à la suite de la RII.

6. Sur proposition du Secrétaire, le représentant du Secrétariat du Codex accepta également de distribuer une liste Codex informatisée des références des méthodes, développées par les diverses organisations, aux organisations concernées pour mise à jour.

ECHANGE D'INFORMATIONS EN MATIERE D'ESSAIS INTERLABORATOIRES

7. La représentante de l'AOAC se référa à la compilation des méthodes d'analyse et d'échantillonnage préparée par son organisation. Cette compilation inclut les références aux méthodes AOAC, FIL, IFG, ISO, NMKL et autres. L'information sur les études interlaboratoires programmées et entreprises par diverses organisations a été régulièrement rassemblée et mise à jour comme suite à la lettre circulaire de l'AOAC à toutes les organisations intéressées.

8. Le représentant du CEN informa la RII que son organisation suivrait les critères de l'annexe à la Directive CEE 85/591 et choisirait donc de préférence les méthodes essayées de manière collaborative selon l'ISO 5725. Ceci serait le cas si la procédure de mandat de la CEE était étendue au secteur alimentaire

ETAT D'AVANCEMENT DU TRAVAIL CONJOINT DE L'AOAC, DE L'UICPA ET DE L'ISO POUR UN PROTOCOLE HARMONISE SUR LES ESSAIS INTERLABORATOIRES

9. La RII a noté que le protocole harmonisé avait déjà été adopté par plusieurs organisations et que de grandes parties du protocole avaient déjà été prises en compte dans le travail actuel de révision de l'ISO 5725. Il fut cependant reconnu que l'ISO avait été dans l'impossibilité d'adopter le protocole jusqu'à présent car des points de vues divergents existent encore dans cette organisation au sujet du traitement des résultats aberrants.

10. Le Président nota qu'il serait idéal d'arriver à une publication identique du Protocole harmonisé par toutes les organisations concernées. Si ceci n'était pas possible, une référence au Protocole devrait au moins être incluse dans l'avant-propos des normes concernées afin de donner un crédit approprié aux résultats des efforts communs des organisations qui collaborent entre elles.

11. La représentante de l'AOAC informa alors que l'AOAC, l'UICPA et l'ISO étaient en train de développer un protocole harmonisé sur la présentation et l'organisation de Schémas d'essais d'aptitude. Un projet de protocole était prêt à être soumis aux secrétariats des trois organisations. Il était décidé d'inclure ce sujet dans l'ordre du jour à la prochaine RII.

METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE DEMANDEES PAR LA COMMISSION (CCA)

12. Suivant les propositions des représentants de la FIL et de l'AOAC, il fut décidé de limiter la discussion aux sujets d'intérêt direct de la RII plutôt que de considérer la totalité des rapports d'activité soumis par les diverses organisations. A ce titre, la RII fut heureuse de noter que la plupart des organisations participantes avaient soumis des rapports écrits ou d'autres matériaux d'information sur leurs activités.

Méthodes d'échantillonnage

13. Le représentant du Secrétariat du Codex informa la RII que le CCMAS était en train de développer des guides généraux Codex sur l'échantillonnage qui couvraient tous les aspects relatifs à l'échantillonnage, y compris les plans d'échantillonnage. L'objet de ces guides généraux était d'éviter un double emploi entre les divers comités du Codex et de répondre à tous les besoins existants. La RII nota qu'en attendant la publication de ces guides Codex aucune action n'était demandée pour le temps présent.

Résidus de pesticides

14. Le représentant du Secrétariat du Codex, se référant à une liste de 177 composés qui avait été établie par un Groupe de travail du Comité du Codex sur les résidus de pesticides, informa la RII que les limites spécifiées étaient fréquemment supérieures aux limites de détermination des méthodes correspondantes. Il ajouta que bien qu'il n'y ait pas de demande spécifique à la RII, le Secrétariat du Codex apprécierait de recevoir des informations des organisations spécialisées.

Résidus de médicaments vétérinaires

15. Le représentant du Secrétariat du Codex informa la RII qu'un Groupe de travail du Comité du Codex sur les résidus de médicaments vétérinaires dans les aliments était en train d'identifier les méthodes appropriées. Jusqu'à présent 13 normes ont été préparées, 5 méthodes recommandées et 8 méthodes provisoirement recommandées. Il invita les organisations participant à la RII à fournir leurs données à ce Groupe de travail.

16. La représentante de l'AOAC offrit de fournir des informations à ceux qui seraient intéressés au Symposium sur les résidus de médicaments vétérinaires qui doit se tenir à Eindhoven (Pays-Bas) début 1993.

Méthodes d'analyse pour l'étiquetage nutritionnel des denrées alimentaires

17. La RII fut informée que la Commission avait donné au Comité du Codex sur la nutrition et les aliments diététiques ou de régime la responsabilité de confirmer les méthodes appropriées. Elle nota également l'activité de l'AOAC en la matière, telle qu'elle est mentionnée dans le rapport soumis par cette organisation, de même que les travaux de l'AOAC concernant l'analyse des matières grasses qui ont fait l'objet d'un article dans une récente édition de "The referee". Le représentant du Secrétariat du Codex informa la RII qu'il n'y avait pas de demandes spécifiques à la RII au sujet des méthodes nécessaires.

Additifs alimentaires et contaminants

18. Le représentant du Secrétariat du Codex appela l'attention sur la nouvelle norme générale pour les additifs alimentaires et sur les difficultés d'une semblable approche pour tous les produits, y compris ceux non couverts par des normes Codex. Il ajouta que, bien que le mandat du Comité du Codex sur les additifs alimentaires et les contaminants incluait la sélection de méthodes, le Comité n'avait encore défini aucune méthode. Au sujet des contaminants, le représentant du Secrétariat du Codex informa la RII que seules quelques méthodes étaient nécessaires telles que la détermination de chlorure de vinyle et de l'acrylonitrile dans les matériaux d'emballage.

Microbiologie

19. Bien qu'il n'y ait aucune demande spécifique de la CCA, la RII nota que les normes Codex correspondantes incluent fréquemment des références aux méthodes développées par l'ISO/TC 34/SC 9 "Microbiologie" et ISO/TC 147/SC 4 "Qualité de l'eau - Méthodes microbiologiques".

Nutrition et aliments diététiques ou de régime

20. La RII nota que plusieurs méthodes étaient demandées par la CCA, telles que la détermination dans les aliments pour nourrissons et enfants en bas âge, de la biotine vitamine H, de la choline, des fibres diététiques, des hydrates de carbone, de l'iode, de l'acide pantothénique, des vitamines A, D, E, K, du calcium, ammonium, magnésium, phosphore et du gluten.

21. La représentante de l'AOAC informa la RII d'une réunion récente à Bonn (Allemagne) d'un Groupe de travail sur les méthodes d'analyse des aliments diététiques spéciaux. Elle indiqua que diverses méthodes appropriées existaient pour le lait et les aliments à base de lait, mais que, par contre, d'autres produits tels que les aliments à base de céréales posaient des problèmes.

Méthodes d'analyse des aliments irradiés

22. La RII était saisie du rapport sur les méthodes d'identification des aliments irradiés qui ont été soumises par la Division conjointe FAO/AIEA sur les techniques nucléaires en alimentation et agriculture. Les participants ont noté que l'appui fourni aux essais

interlaboratoires par les organisations internationales intéressées de la RII utilisant les méthodes de détection pour les aliments irradiés, encouragerait le développement de méthodes confirmées comme méthodes officielles. De telles méthodes sont nécessaires pour les besoins suivants:

- a) des méthodes de détection (c'est-à-dire méthodes qualitatives oui/non) pour la vérification de la déclaration d'étiquetage et pour le contrôle des aliments dans le commerce;
- b) des méthodes quantitatives pour la détermination de la "dose de radiation absorbée" afin de contrôler la conformité avec les limites légales.

(NB. Ces méthodes ne peuvent pas déterminer si de bonnes pratiques d'irradiation ont été suivies, comme la détermination de résidus de pesticides ne peut pas déterminer si de "bonnes pratiques agricoles" ont été suivies).

23. La RII a également été informée que la CCA serait invitée, en temps voulu, à confirmer ou à confirmer temporairement toute méthode officielle développée par coopération entre les organisations internationales intéressées pour les aliments irradiés.

Méthodes pour la détection et la détermination de la contamination par radionucléides des denrées alimentaires

24. Le Président rappela que ce sujet avait été inclus dans l'ordre du jour comme suite aux discussions de la précédente RII. La RII nota que l'AOAC avait développé des méthodes sur ce sujet et que quelques-unes des méthodes préparées par l'ISO/TC 147/SC 3 "Qualité de l'eau - Méthodes radiologiques" étaient aussi applicables aux aliments. Bien qu'actuellement il n'y ait pas de demandes spéciales de la CCA, il fut décidé de poursuivre la discussion sur les méthodes de détection et de détermination de la contamination par radionucléides lors de la prochaine RII.

Produits cacaotés et chocolat

25. Le représentant du Secrétariat du Codex informa la RII que le Comité spécialisé du Codex était ajourné *sine die*. Se référant à la réunion du Groupe de travail sur la confirmation qui doit se tenir le 7 novembre 1992, il signala que plusieurs méthodes devraient être mises au point, par exemple des méthodes pour les poudres cacaotés et les mélanges cacao sec/sucre, les poudres composites de cacao dégraissé, le chocolat de remplissage et la confiserie au beurre de cacao. Le Président regretta l'absence à la RII d'un représentant de l'OICC qui aurait pu fournir des informations sur l'état actuel du travail au sein de cette organisation.

Laits et produits laitiers, glaces alimentaires

26. Le représentant de la FIL informa la RII que la FIL, l'ISO et l'AOAC ayant coopéré depuis plus de 20 ans, avaient récemment accueilli le CEN dans un accord quadripartite avec le nouveau Comité technique CEN/TC 302 qui devrait commencer à travailler en 1993. des détails restent à être mis au point. Il indiqua également que la

structure des groupes d'experts était sur le point d'être réorganisée en vue d'une plus grande efficacité et un meilleur emploi de l'expertise. Bien que le besoin de méthodes soit apparemment croissant, la disponibilité des experts pour les développer diminuait de manière évidente. Les techniques de laboratoires brevetées ont continué à être discutées. La FIL et l'AOAC ont établi des mécanismes pour valider et publier des normes basées sur les méthodes brevetées. L'Assurance qualité des laboratoires et les Bonnes pratiques de laboratoire ont reçu une attention spéciale. Un Séminaire s'est tenu à Sonthofen (Allemagne) en mai 1992 sous les auspices conjoints de l'AOAC, la CCE, la FIL et son Comité national allemand sur ce sujet. Les auteurs de nouvelles normes et de normes révisées devraient prévoir l'Assurance qualité et les Bonnes pratiques de laboratoires dans le texte. Les essais d'aptitude ont été considérés dans le cadre d'une proposition d'un réseau international de laboratoires laitiers.

27. Le représentant du CEN confirma que le nouveau Comité technique CEN sur le lait et les produits laitiers utiliserait et confirmerait les normes résultant du travail conjoint de la FIL, l'AOAC et l'ISO en accord avec le contenu de l'accord de Vienne entre l'ISO et le CEN. Le principal objectif de ces nouvelles dispositions était de faciliter la transposition des normes internationales en normes européennes chaque fois que c'était possible afin d'éviter tout double emploi aux niveaux international et régional.

Graisses et huiles

28. La RII nota la bonne coopération existant entre l'UICPA, l'AOAC et l'ISO sur les projets d'intérêt commun. Elle fut aussi informée que le CEN avait récemment décidé d'établir un Comité technique dans ce domaine et qu'il comptait utiliser, autant que possible, les normes ISO existantes dans ce domaine.

29. En réponse à une question du Président, le représentant du Secrétariat du Codex confirma que la question des références multiples aux méthodes techniquement équivalentes, mises au point par différentes organisations, était toujours à l'étude.

Jus de fruits

30. La RII regretta que la FIJU ne puisse pas participer et procurer des informations sur ses activités. Elle nota le travail du CEN dans ce secteur qui devrait contribuer à la publication des premières normes européennes d'analyse des jus de fruits en 1993.

Fruits et légumes traités

31. Le représentant du Secrétariat du Codex informa la RII que le Comité du Codex spécialisé était ajourné *sine die* et qu'il n'était pas possible de formuler des demandes spécifiques de méthodes actuellement.

Produits à base de viande et de chair de volaille

32. Le représentant de l'ISO fit un bref rapport sur les activités correspondantes, notamment le développement de méthodes pour la détermination de l'amidon, des colorants, de l'acide ascorbique, des nitrates et de l'histamine. Il n'y avait aucune demande spécifique de la CCA.

Poissons et produits de la pêche

33. Le représentant du Secrétariat du Codex mentionna que le Comité sur les poissons et les produits de la pêche avait établi un Groupe de travail pour la révision des normes et méthodes existantes. L'un des principaux problèmes rencontrés est que de nombreuses méthodes avaient été soumises sans les données suffisantes d'essais interlaboratoires, demandées pour la confirmation de ces méthodes.

Sucres

34. La RII nota que la CCA s'était adressée à l'ICUMSA afin d'obtenir les données manquantes pour les méthodes demandées et que les méthodes existantes pour le sucre en poudre et le sucre glace étaient en cours d'examen, en vue de leur application à d'autres produits. Le représentant de l'IFG se proposa pour examiner les méthodes pour le fructose.

Produits d'hydrolyse de l'amidon

35. La RII fut informée du travail correspondant de l'ISO/TC 93 "Amidon (amidons, féculés) dérivés et sous-produits". La CCA et le CEN ont exprimé leur intérêt pour les normes développées par ce comité qui tiendra sa prochaine réunion le 20 novembre 1992. Le représentant de l'IFG mentionna à ce sujet que les méthodes ISO pour les amidons modifiés étaient basées sur celles de la Corn Refiners Association (CRA) des Etats-Unis.

Céréales, légumes secs et légumineuses

36. Le représentant de l'ICC présenta le rapport d'activités soumis à la RII et indiqua que certaines des méthodes publiées par cette organisation étaient en cours de révision en conformité avec l'évaluation statistique.

37. La représentante de l'ISO, après avoir appelé l'attention sur le rapport d'activités de l'ISO/TC 34/SC 4 "Céréales et légumineuses", signala que des résultats comparatifs des méthodes ISO et AOAC pour la détermination de l'acidité grasse avaient été fournis par le membre français du SC 4. Ces résultats appuient la confirmation de l'ISO 7305 comme méthode Codex. L'ISO 7305:1986 serait révisée pour exprimer les résultats en milligrammes de KOH.

38. La représentante de l'AOAC nota que la différence entre l'ISO 7305:1986 et la méthode AOAC correspondante n'était pas due à la méthodologie mais plutôt aux valeurs de la norme Codex qui étaient basées sur une méthode AOAC/AACC.

39. La représentante du NMKL informa la RII qu'une nouvelle méthode pour les faibles teneurs en ochratoxine A (au niveau de 10 ng/kg) avait été développée conjointement par l'AOAC, l'UICPA et le NMKL. Cette méthode sera proposée au Groupe de travail sur les mycotoxines du CEN/TC 275. Elle informa également la RII que la méthode était en cours d'examen complémentaire au sein du NMKL pour étudier son application à la détermination de l'ochratoxine A dans les céréales et les aliments pour nourrissons à un niveau inférieur à 10 ng/kg. Le représentant de l'ICC offrit la coopération de son organisation pour le développement ultérieur de cette méthode.

40. La RII nota aussi que le Comité du Codex sur les céréales, les légumes secs et les légumineuses avait exprimé son intérêt pour une méthode de détermination des matières étrangères organiques et inorganiques dans les produits céréaliers, méthode pour laquelle l'AOAC offrit son aide.

Eaux minérales

41. La représentante de l'ISO nota avec satisfaction que des références aux méthodes développées par l'ISO/TC 147 "Qualité de l'eau" avaient été incluses dans la norme régionale Codex sur les eaux minérales naturelles, qui devrait être transformée en norme mondiale Codex.

Vins et spiritueux

42. La représentante de l'OIV fit un compte rendu du travail de la Sous-Commission de l'OIV sur les méthodes d'analyse. Elle insista sur l'importance de la bonne coopération existant entre l'OIV, l'AOAC et l'ISO afin d'obtenir une acceptation mutuelle des méthodes après confirmation. L'OIV avait déjà développé un programme d'essais interlaboratoires coordonné par M. Wittkowsky de l'Institut fédéral de la santé de Berlin (Allemagne). Les sujets d'intérêt particulier pour la RII étaient:

- Résidus d'antimoine dans les vins (les résultats des essais interlaboratoires doivent être publiés prochainement);
- Sorbitol dans les vins (des essais interlaboratoires sont en cours);
- Détermination de l'eau d'ajout dans les vins par RMN (des essais interlaboratoires sont programmés);
- Recueil des méthodes pour les spiritueux et les boissons alcooliques dérivées;
- Révision du Codex oenologique, c'est-à-dire du Code concernant les produits utilisés en vinification;
- Amines biogéniques dans les vins (par exemple histamine);
- Détermination des traces de carbamate d'éthyle et réduction de la concentration de carbamate d'éthyle par addition d'uréase;

- Recommandations pour la réduction de la teneur en plomb par des moyens technologiques afin d'obtenir une limite maximale de 0,25 mg/l;
- Etablissement de données de base pour la réduction d'autres éléments métalliques dans les vins.

43. La représentante de l'OIV informa également la RII que son organisation recommandait les limites de résidus de pesticides tels qu'ils étaient spécifiés pour le raisin par la CCA. Une liste de résidus de pesticides présents dans les vins devrait être établie par l'OIV afin de spécifier les limites. Elle ajouta que le texte anglais des méthodes OIV devrait être disponible avant la fin de 1993.

AUTRES ACTIVITES INTERESSANT LA RII

44. Le représentant de l'AOAC souleva le sujet des droits de propriété pour les méthodes et du copyright. Il proposa de préparer un projet de note sur ce sujet en vue de son examen à la prochaine RII. Le représentant de la FIL ajouta que la reconnaissance d'auteur sur les normes pour les scientifiques qui ont contribué par leur expertise était en discussion au sein de son organisation et pourrait être examinée en même temps. Les représentants de la FIL, du NMKL, de l'ICUMSA et de l'ISO ont été d'accord pour coopérer et participer à un Groupe de travail pour considérer cet important sujet.

TERMINOLOGIE HARMONISEE DANS LE DOMAINE DES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE

45. Le représentant de l'AOAC informa la RII de l'état actuel du travail de l'UICPA sur la terminologie et la nomenclature. Un travail a aussi commencé sur la terminologie relative aux essais interlaboratoires. Il invita les organisations intéressées à collaborer avec l'UICPA et l'AOAC sur ce sujet.

ECHANGE DE VUES SUR LES TECHNIQUES DE LABORATOIRE BREVETES PAR RAPPORT A LA METHODOLOGIE TRADITIONNELLE

46. La représentante de l'AOAC introduisit un premier projet de note sur ce sujet qui a été préparé par son organisation. Elle ajouta que l'AOAC était en train de travailler sur une forme de certification des essais en kit. Les producteurs peuvent soumettre leurs produits à l'Institut de recherche de l'AOAC en vue d'essais pour obtenir un tel certificat.

47. Plusieurs organisations ont exprimé leur intérêt sur ce sujet et ont offert leur coopération. En conséquence, toutes les organisations participant à la RII étaient invitées à adresser à l'AOAC leurs commentaires sur le premier projet de note, avec copie au représentant européen de l'AOAC et ceci avant la fin de février 1993. Ceci permettra à l'AOAC de considérer, avec la FIL, l'ISO et d'autres organisations internationales, les commentaires reçus et de préparer un nouveau projet pour discussion lors de la prochaine réunion de la RII. Le Président accueillit favorablement cette initiative de l'AOAC qui devrait permettre d'obtenir un document harmonisé susceptible d'être utilisé dans les organisations intéressées.

PROPOSITIONS POUR UNE MEILLEURE CONNAISSANCE DE LA RII

48. La représentante de l'AOAC présenta une note qu'elle avait préparée et contenant quelques propositions pour une future organisation de la Réunion interinstitutions. Tout en reconnaissant que la RII sous sa forme actuelle répondait à un besoin comme groupe consultatif pour le CCMAS et constituait un forum pour la discussion et l'échange d'informations entre les organisations intéressées, elle pensait que la structure présente des réunions devrait changer en prenant en considération les propositions suivantes:

- conserver la RII pour tous les points de l'ordre du jour à l'exception de rapports sur les méthodes;
- chaque organisation devra préparer un ou deux posters pour le point de l'ordre du jour "Méthodes d'analyse demandées par la CCA";
- organiser la RII afin de rendre possible la présence des représentants au premier et au second jours de la session du CCMAS.

49. Au cours de la discussion qui suivit, différents points de vue furent présentés. Certaines organisations, y compris la FIL, appuyaient les propositions pour réorganiser la RII. D'autres, y compris l'ICC, l'IFG, l'ISO, le NMKL et le représentant du Secrétariat du Codex exprimèrent quelques réserves. Finalement il était décidé d'organiser la prochaine RII comme par le passé, c'est-à-dire une réunion d'une seule journée complète, avant la session du CCMAS. Toutefois, en réponse aux suggestions formulées par la représentante de l'AOAC, il était décidé que toutes les organisations participantes soumettent des rapports d'activité écrits au Secrétariat en vue de leur distribution à la RII à l'avance. Ceci devrait à l'avenir éviter une présentation trop longue des rapports sur les points correspondants de l'ordre du jour afin de disposer de plus de temps pour la discussion et l'échange de vues sur les sujets d'intérêt commun à toutes les organisations.

QUESTIONS DIVERSES

50. Il n'y a pas eu de propositions pour discussion sur ce point de l'ordre du jour.

DATE ET LIEU DE LA PROCHAINE RII

51. Il était décidé de tenir la prochaine RII en liaison avec la dix-neuvième session du CCMAS.

52. Avant de déclarer close la neuvième RII, le Président remercia les participants pour leur travail avec un objectif commun, les hôtes hongrois pour la parfaite organisation, l'interprète et le Secrétaire.

53. Au nom de tous les participants, M. Horwitz (AOAC) a félicité le Président pour son aptitude à conduire la réunion.

Appendice

LISTE DES DELEGUES A LA NEUVIEME REUNION INTERINSTITUTIONS
Budapest, 6 novembre 1992

Chairman: Mr. G. Castan
Président: Association française de normalisation
Presidenta: Tour Europe
Cedex 7
92049 Paris La Défense
France

Secretary: Mr. K.G. Lingner
Secrétaire: ISO Central Secretariat
Secretaría: 1, Rue de Varembe
CH-1211 Geneva 20
Switzerland

**ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL
CHEMISTS (AOAC)**

Mr. R.R. Christensen
Executive Director
AOAC International
2200 Wilson Blvd., Suite 400
Arlington, VA 22201-3301
U.S.A.

Mr. J. Lawrence
Health and Welfare Canada
Banting Research Center
Ottawa, Ontario KIA 0L2
Canada

Dr. W. Horwitz
Center for Food Safety and Applied
Nutrition (HFF-7)
Food and Drug Administration
200 C Street S.W.
Washington, D.C. 20204
U.S.A.

Mr. G.W. Diachenko
Chief, Food Formulation Branch
Food and Drug Administration
HFF-413
200 C Street, S.W.
Washington, DC 20204
U.S.A.

Mrs. M. Lauwaars
European Representative
AOAC International
P.O. Box 153
6720 AD Bennekom
Netherlands

Mr. R. Wood
Ministry of Agriculture,
Fisheries and Food
Food Science Laboratory
Colney Lane
Norwich NR4 7U, U.K.

Mr. E. Elkins Jr.
Director
Chemistry Division
National Food Processors Association
1401 New York Avenue, N.W.
Suite 400
Washington, D.C. 20005, U.S.A.

Mr. W.J. de Koe
Food Standard Officer
Ministry of Welfare, Health and
Cultural Affairs
Sir Winston Churchillaan 362
P.O. Box 5406
2280 H.K. Rijswijk
Netherlands

**CODEX COMMITTEE ON METHODS OF
ANALYSIS AND SAMPLING**

Prof. P. Biacs
Central Food Research Institute
Herman Ottó út 15
Budapest
Hungary 1022

EOQ

Mr. P. Molnár
Central Food Research Institute
Herman Ottó út 15
Budapest
Hungary 1022

**EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
(CEN)**

Mr. M. Jeanson
Rue de Stassart 36
B-1050 Brussels
Belgium

INTERNATIONAL CEREAL CHEMISTRY (ICC)

Mr. H. Glattes
Secretary General
P.O. Box 77
Wienerstrasse 22a
A-2320 Schwechat
Austria

Mr. G. Schöggli
Deputy Secretary General
P.O. Box 77
Wienerstrasse 22a
A-2320 Schwechat
Austria

INTERNATIONAL DAIRY FEDERATION (IDF)

Mr. E. Hopkin
Secretary General
41 Square Vergote
1040 Brussels
Belgium

**INTERNATIONAL FEDERATION OF GLUCOSE
MANUFACTURERS (IFG)**

Dr. B. Whitehouse
Quality Assurance Manager
Cerestar SA/NV
Havenstraat 84
B-1800 Bruxelles
Belgium

**JOINT FAO/WHO FOOD STANDARDS
PROGRAMME**

Dr. E. Casadei
Food Standards Officer
Joint FAO/WHO Food Standards
Programme
FAO
Via delle Terme di Caracalla
00100 Rome
Italy

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

Mrs. H. Wallin
Secretary General
VTT/Food Research Laboratory
P.O. Box 203
SF-02151 Espoo
Finland

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

Mrs. B. Mandrou
Faculté de Pharmacie
34060 Montpellier Cedex 1
France

**INTERNATIONAL ORGANIZATION OF
STANDARDIZATION (ISO)**

Mr. R. Zwart
Nederlands Normalisatie-instituut
Kalfjeslaan 2
P.O. Box 5059
2600 GB Delft
The Netherlands

Ms. N. Normand
Association Française de
Normalisation
Tour Europe - Cédex 7
92049 Paris La Défense
France

Mr. G. Castan
Expert
8 rue de Varize
75016 Paris
France

Mrs. E. Nagy
Secretary of ISO/TC 34
Hungarian Office for Standardization
Secretariat of ISO/TC 34
"Agricultural Food Products"
Üllői út 25
H-1095 Budapest
Hungary

OBSERVER

Dr. W.G. de Ruig
State Institute for Quality Control
of Agricultural Products
Postbus 230
6700 AE Wageningen
Netherlands

ALINORM 93/23
ANNEXE V

LISTE DES METHODES D'ANALYSE ENVISAGEES POUR CONFIRMATION
PAR LE COMITE DU CODEX SUR LES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE
LORS DE SA DIX-HUITIEME SESSION

Note: * Méthode confirmée par le CCMAS à sa 18e session.

METHODS OF ANALYSIS CONSIDERED BY CCMAS LISTED BY STATUS

| COMMODITY | PROVISION AND LEVEL | METHOD | PRINCIPLE | TY | STATUS |
|--|-----------------------------------|---|----------------------------------|----|--------|
| Canned crab meat ((516)) (090-1981-V) | Water capacity of container | Method described in standard | Weighing | I | E* |
| Canned crab meat ((524)) (090-1981-V) | Net contents | Method described in standard 94-1981 | Weighing | I | E* |
| Canned mackerel and jack mackerel ((520)) (119-1981-V) | Net contents | Method described in standard | Weighing | I | E* |
| Canned salmon ((521)) (003-1981-V) | Net contents | Method described in standard 94-1981 | Weighing | I | E* |
| Canned sardines and sardine-type products ((519)) (94-1981-V) | Net contents | Method described in standard | Weighing | I | E* |
| Canned shrimps or prawns ((518)) (037-1981-V) | Water capacity of container | Method described in standard 090-1981 | Weighing | I | E* |
| Canned shrimps or prawns ((522)) (037-1981-V) | Net contents | Method described in standard 94-1981 | Weighing | I | E* |
| Canned tuna and bonito ((517)) (070-1981-V) | Water capacity of container | Method described in standard 090-1981 | Weighing | I | E* |
| Canned tuna and bonito ((523)) (070-1981-V) | Net contents | Method described in standard 94-1981 | Weighing | I | E* |
| Cocoa butters ((168)) (086-1981-VII) | Copper < 0.4 mg/kg | IUPAC Method Pure and Appl. Chem., 60, No 6 p. 893 (1988) ISO 8294 (in press) AOAC (1990) 990.05 | Graphite furnace | II | E* |
| Cocoa butters ((169)) (086-1981-VII) | Lead < 0.5 mg/kg | IUPAC Method Pure and Appl. Chem. Vol 63, No. 8, p.1183, 1991 | Graphite Furnace | II | E* |
| Cocoa butters ((170)) (086-1981-VII) | Iron < 2 mg/kg | IUPAC Method Pure and Appl. Chem., 60, No 6 p. 893 (1988) ISO 8294 (in press) AOAC (1990) 990.05 | Graphite Furnace | II | E* |
| Dextrose anhydrous ((92)) (007-1981-III) | Sulphur dioxide < 20 mg/kg | ISO 5379:1983 | Acidimetric and nephelometric | IV | E* |
| Dextrose monohydrate ((96)) (008-1981-III) | Sulphur dioxide < 20 mg/kg | ISO 5379:1983 | Acidimetric and nephelometric | IV | E* |

((note reference)) ; (standard-year-volume) ;

METHODS OF ANALYSIS CONSIDERED BY CCMAS LISTED BY STATUS

| COMMODITY | PROVISION AND LEVEL | METHOD | PRINCIPLE | TY | STATUS |
|--|---|---|-------------------------------|----|--------|
| Dried glucose syrup (104) (010-1981-III) | Sulphur dioxide < 40 mg/kg, < 150 mg/kg | ISO 5379:1983 | Acidimetric and nephelometric | IV | E* |
| Edible low erucic acid rapeseed oil (500) (123-1981-XI) | Erucic acid content < 5 % (m/m) of the component fatty acids | IUPAC 7th Ed., 1984 2.311 ISO 8209:1986 | Gas chromatographic | II | E* |
| Fats and oils (297) (1000-XI) | Copper < 0.1 - 0.4 mg/kg | IUPAC Method Pure and Appl. Chem., 60, No 6 p. 893 (1988) ISO 8294 (in press) AOAC (1990) 990.05 | Graphite Furnace | II | E* |
| Fats and oils (298) (1000-XI) | Lead < 0.1 mg/kg | IUPAC Method Pure and Appl. Chem., Vol. 63 No. 8, p.1183, 1991 | Graphite Furnace | II | E* |
| Fructose (125) (102-1981-III) | Conductivity ash < 0.1 % | ICUMSA (1979) 85-86 | Conductimetric | I | E* |
| Fructose (126) (102-1981-III) | Colour < 30 ICUMSA units | ICUMSA (28th), General Subject 2 Report, Appendix 1 and Recommendation No 2 | Colorimetric | I | E* |
| Fructose (127) (102-1981-III) | pH 4.5 - 7.0 | ICUMSA (1979) 131 | Potentiometric | IV | E* |
| Glucose syrup (100) (009-1981-III) | Sulphur dioxide >40 mg/kg, < 400 mg/kg | ISO 5379:1983 | Acidimetric and nephelometric | IV | E* |
| Grated desiccated coconut (510) (177-1991-II) | Total acidity of extracted oil < 0.3 (m/m) as lauric acid | Described in the standard | Titration of extracted oil | IV | E* |
| Grated desiccated coconut (511) (177-1991-II) | Moisture < 3 % (m/m) | AOAC (1990) 925.40 | Loss on drying | I | E* |
| Grated desiccated coconut (512) (177-1991-II) | Oil content > 55 % (m/m) | AOAC (1990) 948.22 | | I | E* |

((note reference)) ; (standard-year-volume) ;

METHODS OF ANALYSIS CONSIDERED BY CCMAS LISTED BY STATUS

| COMMODITY | PROVISION AND LEVEL | METHOD | PRINCIPLE | TY | STATUS |
|--|---|---|---|----|--------|
| Grated desiccated coconut ((513)) (177-1991-II) | Ash < 2.5 % (m/m) | AOAC (1990) 950.49 | | I | E* |
| Grated desiccated coconut ((514)) (177-1991-II) | Extraneous vegetable matter < 15 fragments per 100 g | method described in the standard | counting extraneous material with the naked eye | IV | E* |
| Guidelines for Acrylonitrile ((527)) (2016-GI-AL/91) | Acrylonitrile 0.02 mg/kg in food | AOAC (1990) 985.13 | Gas chromatographic | II | E* |
| Guidelines for Vinyl Chloride Monomer ((528)) (2026-GI-AL/91) | Vinyl Chloride Monomer 1.0 mg/kg (packaging) | ISO 6401:1985 | Gas chromatographic | II | E* |
| Guidelines for Vinyl Chloride Monomer ((530)) (2017-GI-AL/91) | Vinyl Chloride Monomer 0.01 mg/kg in food | Commission Directive 81/432/EEC O.J. No. L.167, p. 6, 24.6.81 | Gas chromatography "head-space" | II | E* |
| Infant Formula and Follow-up Formula ((531)) (72 and 156-IX) | Total Dietary Fiber | AOAC (1990) 991.43 | Enzymatic gravimetric | I | E* |
| Lactose ((105)) (011-1981-III) | Anhydrous lactose > 99.0 % | ICUMSA (17th)S.14 Rept., Appendix 1 amended ICUMSA (20th) S.15 Rept., Table 6 & Rec. 4 | Titrimetric | IV | E* |
| Lactose ((106)) (011-1981-III) | Sulphated ash < 0.3 % (m/m) | ICUMSA (1979) 83-84 | Gravimetric | IV | E* |
| Lactose ((108)) (011-1981-III) | pH 4.5 - 7.0 | ICUMSA (1979) 131 | Potentiometric | IV | E* |
| Pearl millet flour (African regional standard) ((418)) (170-1989-XVIII) | Colour 18 - 30 units | Modern Cereal Chemistry, 6th Ed., D.W. Kent-Jones and A.J. Amos (Ed.), pp. 605-612, Food Trade Press Ltd, London, 1969. | Colorimetric using specific colour grader | IV | E* |
| Powdered dextrose (Icing dextrose) ((121)) (054-1981-III) | Sulphur dioxide < 20 mg/kg | ISO 5379:1983 | Acidimetric and nephelometric | IV | E* |
| Processed tomato concentrates ((27)) (057-1981-II) | Mineral impurities < 60 mg/kg | AOAC (1990) 971.33 | Ashing | IV | E* |

((note reference)) ; (standard-year-volume) ;

METHODS OF ANALYSIS CONSIDERED BY CCMAS LISTED BY STATUS

| COMMODITY | PROVISION AND LEVEL | METHOD | PRINCIPLE | TY | STATUS |
|---|--|---|--|----|--------|
| Soft sugars ((81)) (006-1981-III) | Sucrose plus invert sugar > 88 % , > 97 % | ICUMSA (17th) S. 14 Rept. Appendix 1 amended ICUMSA (20th) S. 15 Rept Table 6 and Rec. 4 and ICUMSA (18th) 120-122 | Titrimetric | I | E* |
| Soft sugars ((83)) (006-1981-III) | Invert sugar in sugars with content >10% | ICUMSA (17th) S. 14 Rept. Appendix 1 amended ICUMSA (20th) S. 15 Rept. Table 6 and Rec. 4 | Titrimetric | I | E* |
| Soft sugars ((84)) (006-1981-III) | Sulphated ash < 3.5 % (m/m) | ICUMSA (1979) 83-84 | Gravimetric | I | E* |
| Soft sugars ((85)) (006-1981-III) | Conductivity ash < 0.2 % (m/m) | ICUMSA (1979) 85-86 | Conductimetric | I | E* |
| Soft sugars ((87)) (006-1981-III) | Colour white to dark brown | ICUMSA (20th), General Subject 2 Report, Appendix 1 and Recommendation No 2 | Colorimetric | I | E* |
| Sorghum flour ((432)) (173-1989-XVIII) | Colour > 18, < 30 units | Modern Cereal Chemistry, 6th Ed., D.W. Kent-Jones and A.J. Amos (Ed.), pp. 605-612, Food Trade Press Ltd, London, 1969. | Colorimetric using specific colour grader | IV | E* |
| Special Foods ((216)) (980-IX) | Total Dietary Fiber | AOAC (1990) 985.29 | Enzymatic gravimetric | I | E* |
| Special Foods ((218)) (980-IX) | Loss on drying | AOAC (1990) 925.23 | Drying in vacuo | I | E* |
| Special Foods ((223)) (980-IX) | Linoleate (in the form of glycerides) > 300 mg/100 kjoul | AOAC (1990) 922.06; 979.19 | Acid hydrolysis, spectrophotometric | II | E* |
| Table olives ((35)) (066-1987-II) | Acidity of brine > 0.4 % (m/m) | Method described in standard | Titrimetric | IV | E* |
| Table olives ((36)) (066-1987-II) | pH of brine < 4.0; < 4.5 | Method described in standard | Potentiometric | IV | E* |
| White sugar ((64)) (004-1981-III) | Polarisation in sugars requiring no clarification > 99.5 degrees S | ICUMSA (18th) 341-344, ICUMSA (19th) 66-68 amended by ICUMSA (20th) 190-193. | Polarimetric | II | E* |

((note reference)) ; (standard-year-volume) ;

METHODS OF ANALYSIS CONSIDERED BY CCMAS LISTED BY STATUS

| COMMODITY | PROVISION AND LEVEL | METHOD | PRINCIPLE | TY | STATUS |
|--|--|---|------------------------------------|-----|--------|
| White sugar ((65)) (004-1981-III) | Polarisation in sugars requiring clarification | ICUMSA (1979) 25-30, amended ICUMSA (18th) 175-180, 189-190 and ICUMSA (19th) 66-68 and 197 | Polarimetric | II | E* |
| White sugar ((68)) (004-1981-III) | Invert sugar in sugars with content >10% | ICUMSA (17th) S. 14 Rept. Appendix 1 amended ICUMSA (20th) S. 15 Rept. Table 6 and Rec. 4 | Titrimetric | I | E* |
| White sugar ((69)) (004-1981-III) | Conductivity ash < 0.04 - 0.1 % | ICUMSA (1979) 85-86 | Conductimetric | I | E* |
| White sugar ((71)) (004-1981-III) | Colour 60 - 150 ICUMSA units | ICUMSA (20th), General Subject 2 Report, Appendix 1 and Recommendation No 2 | Spectrophotometric | I | E* |
| Fruit juices ((265)) (990-X) | Carbon dioxide | IFJU Method No 42, 1976 | Back-titration after precipitation | II | NE |
| Fruit juices ((267)) (990-X) | Ethanol < 2 - 5 g/kg | IFJU Method No 53, 1983 | Enzymatic | II | NE |
| Fruit juices ((281)) (990-X) | Lead < 0.2 - < 0.3 mg/kg | ISO 6633:1984 | Atomic absorption | II | NE |
| Natural Mineral Waters (European Regional Standard) ((453)) (108-1981-XII) | Arsenic 0.05 mg/l | ISO 6595:1982 | | III | NE |
| Vinegar ((390)) (162-1987-XII) | Iron < 10 mg/kg | IFJU Method No 15, 1964 | Photometric | II | NE |
| Powdered sugar (Icing sugar) ((77)) (005-1981-III) | Loss on drying < 0.1 % | ICUMSA (1979) 113-115, amended ICUMSA (19th) 348 | Gravimetric | I | TBE |
| Bouillons and consommés ((138)) (117-1981-IV) | Sodium chloride < 12.5 g/L | AIIBP Method No 2/4 | Volhard titration | III | TE |
| Dextrose anhydrous ((89)) (007-1981-III) | D-glucose > 99.5 % (m/m) | ISO 5377:1981 | Titrimetric | I | TE |
| Dextrose anhydrous ((90)) (007-1981-III) | Total solids > 98.0 % | ISO 1741:1980 | Vacuum oven | I | TE |

((note reference)) ; (standard-year-volume) ;

METHODS OF ANALYSIS CONSIDERED BY CCMAS LISTED BY STATUS

| COMMODITY | PROVISION AND LEVEL | METHOD | PRINCIPLE | TY | STATUS |
|---|--|--------------------|---------------------------|----|--------|
| Dextrose anhydrous ((91)) (007-1981-III) | Sulphated ash < 0.25 % (m/m) | ISO 5809:1982 | Single sulphonation | I | TE |
| Dextrose monohydrate ((93)) (008-1981-III) | D-glucose > 99.5 % (m/m) | ISO 5377:1981 | Titrimetric | I | TE |
| Dextrose monohydrate ((94)) (008-1981-III) | Total solids > 90.0 % (m/m) | ISO 1741:1980 | Vacuum oven | I | TE |
| Dextrose monohydrate ((95)) (008-1981-III) | Sulphated ash < 0.25 % (m/m) | ISO 5809:1982 | Single sulphonation | I | TE |
| Dried glucose syrup ((101)) (010-1981-III) | Total solids > 93.0 % (m/m) | ISO 1742:1980 | Vacuum oven | I | TE |
| Dried glucose syrup ((102)) (010-1981-III) | Reducing sugar > 20.0 % | ISO 5377:1981 | Titrimetric | I | TE |
| Dried glucose syrup ((103)) (010-1981-III) | Sulphated ash < 1.0 % (m/m) | ISO 5809:1982 | Single sulphonation | I | TE |
| Edible Cassava flour ((503)) (176-1991-XII) | Ash < 3 % (m/m) | AOAC (1990) 923.03 | | I | TE |
| Foods with low-sodium content (including salt substitutes) ((251)) (053-1981-IX) | Sodium and potassium Na: < 120 mg/100 g, K: No limit | AOAC (1990) 984.27 | ICP emission spectrometry | II | TE |
| Foods with low-sodium content (including salt substitutes) ((252)) (053-1981-IX) | Calcium and magnesium Mg: < 20 % of sum of potassium, calcium, ammonium cations | AOAC (1990) 965.09 | Atomic absorption | II | TE |
| Foods with low-sodium content (including salt substitutes) ((253)) (053-1981-IX) | Ammonium < 3 % (m/m) | AOAC (1990) 920.03 | Magnesium oxide | II | TE |
| Foods with low-sodium content (including salt substitutes) ((254)) (053-1981-IX) | Phosphorous < 4 % (m/m) | AOAC (1990) 984.27 | ICP emission spectrometry | II | TE |

((note reference)) ; (standard-year-volume) ;

METHODS OF ANALYSIS CONSIDERED BY CCMAS LISTED BY STATUS

| COMMODITY | PROVISION AND LEVEL | METHOD | PRINCIPLE | TY | STATUS |
|--|--|---|---------------------|-----|--------|
| Fructose ((123)) (102-1981-III) | Specific rotation -89 - -93.5 degrees | Zuckerindustrie 113 (1988):1, 49-50 | Polarimetric | II | TE |
| Fructose ((124)) (102-1981-III) | Loss on drying < 0.5 % (m/m) | ISO 1742:1980 | Gravimetric | I | TE |
| Fructose ((128)) (102-1981-III) | Sulphur dioxide < 20 mg/kg | ISO 5379:1983 | Colorimetric | II | TE |
| Glucose syrup ((97)) (009-1981-III) | Total solids > 70.0 % (m/m) | ISO 1742:1980 | Vacuum oven | I | TE |
| Glucose syrup ((98)) (009-1981-III) | Reducing sugar > 20.0 % (m/m) | ISO 5377:1981 | Titrimetric | I | TE |
| Glucose syrup ((99)) (009-1981-III) | Sulphated ash < 1.0 % (m/m) | ISO 5809:1982 | Single sulphonation | I | TE |
| Grated desiccated coconut ((509)) (177-1991-II) | Granularity Extra fine, fine and medium | ISO 2591-1:1988 Test Sieving According to British Standard Mesh Nominal Test Sieves: BS410-1986 | Sieving method | I | TE |
| Natural Mineral Waters (European Regional Standard) ((452)) (108-1981-XII) | Barium 1.0 mg/l | Examination of Water Pollution Control. WHO Pergamon Press (1982) Vol. 2, pp. 65-66 | | II | TE |
| Natural Mineral Waters (European Regional Standard) ((454)) (108-1981-XII) | Barium 1.0 mg/l | Examination of Water Pollution Control. WHO Pergamon Press (1982) Vol.2, pp. 67-68 | | III | TE |
| Natural Mineral Waters (European Regional Standard) ((459)) (108-1981-XII) | Chromium (VI) 0.05 mg/l | Examination of Water Pollution Control. WHO Pergamon Press (1982) Vol. 2, pp. 86-87. | | II | TE |
| Natural Mineral Waters (European Regional Standard) ((468)) (108-1981-XII) | Nitrates 45 mg/l, calculated as NO ₃ - | Handbuch Lebensmittel Chemie (1969) | | III | TE |
| Natural Mineral Waters (European Regional Standard) ((469)) (108-1981-XII) | Nitrates 45 mg/l, calculated as NO ₃ - | Examination of Water Pollution Control. WHO Pergamon Press (1982) Vol. 2, pp. 280-283 | | III | TE |

((note reference)) ; (standard-year-volume) ;

METHODS OF ANALYSIS CONSIDERED BY CCMAS LISTED BY STATUS

| COMMODITY | PROVISION AND LEVEL | METHOD | PRINCIPLE | TY | STATUS |
|--|--|--|---------------------------|----|--------|
| Natural Mineral Waters (European Regional Standard) ((474)) (108-1981-XII) | Sulphide 0.05 mg/l, calculated as H ₂ S | Handb. Spurenanal. 1974 | | II | TE |
| Natural Mineral Waters (European Regional Standard) ((475)) (108-1981-XII) | Hydrogen carbonate (Bicarbonate HC0 ₃) | Examination of Water Pollution Control. WHO Pergamon Press (1982) Vol. 2, pp. 170-175 | | I | TE |
| Natural Mineral Waters (European Regional Standard) ((489)) (108-1981-XII) | Total cyanide not more than 0.01 mg/l, calculated as CN | ISO 6703-1:1984 | | II | TE |
| Natural Mineral Waters (European Regional Standard) ((490)) (108-1981-XII) | Nitrites Not more than 0.005 mg/l, calculated as NO-2 | ISO 6777:1984 | | II | TE |
| Natural mineral waters (European Regional Standard) ((353)) (108-1981-XII) | Total dissolved solids < 1000 mg/L | Method described in the standard | Gravimetric | I | TE |
| Natural mineral waters (European Regional Standard) ((354)) (108-1981-XII) | Total organic matter ± 3 mg/L as oxygen | ISO 8467:1986 or AOAC (1990) 973.47 | Permanganate digestion | I | TE |
| Powdered sugar (Icing sugar) ((79)) (005-1981-III) | Sulphur dioxide < 20 mg/kg | ICUMSA (1979) 98-99 (for additive-free products) | Colorimetric | II | TE |
| Soft sugars ((82)) (006-1981-III) | Invert sugar in sugars with content <10% 0.3 - 12 % | ICUMSA (1979) 55-59 | Titrimetric | I | TE |
| Soft sugars ((86)) (006-1981-III) | Loss on drying < 4.5 %, < 3.0 % | ICUMSA (1979) 113-115, amended ICUMSA (19th) 348 | Gravimetric | I | TE |
| Soft sugars ((88)) (006-1981-III) | Sulphur dioxide < 40 mg/kg | ICUMSA (1979) 98-99 (to be confirmed) | Colorimetric | II | TE |
| Special Foods ((249)) (980-IX) | Copper, manganese, zinc, magnesium, iron Cu: >60 mg, Mn: >5 ug, Zn: >0.5 mg, Mg: >6 mg and Fe: >0.15 mg/100 kcal | AOAC (1990) 984.27 | ICP emission spectrometry | II | TE |
| Specified animal or mixed animal and vegetable fat products ((341)) (158-1987-XI) | Slip point 31 - 44 C | AOCS Official method Cc 3-25 | Open tube | I | TE |

((note reference)); (standard-year-volume);

METHODS OF ANALYSIS CONSIDERED BY CCMAS LISTED BY STATUS

| COMMODITY | PROVISION AND LEVEL | METHOD | PRINCIPLE | TY | STATUS |
|---|--|--|--------------|----|--------|
| Specified vegetable fat products ((327)) (157-1987-XI) | Slip point 31- 44 C | AOCS Official method Cc 3-25 | Open tube | I | TE |
| White sugar ((66)) (004-1981-III) | Invert sugar in sugars with content < 0.04% (m/m) | ICUMSA (1979) 59-61 | Titrimetric | I | TE |
| White sugar ((67)) (004-1981-III) | Invert sugar in sugars with content 0.1% (m/m) | ICUMSA (1979) 55-56 | Titrimetric | I | TE |
| White sugar ((70)) (004-1981-III) | Loss on drying < 0.1 % | ICUMSA (1979) 113-115, amended ICUMSA (19th) 348 | Gravimetric | I | TE |
| White sugar ((72)) (004-1981-III) | Sulphur dioxide 20 - 70 mg/kg | ICUMSA (1979) 98-99 | Colorimetric | II | TE |

NOTES

code

- 66 **Invert sugar in sugars with content**
 ICUMSA informed the WG that the Official method
 will be modified during 1992-94, to raise limit
 from < 0.02 to < 0.08%
- 67 **Invert sugar in sugars with content**
 See No 66
- 70 **Loss on drying**
 The Working Group was informed by ICUMSA that the Official
 method should be re-tested during 1992-94.
- 72 **Sulphur dioxide**
 The Working Group was informed by IUMSA that the
 Official method and a CEN alternative method should
 be tested during 1992-94.
- 77 **Loss on drying**
 Status retained until results of collaborative study are
 provided from ICUMSA through the delegation of the United
 Kingdom.
- 79 **Sulphur dioxide**
 See No 72
- 82 **Invert sugar in sugars with content <10%**
 The Working Group was informed by ICUMSA that a new method
 will be tested during 1992-94.
- 84 **Sulphated ash**
 The WG endorsed the method as Type I and requested
 information by ICUMSA on the applicability of the method
 to soft sugars.
- 86 **Loss on drying**
 See No 70
- 88 **Sulphur dioxide**
 See No 72
- 92 **Sulphur dioxide**
 The Working Group did not have data indicating that this
 method had been collaboratively studied and therefore
 classified it as Type IV.
- 96 **Sulphur dioxide**
 See No 92
- 104 **Sulphur dioxide**
 See No 92
- 105 **Anhydrous lactose**
 The Working Group endorsed the method as Type IV
 requesting comments provided by ICUMSA on the
 applicability of the method.
- 106 **Sulphated ash**
 The WG endorsed the method as Type IV and requested
 information by ICUMSA on the applicability of the method
 to lactose.
- 108 **pH**
 The Working Group endorsed the method as Type IV, but
 requested ICUMSA to provide information on the applicability
 of the method to lactose.
- 121 **Sulphur dioxide**
 See No 92
- 127 **pH**
 The Working Group endorsed the method as Type IV and
 requested ICUMSA to provide information on the applicability

NOTES

code

of the method to fructose.

- 249 **Copper, manganese, zinc, magnesium, iron**
The Working Group temporarily endorsed the method as Type II with the request that the Codex Committee on Food and Nutrition for Special Dietary Uses should confirm the applicability of the method to the standard and consider adopting a more generally available AAS method.
- 251 **Sodium and potassium**
See No 249
- 252 **Calcium and magnesium**
See No 249
- 253 **Ammonium**
See No 249
- 254 **Phosphorous**
See No 249
- 265 **Carbon dioxide**
The Working Group noted that the results of collaborative studies were not provided, and decided to include the method in an Appendix to the endorsed Codex methods.
- 267 **Ethanol**
The Working Group was informed that a recent method has been submitted to collaborative study and data will be available at the next session, provided by the delegation of the United Kingdom.
- 281 **Lead**
No collaborative study data was provided. The Working Group considered that the General Method (AOAC 1990 972.25) was a good method to measure lead in Fruit juices, and recommended that reference to IFJU method should be withdrawn by the Codex publication.
- 327 **Slip point**
A substitute method from ISO 6321:1991 was available, and the WG recommended that the Commodity Committee should consider replacement with this collaboratively studied method.
- 341 **Slip point**
See No 327
- 353 **Total dissolved solids**
Retained as temporary until results of collaborative study are provided. The WG recommended to include the method in an Appendix to the endorsed Codex methods.
- 354 **Total organic matter**
The Working Group recommended that the Commodity Committee specify which of the available procedures contained in the proposed ISO or AOAC methods are appropriate.
See also No 353
- 390 **Iron**
Status retained because the results of collaborative study were not provided. In view of the repeated request the WG recommended to put this method in an Appendix to the list of endorsed Codex Methods awaiting further development.
- 418 **Colour**
The Working Group received information by the ICC, however no collaborative study data was provided. The WG proposed the endorsement of the proposed method as Type IV, pending further development.
- 432 **Colour**
See No 418

NOTES

code

- 452 Barium See No 353
- 453 Arsenic This method was not endorsed because of concerns about its applicability at the maximum permitted level of 0.05 mg/l. The WG decided to include the method in an Appendix to the endorsed Codex methods, awaiting further development.
- 454 Barium See No 353
- 459 Chromium (VI) See No 353 The Working Group recommended that a more modern collaboratively studied general method such as ISO 9174:1990 or AOAC 947.27 should be considered by the Commodity Committee.
- 468 Nitrates See No 353. The Working Group noted that a spectrophotometric method was available ISO 7890:1991 (Part 1 and 2) and this should be recommended to the Commodity Committee.
- 469 Nitrates See No 353 and 459
- 474 Sulphide See No 353 The Working Group noted that a new method ISO 10530:1992 was available and should be considered by the Commodity Committee.
- 475 Hydrogen carbonate (Bicarbonate HC03) See No 353 The Working Group noted that a collaboratively studied method such as AOAC 920.194 was available.
- 489 Total cyanide Information from ISO indicates that the ISO method is applicable at levels as low as 10 microgram/L, but samples with such a low concentration of cyanide cannot be tested in a collaborative study for rapid decomposition of cyanide in samples. A ion chromatography method is being developed.
- 490 Nitrites SEE No 353
- 500 Erucic acid content The reference for the collaborative study for the IUPAC Method for Erucic Acid is Pure & Applied Chemistry, Vol 56, No 2, pp.301-304, 1984. The IUPAC Method 2.311 and the ISO 8209:1986 are technically equivalent, indeed virtually identical apart from the format.
- 503 Ash It was noted that the ISO method was under revision on the basis of ICC 104/1 and that only the high temperature procedure (900 C) was included in the new text. The WG temporarily endorsed an AOAC method working at 550 C and requested the Commodity Committee on the applicability of the method.
- 509 Granularity The WG temporarily endorsed this method but recommended that ISO should refer at the next session on the correlation for test sieves of ISO and British Standard.
- 513 Ash The WG noted that ISO method was under revision and that only the high temperature method was included in the revision. The WG endorsed an AOAC method working at 550 C, identical to the unrevised ISO method. AOAC was requested to include this

NOTES

code

surplus method in the next edition of Off.Meth. of Analysis.

- 518 **Water capacity of container**
Ref. Alinorm 91/18 para. 135 and Alinorm 91/40 para 316
- 521 **Net contents**
Ref. Alinorm 91/40 para 316
- 522 **Net contents**
Ref. Alinorm 91/40 para. 316
- 523 **Net contents**
Ref. Alinorm 91/40 para 316.
- 524 **Net contents**
Ref. Alinorm 91/40 para. 316
- 528 **Vinyl Chloride Monomer**
This method was only endorsed for vinyl chloride monomer in packaging material.
- 530 **Vinyl Chloride Monomer**
Results of collaborative study were published in J. Assoc. Publ. Analysts, 1982, 20, 55-65