

# COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS



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



Organisation  
mondiale de la Santé

F

Viale delle Terme di Caracalla, 00153 Rome, Italie - Tél: (+39) 06 57051 - Courrier électronique: [codex@fao.org](mailto:codex@fao.org) - [www.codexalimentarius.org](http://www.codexalimentarius.org)

Point 4.2 de l'ordre du jour

CX/MAS 25/44/5

Avril 2025

## PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES COMITÉ DU CODEX SUR LES MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE

Quarante-quatrième session

Session en ligne

5-8 et 14 mai 2025

### DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN EAU DE LA POUDRE DE LACTOSÉRUM

*(Rédigé par la Nouvelle-Zélande avec l'aide de l'Australie, du Brésil, de l'Union européenne, de l'Uruguay et de la Fédération internationale du lait (FIL))*

#### GÉNÉRALITÉS

1. Le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (CCMAS), lors de sa 43e session (2024), est convenu que l'Australie, le Brésil, l'Union européenne (UE), la Nouvelle-Zélande, l'Uruguay et la Fédération internationale du lait (FIL) (ci-après dénommée le groupe) devraient élaborer un document de travail sur l'application de la détermination du taux d'humidité,<sup>1</sup> afin de:
  - i. recueillir toutes les données, y compris les valeurs aberrantes, des études sur la détermination de l'humidité dans la poudre de lactosérum selon la méthode à 102°C et les données liées à la validation ISO 5537|IDF 26 et les partager au sein du groupe;
  - ii. si nécessaire, recueillir des données comparatives supplémentaires sur la détermination de l'humidité dans les poudres de lactosérum selon les deux méthodes (méthode à 102 °C contenue dans la norme *Méthodes d'analyse et d'échantillonnage recommandées* (CXS 234-1999 – appendice III, ISO 5537 | FIL 26), à fournir et à partager au sein du groupe;
  - iii. évaluer, sur la base de ces données, si la méthode à 102°C pourrait être exceptionnellement répertoriée comme Type IV pour la détermination de l'humidité dans les poudres de lactosérum, avec la note «En raison de l'accessibilité à l'équipement et de l'étalonnage de la méthode ISO 5537 | IDF 26, la méthode telle que décrite à l'appendice III est répertoriée comme de Type IV»;
  - iv. soumettre une recommandation pour examen par le groupe de travail en présentiel (GTP) chargé de la confirmation des méthodes avant la quarante-quatrième session du Comité (2025).

#### RÉSUMÉ

2. La Nouvelle-Zélande a animé un processus impliquant des représentants de l'Australie, du Brésil, de l'UE, de l'Uruguay et de la FIL pour entreprendre les actions prévues par la 43e session du Comité.
3. La Nouvelle-Zélande tient à remercier tous les représentants (et les collègues experts) pour leur persévérance et leur volonté d'assister aux réunions en ligne, de fournir des informations techniques et, surtout, de répondre à toutes les demandes de manière opportune et éclairée et de travailler activement et positivement ensemble pour garantir la solidité du processus.
4. Les points clés et les informations complémentaires pour chaque proposition sont présentés dans l'appendice I, tableau 1 et tableau 2.

#### DÉBAT

5. En mai 2024, la Nouvelle-Zélande a défini le processus prévu pour l'élaboration du document de travail sur la détermination de l'humidité dans les poudres de lactosérum (*Norme pour les poudres de lactosérum* (CXS 289-1995)) – évaluation de la méthode candidate de type IV. Dans ce travail la Nouvelle-Zélande a exercé le rôle du président, en facilitant le processus et en rassemblant les informations. En assumant le rôle du président, la Nouvelle-Zélande est restée neutre tout au long du processus.
6. Ce processus comprenait ce qui suit:

---

<sup>1</sup> REP24/MAS paragraphes 17 et 20 (vi)

- Les données brutes ont été partagées à partir de tests avec la méthode à 102 °C et/ou la méthode ISO/IDF sur la poudre de lactosérum.
  - Examen/analyse croisé. Chaque participant était libre de faire son propre examen/analyse en impliquant d'autres participants selon les besoins et agissant à sa manière. Le résumé était déjà disponible, pour la méthode à 102 °C de la part des pays d'Amérique latine et des Caraïbes (ALC) et pour la méthode FIL/ISO de la part de FIL/ISO. On pouvait au moins raisonnablement s'attendre à ce que les pays d'Amérique latine et des Caraïbes examinent les données de FIL/ISO, et que les données de ces pays soient examinées par FIL/ISO.
  - Les résultats obtenus de chaque participant seraient partagés et l'examen comprendrait: des remarques générales, une analyse statistique des données, faisant référence au principe/à la méthode utilisée pour évaluer les données (comme la méthode ISO 5725).
  - Les prochaines étapes seraient décidées en fonction des résultats des débats. Une introduction a été présentée au groupe définissant le processus prévu pour l'élaboration du document de travail sur la détermination de l'humidité dans les poudres de lactosérum (Norme pour les poudres de lactosérum (CXS 289-1995)) – évaluation de la méthode candidate de type IV.
7. En juin 2024, la Nouvelle-Zélande a partagé avec le groupe les données brutes issues des tests effectués avec la méthode à 102 °C et/ou la méthode ISO 5537 | IDF 26 sur les poudres de lactosérum fournies par l'Uruguay et la FIL. Le groupe a entrepris un examen/analyse croisé de ces données et les observations de chaque participant ont été partagés avec le groupe.
8. En décembre 2024, la Nouvelle-Zélande a convoqué une réunion en ligne du groupe pour discuter des données fournies et des observations reçues jusqu'à cette date.
9. Les observations ont soulevé une série de préoccupations techniques, à savoir:
- Aucune information n'était disponible sur la structure de l'étude. A-t-elle été réalisée conformément à la norme ISO 5725?
  - Aucune information n'était disponible sur la stabilité et l'homogénéité de l'échantillon.
  - Une analyse multiple a-t-elle été effectuée sur le même échantillon ou bien des échantillons multiples de la même poudre de lactosérum ont-ils été fournis à chaque laboratoire?
  - Aucun détail sur la méthode de séchage appliquée n'a été partagé avec les participants.
  - Aucune mention n'a été faite quant à d'éventuelles observations de la part des participants.
  - Le laboratoire 8 apportant une valeur aberrante de Grubbs et le laboratoire 4 apportant une valeur aberrante de Cochran, seul restaient les données de 6 laboratoires pour le calcul des paramètres de précision.
  - Les données de répétabilité et de reproductibilité obtenues différaient de celles présentées:  $r = 0,25$  et  $R = 0,72$  (contre  $r = 0,195$  et  $R = 1,233$ , comme indiqué dans le document CX/MAS 23/42/3 Add.1).
    - L'un des fichiers de données « idf\_wmp 102c method.xlsx » a été remplacé par « idf wmp 102 using AOAC template outliers removed.xlsx ». Les deux fichiers étaient à la disposition du groupe pour faire connaître quelles observations avaient été supprimées en tant que valeurs aberrantes.
    - En outre, l'Uruguay a demandé des « informations supplémentaires relatives à l'étude de validation ISO 5537 | IDF 26 ». C'était pour mieux comprendre les rejets dans le cadre de leur examen du traitement statistique des données d'humidité par la norme ISO 5537 | IDF 26, c'est-à-dire l'analyse des causes qui a conduit à l'élimination des valeurs aberrantes requises par la norme ISO 5725-2. Ces informations ont été fournies à l'Uruguay par la FIL et comprenaient le modèle AOAC et la version DIS de la norme ISO5725-2.
    - La FIL a également indiqué que la norme ISO 5725-2 ne traite généralement que du cas particulier des données en double aveugle ( $n = 2$ ), mais qu'une partie ultérieure de la norme ISO 5725 s'étend aux cas avec  $n > 2$ , et que les tests de valeurs aberrantes sont destinés à indiquer est-ce qu'une observation pourrait être une valeur aberrante et alors il appartiendrait au statisticien et au directeur de l'étude de décider si la suppression fournit de meilleures estimations de  $r$  et  $R$  que ce qui est reflété par la réalité de l'utilisation courante.
10. En février 2025, la Nouvelle-Zélande a résumé les réponses du groupe suite à la réunion de décembre. Un contexte, des options et des questions basées sur ces options ont été envoyés au groupe pour examen avant la prochaine réunion en mars 2025, qui se trouvent à l'appendice II.

11. En mars 2025, la Nouvelle-Zélande a convoqué une réunion en ligne du groupe pour discuter des questions et des observations à ce sujet, et pour examiner le contenu d'un document de travail à soumettre à l'examen par le Comité, à sa 44e session. Les observations principales soulevées lors de cette réunion figurent à l'appendice III. Les participants de la réunion sont convenues:
- qu'il n'existait pas de consensus;
  - que les deux positions devraient être présentées au Comité;
  - qu'il fallait exposer le processus qui a été suivi, signaler qu'aucun consensus n'a été atteint et préparer un document de travail avec les deux options à présenter au groupe de travail sur la confirmation des méthodes qui se réunira avant la 44e session du CCMAS.
12. La séquence des activités du groupe est présentée à l'appendice I, tableau 3.

### **CONCLUSION**

13. Aucun consensus n'a été obtenu et deux propositions sont soumises à l'examen par le Comité, et il appartiendra au Comité de décider, lors de sa 44e session, si les données fournies sont adéquates pour soutenir la confirmation. Les propositions sont les suivantes:
- **Proposition 1:** les données fournies soutiennent la confirmation de la méthode à 102 °C en tant que type IV pour les poudres de lactosérum, et avec des notes explicatives sur les conditions d'utilisation en notes de bas de page dans la norme CXS 234-1999.
  - **Proposition 2:** les données fournies ne permettent pas de confirmer la méthode à 102°C pour les poudres de lactosérum, et l'essai multi-laboratoires doit être répété, accompagné d'une étude comparative pour estimer le biais par rapport à la méthode ISO 5537 | IDF 26.

### **RECOMMANDATION**

14. Le Comité est invité à:
- i. examiner les deux propositions présentées au paragraphe 13 sur la base des informations fournies à l'appendice I, tableau 1: Points clés pour chaque proposition;
  - ii. décider si les données fournies sont adéquates pour soutenir la confirmation.

Tableau 1: Points clés pour chaque proposition

Proposition 1: Soutenir la confirmation de la méthode à 102 °C en tant que type IV pour les poudres de lactosérum	Proposition 2: Ne pas soutenir la confirmation de la méthode à 102 °C en tant que type IV pour les poudres de lactosérum
<p>Suite à l'examen des données complètes, y compris les valeurs aberrantes, issues d'études sur la détermination de l'humidité dans les poudres de lactosérum selon la méthode à 102 °C et des données relatives à la validation de la méthode ISO 5537   IDF 26, la méthode à 102 °C <b>est soutenue</b> d'être classée exceptionnellement comme Type IV pour la détermination de l'humidité dans les poudres de lactosérum, avec la note « En raison de l'accessibilité à l'équipement et de l'étalonnage de la méthode ISO 5537   IDF 26, la méthode telle que décrite à l'appendice III est classée comme Type IV » dans la norme 234</p> <p>Les points clés:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Les pays d'Amérique du Sud ne demandent pas d'équivalence, la méthode de type I serait toujours utilisée en cas de litiges avec la méthode de type IV utilisée dans les applications plus courantes.</li> <li>• L'utilisation de la méthode à 102 °C comme méthode traditionnelle est destinée à des fins nationales et de contrôle. La méthode ISO 5547   IDF 91 sera utilisée en cas de litige.</li> <li>• Au sujet des réserves concernant l'introduction d'un précédent potentiel de coexistence de méthodes de type I et de type IV - la confirmation en tant que méthode de type IV n'est demandée qu'à titre exceptionnel, vu que cela a déjà été fait pour l'une des méthodes relatives aux graisses et aux huiles</li> <li>• Il existe des différences dans la conception expérimentale utilisée pour l'examen des méthodes</li> <li>• Les deux conceptions présentent des incertitudes similaires selon la norme ISO 5725 et sont donc adaptées à leur objectif.</li> <li>• Il existe peu de différences dans les tests statistiques effectués <ul style="list-style-type: none"> <li>- Les deux méthodes de traitement des données sont conformes à la norme ISO 5725</li> </ul> </li> <li>• Il existe des différences dans les critères d'exclusion des valeurs aberrantes; l'exclusion des valeurs aberrantes est basée sur des écarts</li> </ul>	<p>Suite à l'examen des données complètes, y compris les valeurs aberrantes, issues d'études sur la détermination de l'humidité dans les poudres de lactosérum selon la méthode à 102 °C et des données relatives à la validation de la méthode ISO 5537   IDF 26, la méthode à 102 °C <b>n'est pas soutenue</b> d'être classée comme Type IV pour la détermination de l'humidité dans les poudres de lactosérum, avec la note « En raison de l'accessibilité à l'équipement et de l'étalonnage de la méthode ISO 5537   IDF 26, la méthode telle que décrite à l'appendice III est classée comme Type IV »</p> <p>Les points clés:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Les données actuelles des essais multi-laboratoires pour la méthode à 102 °C sont insuffisantes pour tirer des conclusions définitives quant à l'adéquation à son l'objectif: <ul style="list-style-type: none"> <li>- Les données ont été examinées selon le protocole AOAC qui est équivalent aux normes IUPAC et ISO5725.</li> <li>- L'analyse des données sans supprimer les valeurs aberrantes donne des valeurs/estimations de précision inférieures à celles de la norme ISO5537   IDF 26. La suppression des valeurs aberrantes améliore la précision mais elle soulève des questions sur le nombre de laboratoires qui amène à constater que l'étude n'est pas concluante.</li> </ul> </li> <li>• Une comparaison avec la méthode ISO5537   IDF 26 est requise en raison du biais potentiel de la méthode à 102 °C pour les poudres de lactosérum; l'évaluation du biais (exactitude) est requise par le Manuel de procédure du Codex.</li> <li>• Le groupe a constaté des différences entre les données récapitulatives de la poudre de lactosérum acide (AWP) basées sur les données brutes de l'Uruguay fournies au groupe et les données récapitulatives de l'étude collective LAC 2022 rapportées précédemment au CCMAS. Le Comité, à sa 44e session, devrait envisager de modifier les données récapitulatives de l'étude collective LAC 2022 présentées dans les documents CX/MAS 23/42/3 Add.1 et MAS43/CRD19.</li> </ul>

**Proposition 1:** Soutenir la confirmation de la méthode à 102 °C en tant que type IV pour les poudres de lactosérum

statistiques et physiques, en particulier lorsqu'il s'agit d'études de validation de méthodes.

- Il n'existe pas d'études comparatives des deux méthodes sur la poudre de lactosérum.

**Proposition 2:** Ne pas soutenir la confirmation de la méthode à 102 °C en tant que type IV pour les poudres de lactosérum

- Des contrôles sur la méthode à 102 °C sont nécessaires dans l'appendice III, notamment en ce qui concerne le contrôle de l'humidité et le contrôle de la température.
- La méthode à 102 °C pose des problèmes lors du test de produits contenant du lactose à des niveaux supérieurs à ceux trouvés dans le lait entier en poudre et le lait écrémé en poudre.
  - Des températures supérieures à 90 °C provoquent des changements de couleur et le lactose commence à perdre son eau de cristallisation.
  - Ceci explique pourquoi la précision est plus faible pour les poudres de lactosérum que pour le lait en poudre ordinaire (SMP et WMP).
  - La base du classement de type IV de la méthode à 102 °C pour le lait écrémé en poudre et le lait entier en poudre est étayée par les données de l'étude de Grobecker et al. (1999).
- La confirmation de la méthode en tant que type IV soulève la question de la coexistence de méthodes de type I et de type IV et la possibilité que plusieurs méthodes de type IV pourrait créer des problèmes à l'avenir.
- Il n'existe pas d'études comparatives des deux méthodes, car la méthode à 102 °C a été abandonnée pour ne pas être adaptée à l'objectif visé et une méthode alternative adaptée à l'objectif visé a été développée dans la norme ISO 5537 | IDF 26. La méthode à 102 °C est considérée comme inadaptée à la détermination de l'humidité dans la poudre de lactosérum en raison des problèmes spécifiques liés à ce type de matrices. Il n'y avait aucun facteur permettant de faire une telle comparaison entre les deux méthodes.

En outre, et en raison de la complexité du sujet, les informations à l'appui des propositions, ainsi que la séquence des activités, y compris les informations techniques fournies par les représentants au groupe pour examen et prise en considération, sont présentées ci-dessous dans les tableaux 2 et 3. La mise à disposition de ces informations générales est importante pour un examen plus approfondi par le Comité, à sa 44e session.

**Tableau 2: Informations plus détaillées sur chaque proposition**

**Proposition 1:** Soutenir la confirmation de la méthode à 102 °C en tant que type IV pour les poudres de lactosérum

Q1: Est-ce qu'il est nécessaire d'avoir une validation de données supplémentaires pour la méthode du four à 102 °C, étant donné que cette méthode répond à la définition de méthode Codex de type IV vu qu'il s'agit d'une méthode qui a été utilisée traditionnellement, et au regard des preuves techniques examinées et des aspects d'applicabilité parmi d'autres critères de sélection de méthodes définies dans le Manuel de procédure du Codex.

[sur la base de l'option 1.1]

**Proposition 2:** Ne pas soutenir la confirmation de la méthode à 102 °C en tant que type IV pour les poudres de lactosérum

Q1 : les données actuelles sont-elles adéquates ou une étude de validation complète doit-elle être réalisée et, si oui, quelle sera la forme de cette étude, en particulier est-ce qu'elle doit inclure une estimation du biais par rapport à la méthode ISO 5537?

[sur la base des options 2.1, 2.2 et 2.3]

- Il faut noter que les données actuelles démontrent qu'avec toutes les données des participants prises en compte, la précision pour la poudre de lactosérum est « insatisfaisante » ou bien si on supprime un nombre important de « valeurs aberrantes », l'étude est « non concluante ». Par conséquent, cela ne justifie pas spécifiquement l'inclusion de la « méthode du four à 102 °C » comme adéquate pour confirmation par le Comité, et qu'une étude plus approfondie est le seul moyen à notre disposition pour traiter cette question.
- Si une étude supplémentaire est réalisée, il serait conseillé de concevoir l'étude de manière à garantir un résultat «concluant», mais également de suggérer l'inclusion de certains, voire de tous les «contrôles» supplémentaires suggérés pour voir comment les participants peuvent se conformer à ces «contrôles supplémentaires» (et avoir ou ne pas avoir des problèmes à ce sujet), et également d'offrir une orientation à toute mise à jour requise de la méthode pour constater si la «méthode du four à 102 °C» s'avère «adaptée à l'objectif visé» pour les poudres de lactosérum.
- Il convient de noter que bon nombre de ces « contrôles » seraient conformes à l'accréditation ISO 17025 (ou équivalent), par exemple les chambres à température contrôlée, y compris les fours, dont les spécifications initiales des fabricants prévoient un contrôle de la température à «102 ± 2 °C», puis un étalonnage de l'uniformité spatiale tous les 3 ans en utilisant la norme IEC 60068 sur 3 points dans la plage de température; la vérification de la température chaque année; et lors de l'utilisation, la surveillance de la température à au moins un point; plus l'inclusion systématique de matériaux de référence; les évaluations des cartes de contrôle des tests.
- L'examen indépendant des données de l'étude collective utilisant la

**Proposition 1:** Soutenir la confirmation de la méthode à 102 °C en tant que type IV pour les poudres de lactosérum

**Proposition 2:** Ne pas soutenir la confirmation de la méthode à 102 °C en tant que type IV pour les poudres de lactosérum

méthode décrite à l'appendice III de la norme CXS 234-1999 (séchage au four à 102 °C) a montré que deux des laboratoires participants ont été identifiés en présentant des valeurs aberrantes (une valeur aberrante de Cochran, en raison d'une variation accrue à l'intérieur du laboratoire, une valeur aberrante de Grubbs en raison de variations interlaboratoires accrues). En supprimant les données aberrantes de ces deux laboratoires, il ne restait que six ensembles de données pour une évaluation statistique plus approfondie. Les normes internationales largement acceptées pour la validation multi-laboratoires des méthodes d'essai, par exemple ISO 5725, exigent au moins huit ensembles de données. Par conséquent, tous les évaluateurs sont convenus que les résultats de l'étude n'étaient pas concluants. Par conséquent, les données actuelles ne sont pas suffisantes pour confirmer la méthode comme méthode de type IV pour la détermination de l'humidité dans la poudre de lactosérum et l'étude collective doit être répétée, où la conception de l'étude doit garantir que suffisamment de données utilisables seront disponibles pour une évaluation statistique.

Q2 : les données actuelles sont-elles adéquates ou une validation supplémentaire des données doit-elle être effectuée ?

[sur la base de l'option 1.2]

Q2 : les informations supplémentaires sur les contrôles nécessaires lors de l'utilisation de l'ancienne méthode doivent-elles être incluses dans l'appendice III de la norme CXS 234?

[sur la base de l'option 2.4]

- Il n'est peut-être pas nécessaire d'inclure spécifiquement tous ces contrôles dans la méthode, car certains seraient recommandés pour les laboratoires impliqués dans le contrôle des importations et des exportations de produits alimentaires avec des accréditations ISO 17025 (ou équivalentes) (voir CXG 27 - 1997 *Les Directives relatives à l'évaluation de la compétence des laboratoires impliqués dans le contrôle de l'importation et de l'exportation de denrées alimentaires*) et utilisant potentiellement la « méthode du four à 102 °C ».
- Le risque pour l'exactitude et la précision dû à la dégradation potentielle de l'échantillon de lactosérum à la « température de 102 ± 2 ° C », aux fluctuations de température élevées (au-dessus de la « température de 102 ± 2 ° C » pendant les essais sans contrôles efficaces de la température, à la réadsorption rapide de l'humidité au cas où l'environnement du laboratoire n'est pas contrôlé, ainsi qu'à la

**Proposition 1:** Soutenir la confirmation de la méthode à 102 °C en tant que type IV pour les poudres de lactosérum

**Proposition 2:** Ne pas soutenir la confirmation de la méthode à 102 °C en tant que type IV pour les poudres de lactosérum

différence de sensibilité relative entre la «méthode du four à 102 °C» et la «méthode ISO 5537 | IDF 26» : 2004' qui résulte en grande partie des différentes masses d'échantillons, et que la «méthode du four à 102 °C» ne peut pas augmenter en raison de la mécanique du processus de séchage «à plat» par rapport au processus de séchage «à colonne».

- Il est généralement admis que les résultats obtenus par la méthode de séchage à 102 °C sont particulièrement affectés par l'humidité relative de l'air dans le laboratoire où le test est effectué (de Knecht & van den Brink, International Dairy Journal 8 (1998) 733-738), ce qui conduit à un écart type relativement élevé dans des conditions de reproductibilité. Par conséquent, les conditions environnementales du laboratoire, en particulier l'humidité, doivent être soigneusement contrôlées, tandis que les autres facteurs semblent moins importants.



<b>Contexte: Les conclusions du groupe</b>	
<ul style="list-style-type: none"> <li>En examinant les données de performance de la norme ISO 5537   IDF 26:2023 et de la méthode du four à 102 °C, ceci est en faveur du maintien de la méthode ISO 5537   IDF 26 comme méthode de type I, compte tenu de la limitation de l'applicabilité de la méthode, mais il n'y a toujours pas de consensus sur la question de savoir si la méthode du four à 102 °C doit être approuvée comme méthode de type IV pour les poudres de lactosérum. Certains participants considèrent que même si la norme ISO 5537   IDF 26 n'avait pas de chiffres de précision supérieurs à la «méthode du four à 102 °C», la méthode du four à 102 °C répond pleinement à la définition de la méthode de type IV du Codex puisqu'il s'agit d'une méthode qui a été utilisée traditionnellement et qui est adaptée à l'objectif visé quant à la sécurité sanitaire des aliments et au marché commercial. Les deux méthodes sont conformes aux critères de performance du Codex pour les méthodes d'analyse définies dans le Manuel de procédure du Codex.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>En examinant les données de performance de la norme ISO 5537   IDF 26: 2004 et de la méthode du four à 26 °C, ceci est en faveur du maintien de la méthode ISO 5537   IDF 26: 2004 comme méthode de type I, mais il n'y a toujours pas de consensus sur la question de savoir si la méthode du four à 26 °C doit être confirmée comme méthode de type IV pour les poudres de lactosérum.</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>En prenant en considération la conception expérimentale des études interlaboratoires pour l'AWP, après l'évaluation statistique individuelle des membres du groupe de la «méthode du four à 102 °C» et la méthode ISO 5537   IDF 26 les avis exprimés sont les suivants, <ul style="list-style-type: none"> <li>Certains participants ont constaté, lors de l'évaluation statistique des données originales de huit participants individuels pour l'humidité AWP par la «méthode du four à 102 °C» à partir de l'étude collective LAC 2022, les données d'au moins deux et peut-être trois des participants se sont avérées représenter des «valeurs aberrantes». Cela rend l'ensemble des données révisé trop petit (5 à 6 des 8 laboratoires d'origine), ce qui rend l'étude «non concluante».</li> <li>D'autres participants ont constaté que les études interlaboratoires LAC et FIL ont des conceptions d'expériences différentes (LAC 7-8 laboratoires avec 5 répétitions chacun / total 35-45 résultats individuels, IDF 12-11 laboratoires par duplicata chacun / total 22-24 résultats individuels) qui fournissent des incertitudes comparables compte tenu de l'approche ISO 5725-2.</li> </ul> </li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Après une évaluation statistique individuelle des données originales des huit participants concernant l'humidité de la poudre de lactosérum acide (AWP) par la «méthode du four à 102 °C» de l'étude collective LAC 2022, les données d'au moins deux et peut-être trois des participants se sont avérées d'être des «valeurs aberrantes». Cela rend l'ensemble des données révisé trop petit (5 à 6 des 8 laboratoires d'origine), ce qui rend l'étude «non concluante».</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>Des différences ont été constatées en rapport avec l'analyse statistique des données des études LAC et FIL. L'analyse des</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Les données du tableau récapitulatif 4 de l'étude collective LAC 2022 concernant la teneur en eau de la poudre de lactosérum V01 241214LF</li> </ul>

<p>données de l'étude collective LAC inclut comme critères d'élimination des valeurs aberrantes le test de Cochran et Grubbs tandis que la méthode FIL comprend des critères supplémentaires (tests h et k). Les deux analyses de données sont conformes aux recommandations de la norme ISO 5725-2. Des différences ont été constatées entre l'analyse des données des participants du groupe.</p>	<p>envoyées par courrier électronique le 14 décembre 2024 par l'Uruguay différent désormais considérablement des données récapitulatives soumises au CCMAS fournies pour l'AWP dans le document CX/MAS 23/42/3 Add.1 page 10 Tableau 2 et le document MAS43/CRD19 page 5 Tableau 2, mais le résumé statistique de l'Uruguay fourni le 14 décembre 2024 concorde mieux avec les évaluations statistiques des autres membres du groupe. Cela signifierait également que les valeurs de la page 5 du tableau 3 du document MAS43/CRD19, Humidité 102 ° C (pression normale), devraient également être modifiées.</p>
<ul style="list-style-type: none"> <li>Des différences ont été constatées en rapport avec l'analyse statistique des données des études LAC et IDF entre les critères concernant le rejet des données qui conduisent à des résultats de précision légèrement différents entre les deux méthodes. Les analyses statistiques de l'étude collective LAC sont alignées sur la norme ASTM E178-21 qui recommande de rejeter les valeurs aberrantes uniquement en cas de découverte d'écarts statistiques ou physiques, ce qui est conforme aux critères d'impartialité établis dans la plupart des normes ISO, tandis que l'analyse des données IDF prévoit des critères de rejet supplémentaires pour prendre en compte les valeurs aberrantes selon la recommandation des experts techniques.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>L'analyse des valeurs aberrantes a été réalisée en stricte conformité avec la norme ISO 5725. La norme ISO 5725 exige d'abord d'obtenir une indication sur les valeurs aberrantes possibles en effectuant des analyses statistiques Mandel h et k, puis de les confirmer avec le test de Cochran et Grubbs. Le test de Cochran et Grubbs est décisif, à condition qu'il existe un fondement solide provenant d'informations supplémentaires fournies par le participant sur la suppression de ces paires de données. Aucun critère supplémentaire n'a été appliqué dans le processus d'évaluation des valeurs aberrantes avec l'extension de la norme ISO 5536 IDF 26 aux poudres de lactosérum.</li> </ul>
<p><b>Options:</b></p>	
<p><u>Option 1.1</u></p> <p>Demander au Comité, à sa 44e session, de réévaluer si la «méthode du four à 102 °C» pour l'AWP devrait être considérée comme adaptée à l'objectif visé en tant que méthode de type IV.</p>	<p><u>Option 2.1</u></p> <p>Les données récapitulatives LAC PT 2022 pour l'AWP présentées doivent être modifiées sur la base des résumés statistiques présentés au groupe et il faut demander au Comité, à sa 44e session, de réévaluer si la «méthode du four à 102 °C» doit être jugée adaptée à l'objectif visé en tant que méthode de type IV, en tenant compte des observations du groupe.</p>
<p><u>Option 1.2</u></p> <p>Constater que la demande concernant la «méthode du four à 102 °C» a été refusée par plusieurs participants du groupe (mais en l'absence de consensus dans le groupe) car il n'y avait pas de preuve claire des performances de la méthode fournie au groupe à partir des données de l'étude collective LAC 2022 pour l'AWP pour confirmer qu'elle était «adaptée à l'objectif visé».</p>	<p><u>Option 2.2</u></p> <p>Constater que la demande concernant la «méthode du four à 102 °C» a été refusée par une majorité du groupe (mais en l'absence de consensus dans le groupe) car il n'y avait pas de preuve claire des performances de la méthode fournie au groupe à partir des données de l'étude collective LAC 2022 pour l'AWP pour confirmer qu'elle était «adaptée à l'objectif visé» sur la base de la précision mais aussi de la justesse. Alors que la norme CXS 234 répertorie d'autres méthodes sans données de validation comme étant de type IV, la particularité de</p>

	la demande ici est d'ajouter une méthode comme alternative à une méthode de type I. Par conséquent, la justesse est un aspect clé pour démontrer l'adéquation à l'objectif visé.
<p><u>Option 1.3</u></p> <p>Il est suggéré d'apporter des modifications à la «méthode du four à 102 °C» pour l'AWP avec des contrôles supplémentaires pour, si possible, fournir une meilleure précision. En voici quelques-unes:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Indiquer dans la méthode, la limite de répétabilité «r» et la limite de reproductibilité «R» et un nombre suffisant de répétitions au sein d'un lot analytique pour l'évaluation de la limite de répétabilité. Inclure un échantillon « témoin » en double dans chaque lot analytique pour rendre possible une évaluation de la conformité.</li> <li>- inclure des matériaux de référence dans chaque lot analytique;</li> <li>- inclure systématiquement des matériaux de référence certifiés (s'ils deviennent disponibles)</li> </ul>	<p><u>Option 2.3</u></p> <p>L'examen des données individuelles des participants pour l'AWP à partir de l'ensemble de données du test d'aptitude LAC 2022 (PT) a montré des disparités avec les données récapitulatives statistiques fournies dans les documents CX/MAS 23/42/3 Add.1 et MAS43/CRD19, toutes les données des autres matrices de lait en poudre doivent être examinées pour identifier toute autre anomalie et corrigées ensuite. La précision et la justesse ont été démontrées pour le lait entier et écrémé, voir réf. [1] et réf. [2].</p>
	<p><u>Option 2.4</u></p> <p>Il est suggéré d'apporter des modifications à la «méthode du four à 102 °C» avec des contrôles supplémentaires pour, si possible, fournir une meilleure précision; cela nécessiterait une étude collective supplémentaire pour la validation, tout en notant qu'il n'y a aucune garantie que le résultat de la validation répondra à la démarche-critères, si la température de séchage de 102 °C est fondamentalement «inadaptée à l'objectif visé» pour les poudres de lactosérum. En voici quelques-unes:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>a. Inclure dans la méthode que l'analyste enregistre les «conditions environnementales pendant la mesure», c'est-à-dire la température et l'humidité du laboratoire. Lorsque l'humidité relative doit être maintenue entre 40 % et 60 %, ce qui correspond aux limites recommandées par la plupart des fabricants de balances et par l'OIML R 111. De plus, pour une mesure de haute précision, la température ne doit pas varier de plus de <math>\pm 1</math> °C sur une période</li> </ul>

[1] Grobecker et al. 1999. Détermination de la teneur en eau du lait en poudre: Rapport d'une étude collective réalisée au cours de la période juin-juillet 1999. Rapport de la Commission européenne, EU-DG JRC-IRMM & IHCP

[2] de Knecht, R.J. & van den Brink, H. 1998. Improvement of the Drying Oven Method for the Determination of the Moisture Content of Milk Powder. Int. Dairy J. 8, p 733-738.

de 24 heures tout au long de l'année et ne doit pas varier de plus de 0,5 °C au cours d'une série de mesures (généralement moins d'une heure). Sinon, un environnement de travail confortable est considéré comme étant entre 20 et 25 °C.

- b. indiquer dans la méthode des exemples de modèles/marques de fours de séchage qui peuvent atteindre une variation spatiale de la chambre du four de  $102 \pm 2$  °C, car cela n'est pas facile à réaliser.
- c. Étant donné que la norme ISO 5537:IDF 26:2004 utilise un échantillon d'essai de 5,0 g $\pm$ 0,3 g et que la «méthode du four à 102 °C» utilise un échantillon d'essai de 1 g à 1,5 g, pour obtenir une sensibilité comparable pour la même perte de poids par les deux méthodes, la «méthode du four à 102 °C» peut nécessiter l'utilisation d'une balance analytique avec une sensibilité de 3.3-5 fois supérieure. Les spécifications de balance analytique disponibles peuvent atteindre, pour une plage allant jusqu'à 30 g, une lisibilité de 0,01 mg et une répétabilité de 0,03 mg.
- d. Examiner si une meilleure évaluation du point final est disponible au lieu du « poids constant de 0,5 mg » ou utilisez alternativement un « seuil de poids constant » inférieur, par exemple 0,2 mg, car nous doutons que le point final soit en corrélation avec un point d'inflexion sur la courbe de séchage. Cela devrait augmenter la reproductibilité, mais, si possible, en ne pas modifiant le point final de manière significative et nécessiterait une balance analytique avec une sensibilité plus grande que celle actuellement spécifiée.
- e. Indiquer dans la méthode, la limite de répétabilité «r» et la limite de reproductibilité «R» et un nombre suffisant de répétitions au sein d'un lot analytique pour l'évaluation de la limite de répétabilité. Le Bulletin de l'étude collective IDF 2023 donne une spécification de répétabilité et de reproductibilité modifiée pour la norme ISO 5537 | IDF 26 : 2004 sur la base des données de leur étude collective. Une évaluation et une spécification similaires pourraient être dérivées pour la «méthode du four à 102 °C» sur la base des données d'une «deuxième étude collective plus vaste avec des contrôles de paramètres de méthode supplémentaires» et donner une orientation de compétence et de contrôle qualité continu. Inclure un échantillon « témoin » en double dans chaque lot analytique pour rendre possible une évaluation de la conformité.
- f. Inclure des matériaux de référence dans chaque lot analytique;

- g. Inclure systématiquement des matériaux de référence certifiés (s'ils deviennent disponibles)
- h. L'évaluation des cartes de contrôle entre les lots analytiques a le potentiel de garantir que la répétabilité et la reproductibilité restent dans les limites.

Il est à noter que l'introduction des contrôles mentionnés, lorsqu'ils sont déjà réalisables en fonctionnement de routine, rendra la méthode à 102 °C plus complexe et laborieuse dans son exécution que la méthode ISO 5537 | IDF 26:2004.

## Séquence des activités

**Tableau 3: Séquence des activités au sein du groupe et documents connexes – REMARQUE : TOUS LES DOCUMENTS CONNEXES SONT DISPONIBLES [ICI](#)**

Date et titre	Résumé des activités
<p>Mai 2024</p> <p>Document de travail sur la détermination de l'humidité dans les poudres de lactosérum (Norme CXS 289-1995) – évaluation de la méthode candidate de type IV.</p>	<p>Une introduction au groupe définissant le processus prévu pour l'élaboration du document de travail sur la détermination de l'humidité dans les poudres de lactosérum (Norme CXS 289) – évaluation de la méthode candidate de type IV.</p> <p>Ceci comprenait les suivants:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Les données brutes ont été partagées à partir de tests avec la méthode à 102 °C et/ou la méthode ISO/IDF sur la poudre de lactosérum.</li> <li>• Examen/analyse croisé. Chaque participant était libre de faire son propre examen/analyse en impliquant d'autres participants selon les besoins et agissant à sa manière. Le résumé est déjà disponible, pour la méthode à 102 °C de la part des pays d'Amérique latine et des Caraïbes (ALC) et pour la méthode IDF/ISO de la part de FIL/ISO. On pouvait au moins raisonnablement s'attendre à ce que les pays d'Amérique latine et des Caraïbes examinent les données de FIL/ISO, et que les données de ces pays soient examinées par FIL/ISO.</li> <li>• Les résultats obtenus de chaque participant seront partagés et l'examen comprendra des remarques générales, une analyse statistique des données, faisant référence au principe/à la méthode utilisée pour évaluer les données (comme la méthode ISO 5725).</li> <li>• Les prochaines étapes seront décidées en fonction des résultats des débats.</li> </ul>
<p>Juin 2024.</p> <p>Document de travail sur la détermination de l'humidité dans les poudres de lactosérum (Norme CXS 289) – évaluation de la méthode candidate de type IV - étapes suivantes.</p>	<p>La FIL et l'Uruguay ont fourni des données brutes issues de tests effectués avec la méthode à 102 °C et/ou la méthode ISO 5537   IDF 26 sur la ou les poudres de lactosérum.</p> <p>Les données brutes sont jointes comme suit:</p> <p>Uruguay:           Lab 1_WP.xlsx - Lab 8_WP.xlsx</p> <p>FIL:                 Whey powder results from IDF collaborative study.xlsx, Bulletin of the IDF B524 Moisture eCodex.pdf</p> <p>Il a été demandé au Groupe d'entreprendre un examen/une analyse croisée de ces données.</p>
<p>Décembre 2024</p> <p>Réunion</p>	<p>Informations pour la réunion (17/12/2025) communiquées au Groupe :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Ordre du jour</li> <li>• L'examen des méthodes de l'Uruguay/Brésil et de la FIL et les réponses de l'Australie et de l'UE</li> </ul> <p>Notes:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• FIL: Informations sur la méthode de type I comparée à la méthode de type IV pour la détermination de l'humidité dans la poudre de lactosérum (ci-jointe) (et observations)</li> </ul>

Date et titre	Résumé des activités
	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Les experts de la FIL ont procédé à un examen des données obtenues sur les poudres de lactosérum et nous avons retenu les observations et les questions suivantes:</li> <li>- <i>Aucune information n'est disponible sur la structure de l'étude. A-t-elle été réalisée conformément à la norme ISO 5725?</i></li> <li>- <i>Aucune information n'est disponible sur la stabilité et l'homogénéité de l'échantillon.</i></li> <li>- <i>Une analyse multiple a-t-elle été effectuée sur le même échantillon ou des échantillons multiples de la même poudre de lactosérum ont-ils été fournis à chaque laboratoire?</i></li> <li>- <i>Aucun détail sur la méthode de séchage appliquée n'a été partagé avec les participants.</i></li> <li>- <i>Aucune mention n'a été faite quant à d'éventuelles observations de la part des participants.</i></li> <li>- <i>Le laboratoire 8 apportant une valeur aberrante de Grubbs et le laboratoire 4 apportant une valeur aberrante de Cochran, seul restaient les données de 6 laboratoires pour le calcul des paramètres de précision.</i></li> <li>- <i>Les données de répétabilité et de reproductibilité obtenues différaient de celles présentées : <math>r = 0,25</math> et <math>R = 0,72</math> (contre <math>r = 0,195</math> et <math>R = 1,233</math>, comme présenté dans le document CX/MAS 23/42/3 Add.1). Notre fichier de calcul (avec et sans valeurs aberrantes) se trouve ci-joint.</i></li> </ul> <p>En plus:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• FIL: <ul style="list-style-type: none"> <li>- <i>Suppression de « idf_wmp 102c method.xlsx » et remplacement par « idf wmp 102 using AOAC template outliers removed.xlsx ». Les deux fichiers sont joints pour faire connaître quelles observations avaient été supprimées en tant que valeurs aberrantes.</i></li> </ul> </li> </ul> <p>En plus:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Uruguay: <ul style="list-style-type: none"> <li>- <i>a demandé des « informations supplémentaires relatives à l'étude de validation ISO 5537   IDF 26. Nous analysons le traitement statistique des données d'humidité selon la norme ISO 5537   IDF 26, nous essayons donc de mieux comprendre le rejet des données. C'est pourquoi nous avons besoin de l'analyse des causes qui a conduit à l'élimination des valeurs aberrantes requises par la norme ISO 5725-2. Serait-il possible de nous faire parvenir ces informations afin que nous puissions comprendre les critères impliqués?</i></li> </ul> </li> <li>• La réponse de la FIL à l'Uruguay: <ul style="list-style-type: none"> <li>- <i>Le modèle AOAC est joint. La version DIS de l'a norme ISO 5725-2 est jointe.</i></li> <li>- <i>La norme ISO 5725-2 ne traite généralement que du cas particulier des données en double aveugle (<math>n = 2</math>), mais une partie ultérieure de la norme ISO 5725 s'étend aux cas avec <math>n &gt; 2</math></i></li> <li>- <i>Les tests de valeurs aberrantes sont destinés à indiquer est-ce qu'une observation pourrait être une valeur aberrante et</i></li> </ul> </li> </ul>

Date et titre	Résumé des activités
	<p><i>alors il appartiendrait au statisticien et au directeur de l'étude de décider si la suppression fournit de meilleures estimations de r et R que ce qui est reflété par la réalité de l'utilisation courante.</i></p>
<p>Février 2025 Ref: Détermination du taux d'humidité dans la poudre de lactosérum</p>	<p>La Nouvelle-Zélande a résumé les informations reçues, soulignant notre rôle de partie neutre. Nous avons présenté des questions et un contexte que le Groupe devra examiner avant la réunion de mars 2025:</p> <p><i>Q1 : les données actuelles sont-elles adéquates ou une étude de validation complète doit-elle être réalisée et, si oui, quelle sera la forme de cette étude, en particulier est-ce qu'elle doit inclure une estimation du biais par rapport à la méthode ISO 5537?</i></p> <p><i>[sur la base de l'option 1 et 2 ci-dessous]</i></p> <p><i>Q2 : les informations supplémentaires sur les contrôles nécessaires lors de l'utilisation de l'ancienne méthode doivent-elles être incluses dans l'appendice III de la norme CXS 234?</i></p> <p><i>[sur la base de l'option 4 ci-dessous]</i></p> <p><b>Contexte :</b></p> <p><i>Les conclusions du groupe:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• <i>En examinant les données de performance de la norme ISO 5537   IDF 26: 2004 et de la méthode du four à 102 °C, ceci est en faveur du maintien de la méthode ISO 5537   IDF 26: 2004 comme méthode de type I, mais il n'y a toujours pas de consensus sur la question de savoir si la méthode du four à 102 °C doit être confirmée comme méthode de type IV pour les poudres de lactosérum.</i></li> <li>• <i>Après une évaluation statistique individuelle des données originales des huit participants concernant l'humidité de la poudre de lactosérum acide (AWP) par la «méthode du four à 102 °C» de l'étude collective LAC 2022, les données d'au moins deux et peut-être trois des participants se sont avérées d'être des « valeurs aberrantes ». Cela rend l'ensemble des données révisé trop petit (5 à 6 des 8 laboratoires d'origine), ce qui rend l'étude «non concluante».</i></li> <li>• <i>Les données du tableau récapitulatif 4 de l'étude collective LAC 2022 concernant la teneur en eau de la poudre de lactosérum V01 241214LF envoyées par courrier électronique le 14 décembre 2024 par l'Uruguay diffèrent désormais considérablement des données récapitulatives soumises au CCMAS fournies pour l'AWP dans le document CX/MAS 23/42/3 Add.1 page 10 Tableau 2 et le document MAS43/CRD19 page 5 Tableau 2, mais le résumé statistique de l'Uruguay fourni le 14 décembre 2024 concorde mieux avec les évaluations statistiques des autres membres du groupe. Cela signifierait également que les valeurs de la page 5 du tableau 3 du document MAS43/CRD19, Humidité 102 ° C (pression normale), devraient également être modifiées.</i></li> </ul> <p><i>Options disponible pour le groupe:</i></p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. <i>Les données récapitulatives de l'étude collective LAC PT 2022 pour l'AWP présentées doivent être modifiées sur la base des résumés statistiques présentés au groupe et il faut demander au Comité, à sa 44e session, de réévaluer si la «méthode du four à 102 °C» doit être jugée adaptée à l'objectif visé en tant que méthode de type IV.</i></li> <li>2. <i>Constater que la demande concernant la «méthode du four à 102 °C» a été refusée par plusieurs participants du groupe</i></li> </ol>



Date et titre	Résumé des activités
	<p><i>(mais en l'absence de consensus dans le groupe) car il n'y avait pas de preuve claire des performances de la méthode fournie au groupe à partir des données de l'étude collective LAC 2022 pour l'AWP pour confirmer qu'elle était « adaptée à l'objectif visé ».</i></p> <p>3. <i>L'examen des données individuelles des participants pour l'AWP à partir de l'ensemble de données du test d'aptitude LAC 2022 (PT) a montré des disparités avec les données récapitulatives statistiques fournies dans les documents CX/MAS 23/42/3 Add.102 et MAS43/CRD19, toutes les données des autres matrices de lait en poudre doivent être examinées pour identifier toute autre anomalie et si le résultat de cet examen peut avoir un impact sur les considérations et la décision prises par le Comité à sa 42e session pour l'inclusion de la « méthode du four à 102 °C » pour la détermination de la teneur en eau de tous les types de lait en poudre, de crème en poudre et de mélanges de lait écrémé en poudre avec de la matière grasse végétale.</i></p> <p>4. <i>Il est suggéré d'apporter des modifications à la « méthode du four à 102 °C » avec des contrôles supplémentaires pour, si possible, fournir une meilleure précision; cela nécessiterait une étude collective supplémentaire pour la validation, tout en notant qu'il n'y a aucune garantie que le résultat de la validation répondra à la démarche-critères, si la température de séchage de 102 °C est fondamentalement « inadaptée à l'objectif visé » pour les poudres de lactosérum. En voici quelques-unes:</i></p> <ul style="list-style-type: none"> <li><i>i. Inclure dans la méthode que l'analyste enregistre les « conditions environnementales pendant la mesure », c'est-à-dire la température et l'humidité du laboratoire, considérant que l'humidité relative doit être maintenue entre 40 % et 60 %, ce qui correspond aux limites recommandées par la plupart des fabricants de balances et par l'OIML R 111. De plus, pour une mesure de haute précision, la température ne doit pas varier de plus de ± 1 °C sur une période de 24 heures tout au long de l'année et ne doit pas varier de plus de 0,5 °C au cours d'une série de mesures (généralement moins d'une heure). Sinon, un environnement de travail confortable est considéré comme étant entre 20 et 25 °C.</i></li> <li><i>j. indiquer dans la méthode des exemples de modèles/marques de fours de séchage qui peuvent atteindre une variation spatiale de la chambre du four de 102±2 °C, car cela n'est pas facile à réaliser.</i></li> <li><i>k. Étant donné que la norme ISO 5537:IDF 26:2004 utilise un échantillon d'essai de 5,0 g±0,3 g et que la « méthode du four à 102 °C » utilise un échantillon d'essai de 1 g à 1,5 g, pour obtenir une sensibilité comparable pour la même perte de poids par les deux méthodes, la « méthode du four à 102 °C » peut nécessiter l'utilisation d'une balance analytique avec une sensibilité de 3.3-5 fois supérieure. Les spécifications de balance analytique disponibles peuvent atteindre, pour une plage allant jusqu'à 30 g, une lisibilité de 0,01 mg et une répétabilité de 0,03 mg.</i></li> <li><i>l. Examiner si une meilleure évaluation du point final est disponible au lieu du « poids constant de 0,5 mg » ou utilisez alternativement un « seuil de poids constant » inférieur, par exemple 0,2 mg, car nous doutons que le point final soit en corrélation avec un point d'inflexion sur la courbe de séchage. Cela devrait augmenter la reproductibilité, mais, si possible, en ne pas modifiant le point final de manière significative et nécessiterait une balance analytique avec une sensibilité plus grande que celle actuellement spécifiée.</i></li> <li><i>m. Indiquer dans la méthode, la limite de répétabilité « r » et la limite de reproductibilité « R » et un nombre suffisant de</i></li> </ul>

Date et titre	Résumé des activités
	<p><i>répétitions au sein d'un lot analytique pour l'évaluation de la limite de répétabilité. Le Bulletin de l'étude collective IDF 2023 donne une spécification de répétabilité et de reproductibilité modifiée pour la norme ISO 5537   IDF 26 : 2004 sur la base des données de leur étude collective. Une évaluation et une spécification similaires pourraient être dérivées pour la «méthode du four à 102 °C» sur la base des données d'une «deuxième étude collective plus vaste avec des contrôles de paramètres de méthode supplémentaires» et donner une orientation de compétence et de contrôle qualité continu. Inclure un échantillon « témoin » en double dans chaque lot analytique pour rendre possible une évaluation de la conformité.</i></p> <p><i>n. inclure des matériaux de référence dans chaque lot analytique;</i></p> <p><i>o. inclure systématiquement des matériaux de référence certifiés (s'ils deviennent disponibles);</i></p> <p><i>p. L'évaluation des cartes de contrôle entre les lots analytiques a le potentiel de garantir que la répétabilité et la reproductibilité restent dans les limites.</i></p>
Mars 2025	<p>Informations pour la réunion (11/3/2025) communiquées au Groupe:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Ordre du jour</li> <li>• Le projet de document rédigé par la Nouvelle-Zélande et les réponses de l'Australie, de l'UE et de la FIL soutenant le document en principe</li> <li>• La réponse de l'Uruguay et du Brésil ne soutenant pas le document et proposant un texte alternatif</li> </ul>
Procès-verbal de la réunion de mars 2025	Le procès-verbal a été distribué. Des réponses ont été reçues de tous les participants. La version comprenant toutes les observations est jointe.

**Résumé du contexte, des questions et des options à examiner avant la réunion de mars 2025****1. Contexte : Les conclusions du groupe**

- En examinant les données de performance de la norme ISO 5537 | IDF 26: 2004 et de la méthode du four à 102 °C, ceci est en faveur du maintien de la méthode ISO 5537 | IDF 26: 2004 comme méthode de type I, mais il n'y a toujours pas de consensus sur la question de savoir si la méthode du four à 102 °C doit être confirmée comme méthode de type IV pour les poudres de lactosérum.
- Après une évaluation statistique individuelle des données originales des huit participants individuels concernant l'humidité de la poudre de lactosérum acide (AWP) par la «méthode du four à 102 °C» de l'étude collective LAC 2022, les données d'au moins deux et peut-être trois des participants se sont avérées d'être des «valeurs aberrantes». Cela rend l'ensemble des données révisé trop petit (5 à 6 des 8 laboratoires d'origine), ce qui rend l'étude «non concluante».
- Les données du tableau récapitulatif 4 de l'étude collective LAC 2022 concernant la teneur en eau de la poudre de lactosérum V01 241214LF envoyées par courrier électronique le 14 décembre 2024 par l'Uruguay diffèrent désormais considérablement des données récapitulatives soumises au CCMAS fournies pour l'AWP dans le document CX/MAS 23/42/3 Add.1 page 10 Tableau 2 et le document MAS43/CRD19 page 5 Tableau 2, mais le résumé statistique de l'Uruguay fourni le 14 décembre 2024 concorde mieux avec les évaluations statistiques des autres membres du groupe. Cela signifierait également que les valeurs de la page 5 du tableau 3 du document MAS43/CRD19, Humidité 102 °C (pression normale), devraient également être modifiées.

**2. Questions pour le groupe:**

Q1 : les données actuelles sont-elles adéquates ou une étude de validation complète doit-elle être réalisée et, si oui, quelle sera la forme de cette étude, en particulier est-ce qu'elle doit inclure une estimation du biais par rapport à la méthode ISO 5537?

[sur la base de l'option 1 et 2 ci-dessous]

Q2 : les informations supplémentaires sur les contrôles nécessaires lors de l'utilisation de l'ancienne méthode doivent-elles être incluses dans l'appendice III de la norme CXS 234 ?

[sur la base de l'option 4 ci-dessous]

**3. Options disponible pour le groupe:**

Option 1: Les données récapitulatives de l'étude collective LAC PT 2022 pour l'AWP présentées doivent être modifiées sur la base des résumés statistiques présentés au groupe et il faut demander au Comité, à sa 44e session, de réévaluer si la «méthode du four à 102 °C» doit être jugée adaptée à l'objectif visé en tant que méthode de type IV.

Option 2: Constaté que la demande concernant la «méthode du four à 102 °C» a été refusée par plusieurs participants du groupe (mais en l'absence de consensus dans le groupe) car il n'y avait pas de preuve claire des performances de la méthode fournie au groupe à partir des données de l'étude collective LAC 2022 pour l'AWP pour confirmer qu'elle était «adaptée à l'objectif visé».

Option 3: L'examen des données individuelles des participants pour l'AWP à partir de l'ensemble de données du test d'aptitude LAC 2022 (PT) a montré des disparités avec les données récapitulatives statistiques fournies dans les documents CX/MAS 23/42/3 Add.102 et MAS43/CRD19, toutes les données des autres matrices de lait en poudre doivent être examinées pour identifier toute autre anomalie et si le résultat de cet examen peut avoir un impact sur les considérations et la décision prises par le Comité à sa 42e session pour l'inclusion de la « méthode du four à 102 °C » pour la détermination de la teneur en eau de tous les types de lait en poudre, de crème en poudre et de mélanges de lait écrémé en poudre avec de la matière grasse végétale.

Option 4: Il est suggéré d'apporter des modifications à la «méthode du four à 102 °C» avec des contrôles supplémentaires pour, si possible, fournir une meilleure précision; cela nécessiterait une étude collective supplémentaire pour la validation, tout en notant qu'il n'y a aucune garantie que le résultat de la validation répondra à la démarche-critères, si la température de séchage de 102 °C est fondamentalement «inadaptée à l'objectif visé» pour les poudres de lactosérum. En voici quelques-unes:

- a. Inclure dans la méthode que l'analyste enregistre les «conditions environnementales pendant la mesure», c'est-à-dire la température et l'humidité du laboratoire, considérant que l'humidité relative doit être maintenue entre 40 % et 60 %, ce qui correspond aux limites recommandées par la plupart des fabricants de balances et par l'OIML R 111. De plus, pour une mesure de haute précision, la

température ne doit pas varier de plus de  $\pm 1$  °C sur une période de 24 heures tout au long de l'année et ne doit pas varier de plus de 0,5 °C au cours d'une série de mesures (généralement moins d'une heure). Sinon, un environnement de travail confortable est considéré comme étant entre 20 et 25 °C.

- a. Indiquer dans la méthode des exemples de modèles/marques de fours de séchage qui peuvent atteindre une variation spatiale de la chambre du four de  $102 \pm 2$  °C, car cela n'est pas facile à réaliser.
- b. Étant donné que la norme ISO 5537:IDF 26:2004 utilise un échantillon d'essai de  $5,0 \pm 0,3$  g et que la «méthode du four à 102 °C» utilise un échantillon d'essai de 1 g à 1,5 g, pour obtenir une sensibilité comparable pour la même perte de poids par les deux méthodes, la «méthode du four à 102 °C» peut nécessiter l'utilisation d'une balance analytique avec une sensibilité de 3.3-5 fois supérieure. Les spécifications de balance analytique disponibles peuvent atteindre, pour une plage allant jusqu'à 30 g, une lisibilité de 0,01 mg et une répétabilité de 0,03 mg.
- c. Examiner si une meilleure évaluation du point final est disponible au lieu du « poids constant de 0,5 mg » ou utilisez alternativement un « seuil de poids constant » inférieur, par exemple 0,2 mg, car nous doutons que le point final soit en corrélation avec un point d'inflexion sur la courbe de séchage. Cela devrait augmenter la reproductibilité, mais, si possible, en ne pas modifiant le point final de manière significative et nécessiterait une balance analytique avec une sensibilité plus grande que celle actuellement spécifiée.
- d. Indiquer dans la méthode, la limite de répétabilité «r» et la limite de reproductibilité «R» et un nombre suffisant de répétitions au sein d'un lot analytique pour l'évaluation de la limite de répétabilité. Le Bulletin de l'étude collective IDF 2023 donne une spécification de répétabilité et de reproductibilité modifiée pour la norme ISO 5537 | IDF 26 : 2004 sur la base des données de leur étude collective. Une évaluation et une spécification similaires pourraient être dérivées pour la «méthode du four à 102 °C» sur la base des données d'une «deuxième étude collective plus vaste avec des contrôles de paramètres de méthode supplémentaires» et donner une orientation de compétence et de contrôle qualité continu. Inclure un échantillon « témoin » en double dans chaque lot analytique pour rendre possible une évaluation de la conformité.
- e. inclure des matériaux de référence dans chaque lot analytique;
- f. inclure systématiquement des matériaux de référence certifiés (s'ils deviennent disponibles);
- g. l'évaluation des cartes de contrôle entre les lots analytiques a le potentiel de garantir que la répétabilité et la reproductibilité restent dans les limites.

**Résumé des observations principales faites lors de la réunion de mars 2025**Australie

- les données actuelles sont insuffisantes et une comparaison avec la méthode ISO5537 | IDF 26 est nécessaire pour une réponse plus concluante.
- des contrôles sur la méthode sont nécessaires notamment en ce qui concerne le contrôle de l'humidité et le contrôle de la température.
- la confirmation de la méthode en tant que type IV soulève la question de la coexistence de méthodes de type I et de type IV et la possibilité que plusieurs méthodes de type IV pourrait créer des problèmes à l'avenir.
- des données comparatives sont nécessaires pour évaluer le biais/l'exactitude et l'équivalence; il est à noter que les travaux précédents sur l'équivalence ont été abandonnés et qu'aucune suggestion n'a été faite sur la manière dont ils pourraient progresser.

Brésil

- les pays d'Amérique du Sud ne demandent pas d'équivalence, la méthode de type I serait toujours utilisée en cas de litiges et la méthode de type IV sera utilisée dans les applications plus courantes.
- au sujet des réserves concernant l'introduction d'un précédent potentiel de coexistence de méthodes de type I et de type IV - la confirmation en tant que méthode de type IV n'est demandée qu'à titre exceptionnel, vu que cela a déjà été fait pour l'une des méthodes relatives aux graisses et aux huiles
- il y a deux points de vue opposés, le Brésil souhaiterait que les deux opinions soient incluses dans le document final qui sera transmis au Groupe de travail en présentiel (GTP) pour décider de la question.
- Le Brésil a également indiqué qu'il ne considérerait pas que l'examen des confirmations de la même méthode pour d'autres dispositions relevait du domaine d'application actuel.

UE

- partage, en principe, la position de l'Australie.
- les données ont été examinées selon le protocole AOAC qui est équivalent aux normes IUPAC et ISO5725.
- l'analyse des données sans supprimer les valeurs aberrantes donne des valeurs/estimations de précision inférieures à celles de la norme ISO5537 | IDF 26.
- la suppression des valeurs aberrantes améliore la précision mais soulève des questions sur le nombre de laboratoires qui amène à constater que l'étude n'est pas concluante.
- il est nécessaire de disposer de données de validation plus robustes; il est nécessaire de répéter l'essai avec au moins 10 laboratoires pour garantir qu'il y a suffisamment de laboratoires après le dépistage des valeurs aberrantes.
- la comparaison avec ISO5537 | IDF 26 pourrait être un avantage mais, par définition, les méthodes empiriques sont sans biais, ce qui rend difficile de parler d'équivalence.
- le CCMAS a examiné l'équivalence des méthodes de type I, mais les propositions des États-Unis n'ont pas été retenues. On peut donc se demander s'il y a un quelconque avantage à mener une telle étude.
- cela pourrait ouvrir une boîte de Pandore si une méthode de type IV était autorisée à être placée à côté d'une méthode de type 1 dans le contexte du système de classification du Codex.

Uruguay

- nous n'avons pas entendu de nouvelles positions; nous ne voulons pas le répéter puisque la nôtre a été soumise dans le document de retour d'information de l'Uruguay et du Brésil.
- il faut souligner qu'il existe des différences dans la conception expérimentale.
- il faut comprendre que les deux conceptions présentent des incertitudes similaires selon la norme ISO 5725 et sont donc adaptées à leur objectif.
- il existe peu de différences dans les tests statistiques effectués; les deux méthodes de traitement des données sont conformes à la norme ISO 5725

- il existe des différences dans les critères d'exclusion des valeurs aberrantes; selon nous l'exclusion des valeurs aberrantes est basée sur des écarts statistiques et physiques, en particulier lorsqu'il s'agit d'études de validation de méthodes.
- il faut souligner qu'il n'existe pas d'études comparatives des deux méthodes sur la poudre de lactosérum, puisque l'étude menée dans le passé portait sur le lait en poudre..

#### FIL

- partage la position de l'Australie et de l'UE.
- l'étude n'est pas concluante pour les raisons indiquées et une nouvelle étude doit être réalisée dans des conditions contrôlées.
- la méthode à 102 °C pose des problèmes lors du test de produits contenant du lactose à des niveaux supérieurs à ceux trouvés dans le lait entier en poudre et le lait écrémé en poudre. Des températures supérieures à 90 °C provoquent des changements de couleur et le lactose commence à perdre son eau de cristallisation.
- ceci explique pourquoi la précision est plus faible pour les poudres de lactosérum que pour le lait en poudre ordinaire (lait écrémé en poudre et lait entier en poudre).
- par conséquent, la FIL estime que l'essai multi-laboratoires devrait être répété conformément à la norme ISO 5725 ou à une procédure équivalente et incluant des contrôles critiques de température et d'humidité.
- des comparaisons doivent être faites avec la méthode ISO5537 | IDF 26 qui a été développée pour être équivalente à la méthode à 102 °C pour le lait entier et le lait écrémé en poudre mais avec une meilleure précision.
- il reste à savoir si la méthode à 102 °C est équivalente pour la poudre de lactosérum.
- la FIL a également rappelé sa demande de modifier les données incorrectes dans les données récapitulatives de l'étude collective LAC 2022 pour l'AWP présentées dans les documents CX/MAS 23/42/3 Add.1 et MAS43/CRD19 sur la base des résumés statistiques présentés au groupe.