

COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS



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

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



Organisation
mondiale de la Santé

F

REP25/MAS

PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES

COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS

Quarante-huitième session
10-14 novembre 2025

RAPPORT DE LA QUARANTE-QUATRIÈME SESSION DU COMITÉ DU CODEX SUR LES MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE

Session en ligne
5 – 8 et 14 mai 2025

TABLE DES MATIÈRES

Résumé et état d'avancement des travaux	page iii
Liste des abréviations	page v
Liste des documents de séance (CRD).....	page vii
Rapport de la quarante-quatrième session du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage	page 1
Paragraphe	
Introduction	1
Ouverture de la session	2 - 4
Adoption de l'ordre du jour (point 1 de l'ordre du jour)	5
Questions soumises au Comité par la Commission du Codex Alimentarius et par d'autres organes subsidiaires (point 2 de l'ordre du jour)	6 - 11
Confirmation des dispositions relatives aux méthodes d'analyse et plans d'échantillonnage figurant dans les normes Codex (point 3 de l'ordre du jour)	12 - 28
Confirmation des méthodes d'analyse: CCNFSDU (point 3.1 de l'ordre du jour)	19 - 26
Confirmation des méthodes d'analyse: autres questions pertinentes découlant de la modification de la norme CXS 234-1999	27
Conclusion générale sur le point 3 de l'ordre du jour	28
Questions en suspens depuis la 43 ^e session du Comité sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (point 4 de l'ordre du jour)	29 - 47
Méthodes d'analyse des protéines dans le quinoa (point 4.1 de l'ordre du jour)	29 - 39
Détermination de la teneur en eau de la poudre de lactosérum (point 4.2 de l'ordre du jour)	40 - 45
Autres questions: Détermination de la granulométrie des produits de mouture par analyse au tamis pour une utilisation sur la farine de manioc comestible et le gari	46 - 47
Examen des méthodes d'analyse figurant dans la norme CXS 234 (point 5 de l'ordre du jour)	48 - 87
Ensemble des méthodes exploitables pour les jus de fruit (point 5.1 de l'ordre du jour)	49 - 71
Ensemble des méthodes exploitables pour les produits cacaotés et le chocolat (point 5.2 de l'ordre du jour)	72 - 86
Autres questions	87
Document d'information: <i>Directives générales sur l'échantillonnage</i> (CXG 50-2004) – livre électronique contenant des applications pour les plans d'échantillonnage (point 6.1 de l'ordre du jour)	88 - 100
Examen des plans d'échantillonnage dans la norme CXS 234 (point 6.2 de l'ordre du jour)	101 - 120
Critères de performance numériques pour la détermination des ions nitrate et nitrite dans des matrices alimentaires (point 7 de l'ordre du jour)	121 - 125
Méthodes d'analyse pour l'étiquetage de précaution relatif aux allergènes (point 8 de l'ordre du jour)	126 - 128
Harmonisation des noms et du format des principes indiqués dans la norme CXS 234 (point 9 de l'ordre du jour)	129 - 148
Rapport de la Réunion inter-institutions sur les méthodes d'analyse (point 10 de l'ordre du jour)	149 - 151
Autres questions et travaux futurs (point 11 de l'ordre du jour)	152
Date et lieu de la prochaine session (point 12 de l'ordre du jour)	153

	Annexes	
	Page	
Annexe I – Liste des participants	25 - 38	
Annexe II – Méthodes d'analyse et plans d'échantillonnage (confirmés et recommandés pour adoption, révocation ou corrections de forme)	39 - 71	
Annexe III – Facteurs de conversion de l'azote en protéines pour les produits approuvés par les comités de produits	72	
Annexe IV – Document d'information pour les <i>Directives générales sur l'échantillonnage</i> (CXG 50-2004)	73 - 166	
Annexe V – Critères de performance numériques pour la détermination des ions nitrate et nitrite dans des matrices alimentaires	167 - 168	
Annexe VI – Harmonisation des noms des principes indiqués dans la norme CXS 234-1999	169 - 176	

RÉSUMÉ ET ÉTAT D'AVANCEMENT DES TRAVAUX

Partie(s) responsable(s)	Objet	Texte/sujet	Code/ référence	Étape(s)	Par.
CCESEC88 CAC48 Comités pertinents	Adoption / Révocation / Amendements / Information	Méthodes d'analyse / critères de performance / plans d'échantillonnage pour les dispositions des normes du Codex	CXS 234-1999 / Normes pertinentes	-	19, 27, 45, 59(i), 86(i)
CCESEC88 CAC48 Comités pertinents	Approbation / Information	Inclusion de la liste des « Facteurs de conversion de l'azote en protéines » (Nx) en tant qu'annexe dans la norme CXS 234-1999	CXS 234-1999	-	11(vi)
CCFFP	Information	Conserver la méthode pour la détermination de l'azote d'acides aminés dans la sauce de poisson	CXS 234-1999	-	14
CCAFRICA	Information	Méthodes AOAC confirmées pour la détermination du chlorure dans la viande séchée	CXS 234-1999	-	15
CCFA	Information	Méthode pour la détermination de NaCl dans le sel de qualité alimentaire et plan d'échantillonnage dans la norme CXS 150 transférés dans la norme CXS 234 avec des modifications rédactionnelles	CXS 234-1999 CXS 150-1985	-	16
		Le plan d'échantillonnage pour NaCl n'est pas compatible et nécessite un examen plus approfondi		-	17
		L'hyperlien dans la note de bas de page référençant la méthode pour l'iode dans le sel de qualité alimentaire a été mis à jour		-	18
CCNFSDU	Information / action	Critères de performance numériques pour les nitrates et les nitrites dans des matrices alimentaires spécifiées	CXS 192-1995	-	125
	Examen / Action	Élaborer des critères de performance numériques pour les méthodes pour les préparations de suite Aligner les méthodes pour les préparations de suite avec celles pour les préparations destinées aux nourrissons	CXS 234-1999 CXS 156-1987	-	19
	Examen / Réponse	Préciser est-ce que la note de bas de page devrait s'appliquer à toutes les méthodes des fibres alimentaires dans le tableau 6 de la norme CXS 234, ou à un sous-groupe des méthodes figurant dans ce tableau. L'amendement proposée de la note de bas de page 2 dans le tableau 6	CXS 234-1999	-	23

Partie(s) responsable(s)	Objet	Texte/sujet	Code/ référence	Étape(s)	Par.
		de la norme CXS 234			
Groupe de travail électronique (GTE) (Canada) Groupe de travail en présentiel en charge de la confirmation des méthodes (GTP) 45 ^e session du CCMAS	Examen / Mise à jour	Méthodes figurant dans CRD02 Rev.1, appendice III, tableaux 1, 2, 6, 7 et 8.	CXS 234-1999	-	27
Membres / Observateurs Groupe de travail en présentiel en charge de la confirmation des méthodes (GTP) 45 ^e session du CCMAS	Examen	Requalification du type de la méthode ISO 1871 pour déterminer les protéines dans le quinoa	CXS 234-1999	-	39(ii)
Membres Groupe d'expert (FIJU) 45 ^e session du CCMAS	Document de travail	Examen de l'aptitude à l'objectif visé des méthodes de jus de fruit y compris les dispositions sur la qualité et l'authenticité	CXS 234-1999 CXS 247-2005	-	70(i)
GTE (Serbie, États-Unis d'Amérique) GTP en charge de la confirmation des méthodes 45 ^e session du CCMAS	Examen / Mise à jour	Ensemble des méthodes exploitables pour les produits cacaotés et le chocolat	CXS 234-1999	-	86(ii)
GTE (Uruguay) GTP en charge de la confirmation des méthodes 45 ^e session du CCMAS	Examen / Mise à jour	Ensemble des méthodes exploitables pour les sucres et le miel	CXS 234-1999	-	87
GTE (Nouvelle-Zélande, Allemagne) 45 ^e session du CCMAS	Document de travail	Examen des plans d'échantillonnage dans la norme CXS 234 Élaborer des plans	CXS 234-1999	-	118 - 119

Partie(s) responsable(s)	Objet	Texte/sujet	Code/ référence	Étape(s)	Par.
CCCF	Information	d'échantillonnage pour les matériaux en vrac / les lots hétérogènes, y compris les mycotoxines	CXS 193-1995	-	
GTE (États-Unis d'Amérique, Royaume-uni) 45 ^e session du CCMAS GTP en charge de la confirmation des méthodes 49 ^e session du CCFL	Examen / Mise à jour	Méthodes d'analyse pour l'étiquetage de précaution relatif aux allergènes	-	-	127
GTE (Brésil, Chili) 45 ^e session du CCMAS	Examen / Mise à jour	Harmonisation des noms et du format des principes	CXS 234-1999	-	147
Secrétariat du Codex / tous les comités pertinents du Codex	Action	Modifier les normes de produits pertinentes en remplaçant les méthodes par une référence à la norme CXS 234	CXS 234-1999 / normes de produits pertinentes	-	27
	Publication / Information	Document d'information – livre électronique avec des applications de plans d'échantillonnage Supprimer le document d'information actuel avec le titre «Exemples pratiques de plans d'échantillonnage» du site web du Codex	CXG 50-2004	-	100

LISTE DES ABRÉVIATIONS

(T)CD	Détecteur de conductivité (thermique)
Méthode 102NP	Méthode figurant dans l'appendice XI de la norme CXS 234-1999
AACC	AACC International
AOAC	AOAC International (anciennement Association of Official Agricultural Chemists)
App(s)	Application(s)
CAC	Commission du Codex Alimentarius
CCAFRICA	Comité FAO/OMS de coordination pour l'Afrique
CCCF	Comité du Codex sur les contaminants présents dans les aliments
CCEXEC	Comité exécutif de la Commission du Codex Alimentarius
CCFA	Comité du Codex sur les additifs alimentaires
CCFFP	Comité du Codex sur les poissons et produits de la pêche
CCFL	Comité du Codex sur l'étiquetage des denrées alimentaires
CCMAS	Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage
CCNASWP	Comité FAO/OMS de coordination pour l'Amérique du Nord et le Pacifique Sud-Ouest
CCNFSDU	Comité du Codex sur la nutrition et les aliments diététiques ou de régime
CCPFV	Comité du Codex sur les fruits et légumes traités
CEN	Comité européen de normalisation
LC	Lettre circulaire
CRD	Document de séance
CXG	Directive du Codex
CXS	Norme du Codex
ELISA	Essai d'immuno-absorption enzymatique
EN	Norme européenne
ENV	Prénorme européenne
UE	Union européenne
GTE	Groupe de travail électronique
FAO	Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture
FDA	Food and Drug Administration
GC	Chromatographie en phase gazeuse
NGAA	<i>Norme générale pour les additifs alimentaires</i>
IAM	Réunion interinstitutions
ICA	International Confectionery Association (Association internationale de la confiserie)
ICC	International Association for Cereal Science and Technology (Association internationale pour la science et la technologie des céréales)
ICUMSA	International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis

FIL	Fédération Internationale du Lait
FIJU	Fédération internationale des producteurs de jus de fruits
ISO	Organisation internationale de normalisation
LD	Limite de dosage
LQ	Limite de quantification
LM	Limite maximale
MoU	Protocol d'accord
MS	Spectrométrie de masse
NFCSO	National Food Chain Safety Office (Hongrie)
NPC	Critères de performance numériques
Nx	Facteur(s) de conversion de l'azote en protéines
PAL	Étiquetage de précaution relatif aux allergènes
GTP	Groupe de travail en présentiel en charge de la confirmation des méthodes
QTOF	Chromatographie liquide capillaire couplé à un spectromètre de masse hybride quadrupole-temps d'envol (Q-TOF)
OEN	Organisme d'élaboration des normes
TC	Comité technique
TFFJ	groupe spécial <i>ad hoc</i> intergouvernemental sur les jus de fruits et de légumes
UK	Royaume-Uni
USA	États-Unis d'Amérique
USPC	Convention pharmaceutique des États-Unis
VWG	Groupe de travail en ligne
OMS	Organisation mondiale de la santé

LISTE DES DOCUMENTS DE SÉANCE (CRD)

No. du document	Point de l'ordre du jour	Auteurs de la contribution
1	Répartition des compétences	Union européenne
2 Rev.1	3	Présidence du Groupe de travail en ligne (Australie)
3	10	Président de la Réunion inter-institutions (IAM)
4	3	AACC International (AACC), AOAC International (AOAC) et Association internationale pour la science et la technologie des céréales (ICC)
5	3	AOAC International (AOAC), Fédération internationale du lait (FIL) et Organisation internationale de normalisation (ISO)
6	3	Norvège
7	3	Secrétariat du Codex
8	2	Secrétariat du Codex
9	4	Association internationale pour la science et la technologie des céréales (ICC)
10	3	Brésil
11	4.1, 4.2, 6.1	El Salvador
12	4.2	Fédération internationale du lait (IDF/FIL) et Organisation internationale de normalisation (ISO)
13	5.1, 5.2	Philippines
14	3.1, 5.1	Sénégal
15	4.2	Union européenne et Japon
16 Rev.1	3.2, 6.2, 9	Thaïlande
17 Rev.1	2.1	Nouvelle-Zélande
18	9	Réunion interinstitutions (IAM)
19	4.1	Chili
20	4.2	Australie
21	11	Algérie
22	4.2	Brésil et Uruguay, soutenus par Argentine, Chili, Colombie, Costa Rica, El Salvador, Honduras, Panama et Paraguay
23	1, 2, 2.1, 3.1, 3.2, 4.1, 4.2, 5.1, 5.2, 6.1, 6.2, 7, 8, 9	Burundi
24	1, 2, 2.1, 3.1, 3.2, 4.1, 4.2, 5.1, 5.2, 6.1, 6.2, 7, 8, 9	Communauté de l'Afrique de l'Est (EAC)
25	4.2, 5.1, 6.1, 6.2, 7, 9	Maroc
26	3.2, 5.1, 9	Nigéria
27	2, 2.1, 3.1, 3.2, 4.1, 4.2, 5.1, 5.2, 6.1, 6.2, 7, 8, 9	Ouganda
28	2, 3.1, 4.1, 5, 5.1, 5.2, 6.2	Uruguay
29	3, 4.2, 5.1, 5.2, 6.2, 7, 9	Ghana
30	1, 2, 2.1, 3.1, 3.2, 4.1, 4.2, 5.1, 5.2, 6.1, 6.2, 7, 8, 9	République unie de Tanzanie

No. du document	Point de l'ordre du jour	Auteurs de la contribution
31	3.1, 6.1	Azerbaïdjan
32	1, 2, 2.1, 3.1, 3.2, 4.1, 4.2, 5.1, 5.2, 6.1, 6.2, 7, 8, 9	Kenya
33	5.1	Fédération internationale des producteurs de jus de fruits (FIJU)
34	5.1, 5.2, 6.1, 8	Union internationale des sciences et technologies alimentaires (IUFOST)
35	6.1	Allemagne et Nouvelle-Zélande
36	3.1, 3.2, 5.2, 6.1, 6.2, 7	Chili
37	5.1	Allemagne et Fédération internationale des producteurs de jus de fruits (FIJU)

INTRODUCTION

- Le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (CCMAS) a tenu sa quarante-quatrième session en ligne, du 5 au 8 et le 14 mai 2025, à l'aimable invitation du Gouvernement hongrois. La session a été présidée par M. Attila Nagy, Directeur de l'Agence hongroise de sécurité sanitaire de la chaîne alimentaire (NFCSO). Mme Zsuzsa Farkas, Cheffe de Département, Département des sciences alimentaires numériques, Université de Médecine Vétérinaire, Budapest, a fait office de Vice-Présidente. Ont participé à la session des délégués de 74 États membres, d'une organisation membre, de 21 organisations ayant le statut d'observateur. La liste des participants est jointe en Appendice I.

OUVERTURE DE LA SESSION

- Mme Beáta Felkai, Sous-Secrétaire d'État du Ministère hongrois de l'agriculture, a ouvert la session (par message vidéo) en souhaitant la bienvenue à tous les délégués. Mme Felkai a souligné que les réglementations alimentaires et un cadre réglementaire international sont essentiels pour répondre à la mondialisation du commerce alimentaire, aux avancées technologiques et à la sensibilisation des consommateurs, et a insisté sur le fait qu'il est essentiel que les membres échangent les résultats des laboratoires nationaux et développent ensemble des activités liées aux laboratoires. Mme Felkai a en outre déclaré que le niveau élevé de participation au CCMAS témoignait de l'importance de ses travaux.
- M. Haris Hajrulahovic, représentant et chef du bureau national de l'Organisation mondiale de la Santé (OMS), Mme Mary Kenny, responsable de la sécurité alimentaire et de la protection des consommateurs du Bureau régional pour l'Europe et l'Asie centrale (REU) de l'Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture (FAO) et M. Allan Azegele, président de la Commission du Codex Alimentarius (CAC) (par message vidéo) se sont également adressés au Comité.

Répartition des compétences

- Le Comité a pris acte de la répartition des compétences entre l'Union européenne (UE) et ses États membres, conformément à l'Article II.5 du Règlement intérieur de la Commission du Codex Alimentarius.

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

- Le Comité a adopté l'ordre du jour provisoire comme ordre du jour de la session et a noté que les méthodes d'analyse mises en évidence dans le document de séance CRD21 étaient déjà incluses dans le document de séance CRD07 et seraient examinées au titre du point 3 de l'ordre du jour (Confirmation des dispositions relatives aux méthodes d'analyse et des plans d'échantillonnage figurant dans les normes du Codex).

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

- Le Secrétariat du Codex a présenté ce point et a rappelé que certaines questions découlant de la 47^e session de la Commission du Codex Alimentarius (ci-après: Commission), des 86^e et 87^e sessions du Comité exécutif de la Commission du Codex Alimentarius (ci-après: Comité exécutif), de la 36^e session du Comité sur les poissons et les produits de la pêche (CCFFP), de la 44^e session du Comité sur la nutrition et les aliments diététiques ou de régime (CCNFSDU) et de la 25^e session du Comité FAO/OMS de coordination pour l'Afrique (CCAFRICA) étaient présentées à titre d'information; et les points suivants ont été examinés par le groupe de travail en ligne en charge de la confirmation des méthodes (VWG) (ci-après: groupe de travail en ligne) lors de sa réunion en ligne, les 29 et 30 avril, et lors de sa réunion pendant la session, le 5 mai 2025:

- Réponse du CCFFP (36^e session) concernant l'utilisation prévue de la disposition relative à l'azote d'acides aminés dans la *Norme pour la sauce de poisson* (CXS 302-2011);
- Réponse du CCAFRICA (25^e session) sur la détermination du chlorure dans la viande séchée dans la Norme régionale sur la viande séchée (Afrique) (CXS 350R-2022).
- Demande du Comité du Codex sur l'étiquetage des denrées alimentaires (CCFL), lors de sa 48^e session, sur des orientations concernant les méthodes d'analyse pour l'étiquetage de précaution relatif aux allergènes (PAL);
- Demande du Comité du Codex sur les additifs alimentaires (CCFA), lors de sa 55^e session, concernant les méthodes d'essai relatives au chlorure de sodium dans le sel de qualité alimentaire dans la *Norme pour le sel de qualité alimentaire* (CXS 150-1985).

¹ CX/MAS 25/44/1

² CX/MAS 25/44/2; CX/MAS 25/44/2-Add.1

7. Le Comité a également noté que le Comité FAO/OMS de coordination pour l'Amérique du Nord et le Pacifique Sud-Ouest (CCNASWP), lors de sa 17^e session, en réponse à la demande du CCMAS, révisait le projet de procédure opérationnelle normalisée sur l'évaluation qualitative des variétés de kava pour la variété noble dans la *Norme régionale pour les produits du kava à usage de boisson lorsqu'ils sont mélangés à de l'eau (Amérique du Nord et Pacifique Sud-Ouest)* (CXS 336R-2020). Ces travaux étaient toujours en cours et aucune action du CCMAS n'était requise à ce moment-là.

Facteurs de conversion de l'azote en protéines pour les produits approuvés par les comités de produits

8. Le Comité a rappelé que la Commission, lors de sa 47^e session, n'avait pas approuvé la liste des facteurs de conversion de l'azote en protéines (Nx) à inclure en annexe dans la norme sur les *Méthodes d'analyse et d'échantillonnage recommandées* (CXS 234-1999). La Commission, à sa 47^e session, a demandé au CCMAS i) de mettre à jour la partie 3 de l'annexe II du rapport REP24/MAS et d'assurer la cohérence des facteurs Nx avec ceux des normes de produits, ii) d'examiner la demande du CCNFSDU (44^e session) relative à l'inclusion des facteurs Nx pour les préparations de suite; et iii) de soumettre à nouveau l'annexe à la Commission pour adoption ultérieure.
9. Le Secrétariat du Codex a expliqué que la liste des facteurs Nx avait été mise à jour avec l'aide du Brésil et du Chili et a proposé que le Comité examine, au cours de sa présente session, la liste révisée présentée dans le document de séance CRD08. Le Secrétariat du Codex a en outre expliqué que la liste contenait les facteurs Nx qui avaient été approuvés par les comités compétents et qui étaient référencés soit dans les normes de produits, soit dans la norme CXS 234-1999, et que l'objectif de la liste était d'apporter clarté et accessibilité, pour faciliter l'utilisation par les analystes.
10. Outre certaines modifications rédactionnelles et ajouts à la liste, le Comité a noté qu'il existait des incohérences concernant les facteurs Nx pour les produits à base de soja. Le Comité a noté qu'aux fins d'assurer la cohérence, ces facteurs devraient être examinés par les comités de produits concernés. Le Comité a également noté que la liste continuerait d'être mise à jour à mesure que de nouveaux facteurs de conversion de l'azote en protéines (Nx) seraient approuvés par les comités de produits respectifs dont le mandat était de fournir ces facteurs Nx. Le Secrétariat du Codex a expliqué que dans les cas où les Nx avaient été élaborés par un comité ajourné *sine die* et où ces Nx devaient être révisés, le Secrétariat du Codex examinerait les modalités de leur examen.

Conclusion

11. Le Comité, à sa 44^e session:
- i. a pris note des questions d'information soumises par la Commission, le Comité exécutif et par d'autres organes subsidiaires du Codex (CCFFP, CCFL, CCNFSDU et CCAFRICA);
 - ii. a noté que des travaux sont en cours au sein du CCNASWP concernant l'évaluation qualitative des variétés de kava pour la variété noble en soutien à la *Norme régionale pour les produits du kava à usage de boisson lorsqu'ils sont mélangés à de l'eau (Amérique du Nord et Pacifique Sud-Ouest)* (CXS 336R-2020);
 - iii. a noté que la demande de conseil de la part du CCFL sur les méthodes d'analyse pour l'étiquetage de précaution relatif aux allergènes (PAL) serait examinée au titre du point 8 de l'ordre du jour et que les réponses du CCFFP et de CCAFRICA ainsi que la demande du CCFA seraient examinées au titre du point 3 de l'ordre du jour;
 - iv. a encouragé davantage de membres à assumer des rôles de direction dans les groupes de travail des comités;
 - v. a encouragé les membres et les observateurs à apporter leur contribution au cadre de suivi du Plan stratégique du Codex 2026-2031;
 - vi. a décidé de transmettre la liste des valeurs Nx telle que modifiée (appendice III) pour approbation par la Commission, lors de sa 48^e session, en vue de son inclusion dans la norme CXS 234-1999 en tant qu'annexe, en notant les incohérences avec les facteurs Nx pour les produits à base de soja et en proposant que ces facteurs soient révisés à l'avenir.

CONFIRMATION DES DISPOSITIONS RELATIVES AUX MÉTHODES D'ANALYSE ET PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE FIGURANT DANS LES NORMES DU CODEX (point 3 de l'ordre du jour)

12. Le Comité, à sa 44^e session, a examiné les recommandations relatives aux méthodes d'analyse proposées pour confirmation ainsi que d'autres questions connexes présentées dans le document de séance CRD02 Rev.1.

13. Le Comité a pris les décisions suivantes, qui sont également présentées à l'appendice II du rapport, comme suit.

Questions soumises au Comité par d'autres organes subsidiaires (se référer au point 2 de l'ordre du jour)

Comité du Codex sur les poissons et produits de la pêche (CCFFP) (36^e session)

Méthode pour la détermination de l'azote d'acides aminés dans la sauce de poisson

14. Le Comité a pris note de la réponse du CCFFP, à sa 36^e session, et a décidé de conserver la méthode de détermination de l'azote d'acides aminés dans la sauce de poisson, AOAC 920.04 et AOAC 920.03, dans la norme CXS 234-1999.

Comité FAO/OMS de coordination pour l'Afrique (CCAFRICA) (25^e session)

Méthode pour la détermination du chlorure dans la viande séchée

15. Le Comité a confirmé les méthodes AOAC 935.47 et AOAC 937.09B en tant que méthodes de type III, comme recommandé dans le document de séance CRD02 Rev.1, appendice I, tableau 2.

Comité du Codex sur les additifs alimentaires (CCFA) (55^e session)

Méthode pour la détermination de chlorure de sodium dans le sel de qualité alimentaire

16. Lors de sa 44^e session le CCMAS a décidé de transférer la méthode pour la détermination du chlorure de sodium dans le sel de qualité alimentaire telle que décrite dans la *Norme pour le sel de qualité alimentaire* (CXS 150-1985) dans la norme CXS 234-1999 (Partie A) avec des modifications rédactionnelles. En outre, le Comité a décidé de transférer le plan d'échantillonnage correspondant dans la norme CXS 234-1999 (Partie B).

17. Le Comité a noté que le plan d'échantillonnage était actuellement incompatible avec la disposition relative au chlorure de sodium et nécessiterait un examen plus approfondi et a décidé qu'un tel examen pourrait être réalisé ultérieurement dans le cadre des travaux sur l'examen des plans d'échantillonnage (voir point 6.2 de l'ordre du jour). Le CCFA sera informé en conséquence.

Autres questions

18. Le Comité a approuvé une mise à jour concernant un lien hypertexte dans la note de bas de page référençant la méthode pour l'iode dans le sel de qualité alimentaire dans la norme CXS 234-1999.

CONFIRMATION DES DISPOSITIONS RELATIVES AUX MÉTHODES D'ANALYSE FIGURANT DANS LES NORMES DU CODEX (point 3.1 de l'ordre du jour)³

Comité du Codex sur la nutrition et les aliments diététiques ou de régime (CCNFSDU) (44^e session)

Méthodes pour les dispositions dans les préparations de suite

19. Le Comité a décidé de:

- confirmer les méthodes comme recommandées dans le document de séance CRD02 Rev.1, appendice II, tableau 2;
 - révoquer et requalifier les méthodes comme recommandées dans le document de séance CRD02 Rev.1, appendice II, tableau 3;
 - informer le CCNFSDU que les méthodes d'analyse qu'il a soumis au CCMAS ont été transmises à la 48^e session de la Commission pour adoption et que les méthodes d'analyse pertinentes seraient révoquées en conséquence;
 - demander au CCNFSDU d'envisager
- o est-ce qu'il serait approprié d'élaborer des critères de performance numériques pour les méthodes d'analyse concernant les méthodes de type II et de type III; ou bien
 - o des méthodes complémentaires pour les préparations de suite afin de les aligner sur celles existant pour les préparations destinées aux nourrissons en vue de dispositions communes (appendice II, partie 3.2).

20. En ce qui concerne la recommandation faite au CCNFSDU d'envisager l'élaboration des critères de performance numériques, le président du groupe de travail en ligne (VWG) a précisé que le CCMAS préférerait que les comités envisagent cette approche. Le Comité a noté que cette approche offrirait aux pays la flexibilité nécessaire pour choisir des méthodes répondant à ces critères. Cette approche était conforme au Manuel de procédure selon lequel la préférence devait être donnée à l'élaboration des critères de performance numériques.

21. Le Comité est convenu que le nom et le format des principes pour les méthodes correspondantes pour les préparations destinées aux nourrissons dans la norme CXS 234-1999 ne seraient pas alignés à ce stade sur ceux convenus pour les préparations de suite, en attendant le résultat du débat en cours sur l'harmonisation des noms et du format des principes (voir le point 9 de l'ordre du jour).

22. Le Secrétariat du Codex a noté que la demande adressée au CCNFSDU était opportune, car le CCNFSDU était en train d'examiner toutes les méthodes relatives aux dispositions des normes relevant de sa compétence afin d'évaluer leur adéquation à l'objectif visé et d'identifier des méthodes supplémentaires/de remplacement, ou d'autres corrections par le biais d'un groupe de travail électronique.

Fibres alimentaires (CXS 234-1999, tableau 6. «Méthodes d'analyse pour les fibres alimentaires: Directives pour l'emploi des allégations relatives à la nutrition et à la santé, (CXG 23-1997): Tableau des conditions applicables aux allégations»)

23. Le Comité, à sa 44^e session:

- a confirmé les méthodes proposées dans le document de séance CRD02 Rev.1, appendice II, tableau 1, avec la note de bas de page proposée par le CCNFSDU;
- a décidé de demander au CCNFSDU de préciser si la note de bas de page s'appliquait uniquement à la norme AOAC 2022.01/AACC 32-61.01/ICC Standard No. 191 Si tel n'était pas le cas, la note de bas de page devrait s'appliquer à toutes les méthodes dans le tableau 6 de la norme CXS 234, ou à un sous-groupe de méthodes figurant dans ce tableau, et
- a décidé de demander au CCNFSDU d'examiner la modification proposée à la note de bas de page 2 dans le tableau 6 de la norme CXS 234-1999 conformément à l'article 26 et, en cas de consentement du CCNFSDU, le CCMAS supprimera la note de bas de page qui ne s'appliquera qu'à la norme AOAC 2022.01/AACC 32-61.01/ICC Standard No. 191.

24. Le Comité a examiné la pertinence de la note de bas de page proposée par le CCNFSDU « *Les fibres isolées, purifiées et/ou synthétiques couvertes par la norme l'AOAC 2022.01/ICC Standard 191/AACC 32-61.01 qui ne répondent pas à la définition des fibres alimentaires du Codex en vertu des Directives concernant l'étiquetage nutritionnel (CXG 2-1985) doivent être éliminées de la mesure finale, lorsque cela est jugé approprié par les autorités compétentes* », aux méthodes proposées par le CCNFSDU, lors de sa 44^e session. Ce faisant, le Comité a examiné les modifications apportées à la note de bas de page et son application à d'autres méthodes dans la norme CXS 234-1999, tableau 6. Cependant, il a été noté que tout changement nécessiterait une consultation supplémentaire avec le CCNFSDU.

25. Le Comité a pris note des observations formulées selon lesquels la note de bas de page proposée par le CCNFSDU n'était pas nécessaire, car la note de bas de page 2⁴ dans la norme CXS 234-1999, tableau 6, s'appliquait déjà à toutes les méthodes. Toutefois, si la note de bas de page proposée par le CCNFSDU était nécessaire, elle devrait s'appliquer à toutes les méthodes de la norme CXS 234-1999, tableau 6 et être modifiée en conséquence.

⁴ Deux questions restent à l'appréciation des autorités nationales: inclure les unités monomères 3 à 9 et déterminer quels composés isolés ou synthétiques présentent un bénéfice physiologique (se référer aux Directives concernant l'étiquetage nutritionnel (CXG 2-1985)).

26. Le Comité est convenu de proposer au CCNFSDU un amendement à la note de bas de page 2 du tableau 6 de la norme CXS 234-1999, afin de répondre aux préoccupations exprimées par plusieurs délégations concernant l'application uniforme de la note de bas de page transmise par le CCNFSDU à toutes les méthodes du tableau 6 de la norme CXS 234-1999. Si le CCNFSDU acceptait de modifier la note de bas de page 2, la note de bas de page transmise par le CCNFSDU pour accompagner la norme AOAC 2022.01/AACC 32.61.01/ ICC Standard No. 191 pourrait être supprimée. L'amendement recommandé était le suivant: Deux questions restent à l'appréciation des autorités nationales: inclure les unités monomères 3 à 9 et déterminer quels composés isolés ou synthétiques présentent un bénéfice physiologique (se référer aux Directives concernant l'étiquetage nutritionnel (CXG 2-1985)). **Les fibres isolées, purifiées et/ou synthétiques identifiées par l'analyse qui ne répondent pas à la définition des fibres alimentaires du Codex en vertu des Directives concernant l'étiquetage nutritionnel (CXG 2-1985) doivent être éliminées de la mesure finale, lorsque cela est jugé approprié par les autorités compétentes.**

CONFIRMATION DES MÉTHODES D'ANALYSE: AUTRES QUESTIONS PERTINENTES DÉCOULANT DE LA MODIFICATION DE LA NORME CXS 234-1999 (point 3.2 de l'ordre du jour)⁵

27. Le Comité:

- a pris note des questions soumises pour information dans les documents CX/MAS 25/44/3-Add.1 et CRD07;
- est convenu de transférer les méthodes d'analyse des normes de produits dans la norme CXS 234-1999, comme recommandées dans le document de séance CRD02 Rev.1, appendice III, tableau 2, en notant qu'un examen de ces méthodes serait encore nécessaire pour garantir qu'elles étaient toujours adaptées à l'objectif visé;
- a confirmé les méthodes d'analyse et a approuvé les critères de performance numériques comme recommandées dans le document de séance CRD02 Rev.1, appendice III, tableau 3 et 5, y compris la révocation conséquente de méthodes d'analyse;
- a demandé au Secrétariat du Codex de modifier les normes de produits pertinentes en remplaçant les méthodes d'analyse par une référence générale à la norme CXS 234-1999 conformément au Manuel de Procédure;
- a pris note de la modification rédactionnelle du principe des méthodes d'exemple AOAC 2015.06 / ISO 21424 | FIL 243 qui répondent aux critères de performance numériques pour le cuivre dans les produits à base de matière grasse laitière, et a décidé de supprimer les méthodes ISO 5738 | FIL 76 et AOAC 960.40 en tant que méthodes d'exemple, comme indiqué dans le document de séance CRD02 Rev.1, appendice III, tableau 4;
- est convenu de conserver les méthodes d'analyse figurant dans le document de séance CRD02 Rev.1, appendice III, tableaux 1, 6, 7 et 8 dans les normes de produits respectives;
- a décidé de constituer un groupe de travail électronique présidé par le Canada, travaillant en anglais uniquement, en vue d'examiner les méthodes figurant dans le document de séance CRD02 Rev.1, appendice III, tableaux 1, 2, 6, 7 et 8. Le groupe de travail électronique devrait préparer et soumettre son rapport au Secrétariat du Codex au moins trois mois avant la quarante-cinquième session du CCMAS.

Conclusion

28. Le Comité a décidé de:

- i. soumettre les méthodes d'analyse; les critères de performance numériques pour les méthodes de détermination du chlorure de sodium et du sel dans le hareng salé de l'Atlantique et le sprat salé, le poisson salé et le poisson salé séché de la famille des Gadidae, et le caviar d'esturgeon, pour inclusion dans la norme CXS 234-1999; et des modifications ou corrections rédactionnelles supplémentaires pour adoption/révocation par la 48^e session de la Commission (appendice II. partie 1);
- ii. informer les comités concernés des décisions respectives prises lors de la session (paragraphes 14-18);
- iii. demander au CCNSFSDU d'examiner les recommandations figurant dans les paragraphes 19 et 23;
- iv. reconstituer le groupe de travail en présentiel chargé de la confirmation des méthodes (PWG)

présidé par les États-Unis d'Amérique et coprésidé par la Hongrie, le Japon et l'Uruguay, travaillant en anglais, français et espagnol, pour qu'il se réunisse immédiatement avant la quarante-cinquième session du CCMAS pour examiner toutes les méthodes d'analyse et d'échantillonnage soumises par les comités du Codex pour confirmation, les résultats des travaux du groupe de travail électronique (voir paragraphe 27) y compris la requalification de la méthode ISO 1871 pour la détermination des protéines dans le quinoa (voir point 4.1 de l'ordre du jour); les propositions sur les ensembles des méthodes exploitables: les produits cacaotés et le chocolat ainsi que les sucres et le miel (voir point 5 de l'ordre du jour); et toute autre question renvoyée par d'autres comités du Codex ou soumise par les membres et les observateurs.

QUESTIONS EN SUSPENS DEPUIS LA 43^E SESSION DU COMITÉ SUR LES MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE (point 4 de l'ordre du jour)

MÉTHODES D'ANALYSE DES PROTÉINES DANS LE QUINOA (point 4.1 de l'ordre du jour)⁶

29. Le Comité a rappelé que lors de sa 43^e session il avait confirmé la méthode ISO 1871 pour la détermination des protéines dans le quinoa comme de type IV, notant que cette qualification pourrait être reconsidérée si davantage d'informations étaient fournies, telles que les produits chimiques spécifiques utilisés pour les catalyseurs, les différents réactifs et leurs concentrations, et les conditions de la méthode. Une lettre circulaire, CL 2024/91-MAS, a été émise demandant ces informations supplémentaires pour examen par le groupe de travail en ligne (VWG).
30. Le groupe de travail en ligne a examiné les réponses reçues à la lettre circulaire CL 2024/91-MAS mais les informations fournies à l'époque n'ont pas permis au groupe de travail en ligne de trouver un consensus sur la requalification de la méthode ISO 1871. Au cours du débat dans le groupe de travail en ligne la méthode ISO 20483 a également été proposée comme méthode alternative de type I pour la détermination des protéines dans le quinoa, mais elle manquait actuellement de données de validation pour les pseudocéréales telles que le quinoa. L'observateur de l'ISO a indiqué au groupe de travail en ligne que le quinoa pourrait être ajouté à l'avenir comme matrice validée et que l'ISO pourrait envisager de prendre en charge ce travail si nécessaire.

Débat

Requalification du type de la méthode ISO 1871 pour déterminer les protéines dans le quinoa

31. Le Comité a noté que des informations sur la méthode ISO 1871 ont été soumises par sept membres dans le document de séance CRD19 pour soutenir la requalification de la méthode de type IV en type I. Ces informations comprenaient les données de validation de la méthode ISO 1871, ainsi que les réactifs, les conditions, les catalyseurs et les enzymes utilisés dans les études de validation.
32. Un membre a proposé que la méthode ISO 1871 pour la détermination des protéines dans le quinoa soit requalifiée en Type I avec une note de bas de page explicative (concernant, par exemple, les conditions, les catalyseurs et les réactifs utilisés), en remarquant que la même note de bas de page serait appliquée en conséquence à la méthode ISO 1871 pour la détermination des protéines dans le tahiné, afin d'assurer la cohérence. Il a été rappelé qu'afin d'assurer la cohérence, le CCMAS devrait appliquer les mêmes décisions concernant l'utilisation de la méthode ISO 1871 pour la détermination des protéines dans le tahiné.
33. Les membres soutenant cette proposition étaient d'avis que le document de séance CRD19 fournissait déjà une base suffisante pour requalifier la méthode ISO 1871 pour la détermination des protéines dans le quinoa de type IV en type I, car:
 - Le Comité, à sa 43^e session, est déjà convenu que les données de validation pour la méthode ISO 1871 n'étaient pas remises en question⁷;
 - les études de validation ont été menées par des instituts nationaux de métrologie reconnus au niveau international et dotés des plus grandes capacités d'analyse dans leurs pays respectifs;
 - un seul matériau de référence pour le quinoa a été utilisé dans les études de validation.
34. Les membres et les observateurs qui n'ont pas soutenu la proposition ont exprimé les préoccupations suivantes:
 - La méthode ISO 1871 actuellement répertoriée dans la norme CXS 234-1999 était une orientation générale plutôt qu'une méthode étape par étape, car la norme ISO ne spécifiait pas les conditions et

⁶ CL 2024/91-MAS; CX/MAS 25/44/4 (Observations de l'Argentine, de l'Arabie saoudite, de (l'État plurinational de) Bolivie, de l'Égypte, de l'Indonésie, du Pérou et de l'Union européenne)

⁷ REP24/MAS paragraphe 22(ii)

les produits chimiques. Conformément à la définition d'une méthode de type I, une analyse détaillée des étapes suivies dans les différentes études de validation serait nécessaire pour requalifier la méthode ISO 1871 de type IV en type I, même s'il n'y avait aucun problème avec les données de validation.

- Le document de séance CRD19 contenait certaines variations dans les méthodes, dans les produits chimiques et les volumes de réactifs utilisés au cours des études de validation. Par conséquent, un examen plus approfondi impliquant l'ISO devrait être mené pour déterminer si les informations étaient suffisantes pour justifier la requalification de la méthode ISO 1871 de type IV en type I. Il a été précisé qu'au cours d'un tel examen l'ISO n'avait pas le mandat de réviser les données figurant dans le document de séance CRD19.
- Le Comité n'avait pas suffisamment de temps à disposition pour déterminer si les conditions (par exemple, les réactifs, les catalyseurs) dans les différentes études de laboratoire figurant dans le document de séance CRD19 étaient suffisamment harmonisées pour justifier la rédaction d'une note de bas de page explicative.

35. Selon un avis exprimé même si le document de séance CRD19 a été soumis assez tard, il devrait être examiné dans un esprit de transparence.
36. Notant l'absence de consensus à ce stade pour requalifier la méthode ISO 1871 pour la détermination des protéines dans le quinoa, le Comité est convenu que ce sujet devrait être reporté au groupe de travail en présentiel en charge de la confirmation des méthodes qui se réunirait immédiatement avant la quarante-cinquième session du CCMAS, laissant plus de temps pour examiner le document de séance CRD19, et que pour le moment la méthode ISO 1871 pour la détermination des protéines dans le quinoa devrait rester dans la norme CXS 234-1999 en tant que méthode de type IV (appendice II, partie 2).

Extension de la méthode ISO 20483 au quinoa

37. Un membre, rappelant que la méthode ISO 20483 avait été proposée comme méthode alternative lors du groupe de travail en ligne (VWG), a suggéré que les études de validation nécessaires pourraient être réalisées pour déterminer si cette méthode pouvait être étendue des céréales et des légumes secs à une pseudo-céréale comme le quinoa. Cette proposition a été appuyée par un autre membre.
38. Néanmoins, il a été noté que la décision d'étendre la méthode ISO 20483 au quinoa relevait du mandat de l'ISO et non du CCMAS. Il était également possible que l'ISO établisse une méthode distincte au lieu d'étendre la méthode ISO 20483.

Conclusion

39. Le Comité a décidé de:
 - i. conserver la méthode ISO 1871 pour la détermination des protéines dans le quinoa dans la norme CXS 234 en tant que méthode de type IV, en prenant note des réserves du Pérou;
 - ii. demander au groupe de travail en présentiel chargé de la confirmation des méthodes de reconsiderer la requalification de la méthode ISO 1871 pour la détermination des protéines dans le quinoa sur la base des informations fournies dans le document de séance CRD19.

DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN EAU DE LA POUDRE DE LACTOSÉRUM (point 4.2 de l'ordre du jour)⁸

40. Le Comité a utilisé le document de séance CRD Rev.1, appendice IV, tableau 1 en tant que la base du débat à ce sujet. Des délégations ont noté que la méthode ISO 5537 | FIL 26 existait déjà dans la norme CXS 234-1999 en tant que méthode de type I, et que le débat se limitait à la question de savoir si la méthode répertoriée dans la norme CXS 234-1999, appendice XI pour la détermination de l'eau (humidité) dans les poudres de lactosérum (ci-après dénommée méthode 102NP) pouvait être confirmée en tant que méthode de type IV avec une note de bas de page.
41. Le Comité a apporté les modifications suivantes à la note de bas de page dans le document de séance CRD02 Rev.1, appendice IV, tableau 1: La phrase «Si les partenaires commerciaux sont d'accord, la méthode de type IV peut être utilisée dans le commerce international; sinon, la méthode ISO 5537 | FIL 26 doit être utilisée» a été supprimée, car n'importe quelle méthode peut être utilisée à condition qu'elle ait été convenue par les partenaires commerciaux.
42. Une note de bas de page alternative a été proposée pour examen:

En particulier pour les poudres à forte teneur en lactose naturel telles que les poudres de lactosérum, la méthode de teneur en eau à pression normale (102+2°C) dans la norme CXS 234 Appendice XI a été exceptionnellement incluse comme méthode de type IV coexistante malgré des performances montrant une précision plus faible et des résultats qui peuvent ne pas être cohérents avec ceux obtenus avec la méthode ISO 5537 | FIL 26 pour tenir compte des questions pratiques d'accessibilité limitée à l'équipement et d'étalonnage de la méthode de type I. En cas de litige, la méthode de type I doit être utilisée».

43. Cependant, cette autre note de bas de page n'a pas été accueillie favorablement, car celle d'origine intégrant les amendements du paragraphe 41 reflétait mieux le compromis trouvé lors du groupe de travail en ligne (VWG).
44. Un observateur a ajouté que si la méthode 102NP était approuvée, le titre et la portée indiqués dans la norme CXS 234-1999, annexe XI, devraient être modifiés en conséquence pour inclure les poudres de lactosérum.

Conclusion

45. Le Comité a décidé de soumettre la méthode 102NP avec la note de bas de page telle que modifiée au paragraphe 41 à la 48e session de la Commission pour adoption en tant que méthode de type IV (appendice II, partie 1.5) pour la poudre de lactosérum, à titre exceptionnel, conformément à la section 3.9 (v) du document d'information « Indications détaillées sur le processus de soumission, d'examen et de confirmation des méthodes à inclure dans la norme CXS 234 » et d'apporter les amendements consécutifs à l'appendice XI de la norme CXS 234-1999 (voir paragraphe 44).

AUTRES QUESTIONS

Détermination de la granulométrie des produits de mouture par analyse au tamis pour une utilisation sur la farine de manioc comestible et le gari

46. Le Secrétariat du Codex a informé le Comité que, bien que la Recommandation N. 207 de l'Association internationale pour la science et la technologie des céréales (ICC) ait été approuvée par le CCMAS, lors de sa 43^e session, le Comité, lors de sa 43^e session, avait noté que la méthode d'analyse pourrait faire l'objet d'une révision car les tailles de tamis appropriées n'étaient pas incluses. Suite à la 43^e session du CCMAS, ICC a lancé une révision de la recommandation N. 207, afin qu'elle soit applicable à la farine de manioc comestible et au gari. Ce travail est désormais dans sa phase finale et l'ICC informera le Secrétariat du Codex une fois les travaux terminés. Aucune modification supplémentaire de la norme CXS 234-1999 n'était nécessaire.

Conclusion

47. Le Comité a remercié l'ICC pour la mise à jour effectuée dans le document de séance CRD09 et a constaté qu'aucun amendement à la norme CXS 234-1999 n'était nécessaire.

EXAMEN DES MÉTHODES D'ANALYSE FIGURANT DANS LA NORME CXS 234 (point 5 de l'ordre du jour)

48. Le Comité a rappelé que les recommandations des groupes de travail électroniques sur les deux ensembles de méthodes exploitables: les jus et nectars de fruits et les produits cacaotés et le chocolat avaient été examinés par le groupe de travail en ligne chargée de la confirmation des méthodes (VWG). Le Comité a examiné les recommandations présentées dans le document de séance CRD02 Rev.1.

ENSEMBLE DES MÉTHODES EXPLOITABLES POUR LES JUS DE FRUIT (point 5.1 de l'ordre du jour)⁹

49. L'Allemagne, en tant que présidente du groupe de travail électronique, a présenté ce point et résumé le contexte de l'examen des méthodes d'analyse des jus et nectars de fruits par rapport à la *Norme générale pour les jus et les nectars de fruits* (CXS 247-2006) et la norme CXS 234-1999, le processus de travail et les points clés des débats au sein du groupe de travail électronique, ainsi que les observations et questions soumises par les membres et les observateurs en réponse à la lettre circulaire CL 2025/16-MAS. Le président du groupe de travail électronique a également noté que ces observations et questions, y compris d'autres observations soumises dans les documents de séance, ont été examinés par le groupe de travail en ligne (VWG) qui s'est réuni avant cette session. Sur la base des débats et des recommandations du groupe de travail en ligne (VWG), telles que présentées dans le document de séance CRD02, le président du groupe de travail électronique, avec l'aide de l'Association internationale des jus de fruits et légumes (FIJU), a préparé le document de séance CRD37 pour examen pendant la session plénière.
50. Le président du groupe de travail électronique a indiqué que les observations et questions soumises en réponse à la lettre circulaire CL 2025/16-MAS et les problèmes identifiés par le groupe de travail électronique seront débattues en session plénière comme suit:
51. Questions recensées par le groupe de travail électronique:
- Le CEN/TC 174, le comité technique (TC) en charge des méthodes de la norme européenne (EN) pour les jus de fruits et de légumes et les nectars répertoriés dans la norme CXS234 (30 au total) a été supprimé par le Comité Européen de Normalisation (CEN) en 2023. Aucun autre Comité technique (TC) du Comité européen de normalisation (CEN) n'a pu reprendre les travaux sur les normes EN pour ces produits. En conséquence, le CEN a supprimé/inactivé ces méthodes. Ces méthodes ne sont donc plus prises en charge par le CEN.
 - Les méthodes de la pré-norme européenne (ENV) à savoir ENV 12142 (1996) pour la détermination du rapport isotopique stable de l'hydrogène dans l'eau et ENV 12141 (1996) pour la détermination du rapport isotopique stable de l'oxygène dans l'eau (sections 3.2 Critères de qualité et 3.3 Authenticité) de la norme (CXS 247-2005) ont été retirées car le(s) comité(s) technique(s) en charge de leur développement et maintenance a/ont été supprimés par le CEN. Par conséquent, les dispositions visant à déterminer la qualité et l'authenticité des jus et des nectars de fruits ne sont plus représentées par une méthode disponible. La Fédération internationale des producteurs de jus de fruits (FIJU) publiera prochainement des méthodes basées sur la méthode du CEN. Le Comité devrait décider si la disposition doit être supprimée, peut être suspendue jusqu'à ce que les méthodes de FIJU soient publiées ou si de nouvelles méthodes devraient être confirmées par moyen du processus de confirmation des méthodes.
 - La méthode FIJU 42 pour déterminer la teneur en dioxyde de carbone (Section 4 Additifs et Section 5 Auxiliaires technologiques dans la norme 247-2005) n'est plus disponible. Le Comité devrait décider si la disposition doit être supprimée, ou une nouvelle méthode doit être confirmée par moyen du processus de confirmation des méthodes.
52. Questions recensées en réponse à la lettre circulaire CL 2025/16/-MAS:
- Lorsque plusieurs «analytes» sont couverts par la même méthode, ils doivent être répertoriés et évalués comme des analytes individuels.
 - L'absence de dispositions numériques pour la qualité et l'authenticité dans la norme CXS247-2005 doit être traitée en estimant les limites de quantification (LOQ) pour chaque méthode et en dérivant «le niveau le plus bas ou le niveau de seuil estimé pris en charge par la LOQ de la méthode».
 - De nouvelles méthodes devraient remplacer les méthodes indisponibles et être confirmées par moyen du processus de confirmation des méthodes.
 - Les performances de certaines méthodes (par exemple, la limite de quantification (LOQ), la fourchette d'action) doivent être vérifiées en fonction de leur «aptitude à l'objectif visé».
 - La portée validée ou limitée de certains matrices/produits doit être vérifiée en fonction de son «aptitude à l'objectif visé».

⁹ CL 2025/16-MAS; CX/MAS 25/44/6; CX/MAS 25/44/6-Add.1 (observations de l'Australie, de l'Équateur, de l'Égypte, du Ghana, de (la République islamique de) l'Iran, de l'Iraq, du Pérou, du Sénégal, de la Thaïlande, de l'Ouzbékistan, et de la Commission internationale pour l'harmonisation des méthodes d'analyse du sucre (ICUMSA))

- Certaines dispositions (par exemple, l'acide malique-D, l'acide citrique, le glucose-D et le fructose-D) devraient utiliser des méthodes commerciales et brevetées (c'est-à-dire des méthodes enzymatiques).
- Le terme «saccharose» devrait être remplacé par le terme plus courant de «sucrose».
- La méthode IFU 42 pour la détermination de la teneur en dioxyde de carbone doit être supprimée.

53. Le président du groupe de travail électronique a expliqué que:

- en raison de l'absence de dispositions numériques correspondantes en matière de qualité et d'authenticité dans la norme CXS 247 permettant d'évaluer les méthodes pour les jus et les nectars de fruits répertoriés dans la norme CXS 234-1999, le groupe de travail en ligne (VWG) n'a pas pu parvenir à un consensus sur leur confirmation.
- étant donné que la norme CXS 234-1999 fait également référence aux méthodes d'analyse des additifs alimentaires utilisés dans les jus de fruits et de légumes et les nectars, le groupe de travail en ligne (VWG) a proposé que le Comité examine les méthodes d'analyse par rapport aux limites maximales (LM) établies dans la *Norme générale pour les additifs alimentaires* (NGAA) (CXS 192-1995) pour les catégories d'aliments 14.1.2.1 «Jus de fruits», 14.1.2.2 «Jus de légumes», 14.1.2.3 «Concentrés pour jus de fruits» et 14.1.3.1 «Nectar de fruits» de la NGAA. Ces méthodes sont compilées dans l'appendice 1 du document de séance CRD37 pour examen par le Comité.
- il a été recommandé qu'au sujet de la qualité et de l'authenticité les méthodes restantes dans la norme CXS 234-1999 sans dispositions numériques correspondantes dans la norme CXS 247-2005 soient examinées et évaluées par un groupe d'experts sur les méthodes d'analyse des jus/nectars de fruits/légumes, qui pourraient aider le CCMAS à déterminer si les méthodes relatives aux jus de fruits étaient toujours «adaptées à l'objectif visé». Ces méthodes sont compilées dans l'annexe 2 du document de séance CRD37.

54. Sur la base de l'explication ci-dessus, le Comité est convenu d'examiner les méthodes d'analyse pour les jus et nectars de fruits avec des dispositions (incluses dans les normes CXS 247-2005 ou CXS 192-1995) telles que présentées dans l'annexe 1 du document de séance CRD37.

Débat

Annexe 1 du document de séance CRD37

55. Le Secrétariat du Codex a rappelé que le Groupe spécial (Task force) ad-hoc intergouvernemental sur les jus et nectars de fruits (TFFJ) a été supprimé suite à l'adoption de la norme CXS 247-2005 et que la Commission avait confié les travaux sur les jus et nectars de fruits au Comité du Codex sur les fruits et légumes traités (CCPFV), actuellement ajourné *sine die*. Par conséquent, le CCMAS pourrait examiner les méthodes d'analyse pour les jus et nectars de fruits dans la norme CXS 234-1999 et prendre des décisions concernant leur maintien (et leur mise à jour le cas échéant), leur remplacement ou leur révocation si cela est jugé nécessaire.
56. Le Comité, à sa 44^e session, a approuvé certaines méthodes, en a révoqué d'autres et a conservé plusieurs méthodes EN pendant cinq ans pour permettre la transition, car ces méthodes, bien que n'étant plus prises en charge par l'organisme de développement de normes (SDO) compétent, étaient toujours utilisées dans certains pays.
57. En ce qui concerne le maintien temporaire de méthodes EN spécifiques qui n'étaient plus disponibles pour l'utilisation, la FIJU a indiqué que les solides solubles étaient une détermination critique pour les jus de fruits et que la méthode IFU 8 était identique à la norme EN 12143 et soutenait ainsi le maintien temporaire de la méthode EN dans la norme CXS 234-1999. Il a été noté qu'une situation similaire s'appliquait aux méthodes EN pour le sucrose et le phosphore/phosphate. L'observateur a précisé que les gouvernements pourraient accéder à la méthode IFU (FIJU) pour toutes les méthodes EN pour lesquelles il existe une méthode IFU identique en signant un protocole d'accord (MoU) avec la FIJU. Suite à la signature d'un protocole d'accord, ces méthodes peuvent être fournies sans aucun besoin d'achat.
58. Le Comité a retenu d'autres méthodes pour un examen plus approfondi par le groupe d'experts pour diverses raisons telles que l'indisponibilité des données de validation au moment où la méthode a été examinée par le Comité (acide ascorbique, ISO 6557-2:1995); la portée limitée validée de la méthode pour soutenir leur application à tous les jus de fruits (c'est-à-dire certaines matrices seulement) (acide citrique, AOAC 986.13 (1996); acide citrique/malique/quinique, AOAC 986.13 (1986)); si la méthode était «adaptée à l'objectif visé» en raison de sa sensibilité pour vérifier le niveau requis, en particulier la présence/l'absence de l'analyte (acide malique-D dans le jus de pomme, AOAC 995.06 1998).

Conclusion

59. Le Comité est convenu de:

- i. transmettre les méthodes d'analyse pour les jus et nectars de fruits à la 48^e session de la Commission pour confirmation ou révocation, telles que présentées à l'appendice II, partie 1.4;
- ii. maintenir d'autres méthodes dans la norme CXS 234-1999 en attendant un examen plus approfondi par le groupe d'experts (appendice II, partie 3.3)

Annexe 2 du document de séance CRD37

60. Le Comité a également examiné les méthodes analytiques répertoriées sans disposition numérique dans la norme CXS 247-2005 qui nécessitent une réévaluation pour déterminer si elles sont toujours adaptées à l'objectif visé, comme présenté dans l'annexe 2 du document de séance CRD37.
61. Le Comité a examiné l'opportunité de constituer un groupe d'experts, sous la direction de la FIJU, qui examinera toutes les méthodes répertoriées dans l'annexe 2 ainsi que celles transférées à partir de l'annexe 1. Le groupe d'experts fera part de ses conclusions au CCMAS, à sa quarante-cinquième session, pour examen et suivi ultérieur.
62. En ce qui concerne la proposition de créer ce groupe d'experts, le Secrétariat du Codex a précisé que la FIJU serait chargée de le constituer. Les experts seraient sélectionnés en fonction de leur capacité d'experts dans le domaine et non pas en tant que représentants de leurs organisations ou de leurs pays. Les débats, les conclusions et les recommandations du groupe d'experts seront soumises au CCMAS, à sa quarante-cinquième session, pour examen et suivi, le cas échéant. Un processus similaire a été suivi dans le passé pour les travaux préparatoires initiaux de l'AACC International (AACC) sur l'ensemble des méthodes exploitables pour les céréales, les légumes secs et les légumineuses, où un groupe de travail électronique établi par le CCMAS a réalisé un travail de suivi sur les recommandations formulées par l'AACC. Les membres du Codex intéressés par ce travail pourraient contacter la FIJU et désigner des experts qui agiraient en leur qualité d'experts.
63. La FIJU a noté qu'en raison de la complexité de la question, une approche structurée est recommandée, similaire à celle adoptée par le TFFJ sur les jus de fruits au début des années 2000 lors de la préparation de la norme et, en particulier, de l'élaboration de la liste des méthodes d'analyse figurant actuellement dans la norme CXS 234-1999. La FIJU s'engagerait à réunir sous ses auspices un groupe diversifié mais ciblé d'experts mondiaux. Le groupe sera international et diversifié mais de taille limitée pour maintenir son efficacité. Les experts seraient sélectionnés en fonction de leur expertise et non d'une large représentation; seuls des experts qualifiés seraient inclus.
64. Certains membres craignaient que l'examen des méthodes sans spécifications ou dispositions associées n'entraînerait que peu ou pas de progrès. Ils ont souligné que des codes de pratique existaient dans diverses régions, contenant des dispositions, des spécifications et des interprétations explicites. Ils ont également demandé des éclaircissements sur la question de savoir si le groupe d'experts proposerait des valeurs numériques pour les dispositions et ferait aligner ces dispositions sur la méthode correspondante pour évaluer leur aptitude à l'objectif visé. Bien qu'ils aient compris l'ampleur de la tâche, compte tenu du caractère mondial de la norme pour les jus et nectars de fruits, il était difficile d'évaluer comment le groupe d'experts mènerait à bien sa tâche si la technologie de pointe actuelle était maintenue. D'autres membres ont suggéré d'explorer la possibilité d'établir des fourchettes de valeurs pour des groupes ou des types de jus de fruits similaires au lieu de valeurs uniques pour des jus individuels, par exemple les jus d'agrumes.
65. La FIJU a rappelé que le TFFJ sur les jus de fruits avait conclu que l'établissement de dispositions définitives en matière de qualité et d'authenticité n'était pas réalisable dans le délai imparti pour terminer le travail assigné par la Commission. Le groupe d'experts ne tentera pas d'élaborer des dispositions numériques pour chaque paramètre de qualité et d'authenticité, mais plutôt de rassembler les informations pertinentes et de démontrer que les méthodes d'analyse dans l'annexe 2 du document de séance CRD37 sont appropriées pour évaluer la qualité et l'authenticité des jus et nectars de fruits. La FIJU a souligné qu'il était important de faire une distinction entre la mesure d'une valeur, ce à quoi ces méthodes sont destinées, et l'interprétation de cette valeur, qui constitue un défi plus complexe et critique, et l'aspect le plus difficile du problème. Le groupe d'experts pourrait enquêter sur ce dernier point et faire part de ses conclusions au CCMAS, à sa quarante-cinquième session.

66. La FIJU a confirmé qu'en raison de la caractéristique mondiale de la norme CXS 247-2005, l'établissement de dispositions individuelles pour chaque jus ne serait pas possible, et que ce serait, dans tous les cas, la tâche du Codex et non pas du groupe d'experts. La FIJU a mentionné que pour de nombreuses méthodes d'analyse répertoriées dans le tableau 2, il existait une plage normale de valeurs; cependant, il ne serait pas possible de traiter les plus de 70 types de jus couverts par la norme CXS 247-2005. De plus, certains paramètres ont une double fonction, à savoir la qualité et l'authenticité, et l'étiquetage n'est pas suffisant pour résoudre les problèmes liés aux pratiques trompeuses. En raison de ces complexités, il n'était pas possible de fixer une valeur fixe unique pour des dispositions spécifiques. Dans certains cas, il serait possible de définir des plages acceptables; cependant, celles-ci varieraient également selon les plus de 70 types de jus.
67. Le Président a reconnu que, dans la situation actuelle de la norme CXS 247-2005 et des procédures figurant dans le Manuel de procédure pour la confirmation des méthodes d'analyse, une valeur ou une plage numérique était nécessaire pour déterminer si la méthode est «adaptée à l'objectif visé». Cependant, il pourrait être utile d'explorer s'il serait possible de déterminer une plage des mesures ou une limite maximale de détection (LOD) qui fournirait une base pour évaluer les méthodes.
68. Le Président a présenté trois options pour examen:
- **Option 1:** Révoquer les méthodes lors de la présente session, ou à la quarante-cinquième session du Comité, en raison de l'absence de dispositions ou de plages de mesure clairement définies. Sans ces informations, il n'est pas possible d'évaluer correctement si les méthodes sont «adaptées à l'objectif visé». Cela arrêterait effectivement les progrès et annulerait le travail considérable déjà accompli.
 - **Option 2:** Ne rien faire et attendre une future révision de la norme CXS 247-2005. Toutefois, comme il n'existe pas de comité de produits actif ni de calendrier pour une telle révision, le CCMAS pourrait attendre indéfiniment. Cela reviendrait à mettre le problème en suspens sans aucune solution.
 - **Option 3:** Réunir un groupe d'experts pour commencer à travailler sur un système de dispositions garantissant l'authenticité et la qualité. Ce groupe fera rapport à la quarante-cinquième session du CCMAS, avec une mise à jour sur la question de l'authenticité. Si le CCMAS estimera que la solution proposée est scientifiquement solide et appropriée sur le plan de la procédure, le Comité, lors de sa quarante-cinquième session, pourrait reconstituer le groupe de travail électronique pour examiner les méthodes de l'annexe 2 et celles transférées à partir de l'annexe 1.

69. Le Président a également noté que, dans la pratique, il existait encore deux voies plus现实的es à suivre: soit ne rien faire, ce qui laisse le problème sans solution, soit prendre des mesures proactives et commencer les travaux avec un groupe d'experts.

Conclusion

70. Sur la base des débats et des informations fournies, ainsi que des options disponibles, le Comité, à sa 44^e session, est convenu de réunir un groupe d'experts sous les auspices de la FIJU avec le mandat suivant:

- i. Le groupe d'expert:
 - a. déterminera les plages de paramètres pertinents pour la qualité et l'authenticité;
 - b. déterminera la plage de mesures ou la limite de détection (LOD) maximale;
 - c. évaluera la liste actuelle des méthodes confirmées dans les normes CXS234-1999 et CXS247-2005;
 - d. déterminera/examinera si les méthodes actuellement confirmées sont toujours appropriées et «adaptées à l'objectif visé» pour contrôler la «qualité et l'authenticité» des jus de fruits;
 - e. déterminera/examinera si l'une des méthodes actuellement confirmées devrait être révoquée et supprimée des normes CXS 234-1999 et CX247-2005;
 - f. évaluera si de nouvelles méthodes pourraient être envisagées par le groupe de travail de confirmation des méthodes du CCMAS pour l'avenir, afin d'être ajoutées à la norme CXS 234-1999 pour la disposition générale de la «qualité et de l'authenticité» des jus;
 - g. rassemblera les données de validation pertinentes pour toute nouvelle procédure que le CCMAS pourrait envisager à l'avenir.

ii. Le groupe d'experts préparera un document de travail à soumettre à l'examen par le CCMAS, à sa quarante-cinquième session, sur les méthodes des normes CXS 234-1999 et CXS 247-2005 qui sont toujours considérées comme importantes et «adaptées à l'objectif visé», selon leur avis d'expert, et sur les méthodes répertoriées dans la norme CXS 234-1999 qui devraient être conservées, révoquées ou remplacées.

71. Les membres du Codex intéressés à contribuer à ce travail ont été invités à contacter la FIJU et à désigner des experts en jus de fruits pour participer au groupe à titre individuel.

ENSEMBLE DES MÉTHODES EXPLOITABLES POUR LES PRODUITS CACAOTÉS ET LE CHOCOLAT (point 5.2 de l'ordre du jour)¹⁰

72. La Serbie a présenté ce point en tant que présidente du groupe de travail électronique et s'exprimant également au nom du coprésident, les États-Unis d'Amérique. Le président du groupe de travail électronique a rappelé que, même si le nombre de méthodes examinées était limité, les questions techniques étaient complexes. Plusieurs questions restaient ouvertes, notamment l'utilisation de méthodes non sélectives pour la détermination des matières grasses dans les produits cacaotés et le besoin de disposer de méthodes adaptées pour quantifier les matières sèches non grasses laitières. Il a été suggéré que le groupe de travail électronique soit reconstitué pour continuer à traiter ces questions.
73. Les États-Unis d'Amérique, en tant que coprésidents du groupe de travail électronique et du groupe de travail en ligne, ont indiqué qu'au cours de la réunion du groupe de travail en ligne, un certain nombre de recommandations avaient été adoptées. Le coprésident a proposé de faire avancer ces dispositions avant la création du groupe de travail électronique.

Débat

74. Le Comité a noté que même si le groupe de travail en ligne avait abordé certaines dispositions, d'autres n'avaient pas été prises en compte. Le Comité a examiné toutes les dispositions figurant dans le document de séance CRD02Rev.1, appendice V, et il a formulé les observations supplémentaires et a pris les décisions suivantes.

Beurre de cacao

75. Le Comité a examiné la disposition relative au beurre de cacao dans les produits à base de chocolat conformément à la *Norme pour le chocolat et les produits à base de chocolat* (CXS 87-1981) et a pris note de la recommandation du groupe de travail en ligne de déterminer la matière grasse à l'aide de la méthode AOAC 963.15 / ICA no. 14 et l'humidité sous forme d'eau à l'aide de la méthode AOAC 977.10 / ICA no. 26, sur la base de la précision de la méthode. Il a été précisé que la méthode AOAC 963.15 / ICA no. 14 n'incluait pas de correction pour l'humidité; par conséquent, la méthode AOAC 977.10 / ICA no. 26 restait nécessaire. Le Comité a noté que le beurre de cacao déterminé en tant que matière grasse était vrai pour les produits sans autres matières grasses ajoutées (par exemple, matière grasse laitière), et que des méthodes supplémentaires pourraient être nécessaires pour les produits contenant d'autres matières grasses ajoutées.

76. Le Comité a décidé de renvoyer cette disposition au groupe de travail électronique reconstitué (ci-après dénommé: groupe de travail électronique) pour un examen plus approfondi.

Matière grasse totale, sur base sèche

77. Notant que le groupe de travail en ligne avait recommandé de supprimer la disposition, le Comité a décidé plutôt de la conserver dans la norme CXS 234-1999, avec des amendements, car il existait une disposition relative à la matière grasse totale dans la norme CXS 87-1981 (section 2.1.6).

Matières grasses laitières

78. Le Comité a noté que la méthode ICA n° 5 proposée était une méthode très ancienne et pourrait ne pas être appropriée et il a décidé de renvoyer cette disposition au groupe de travail électronique pour un examen plus approfondi.

¹⁰ CL 2025/17-MAS; CX/MAS 25/44/7; CX/MAS 25/44/7-Add.1 (observations de l'Australie, de l'Égypte, du Ghana, de (la République islamique de) l'Iran, du Pérou, du Royaume Uni, de la Thaïlande, de l'Association européenne du cacao, de l'ICUMSA, de l'Association internationale de la confiserie)

Teneur en eau

79. Le coprésident du groupe de travail électronique et du groupe de travail en ligne a expliqué que des changements majeurs ont été apportés aux méthodes actuellement répertoriées dans la norme CXS 234-1999. Il a été expliqué que les deux méthodes, qui étaient différentes, étaient toutes deux répertoriées comme de type I, l'une étant la gravimétrie-séchage à 100-102°C et l'autre la titrimétrie-Karl Fischer, qui mesure uniquement les molécules d'eau. Le groupe de travail en ligne a recommandé que la méthode ICA n° 1 soit approuvée comme de type IV et l'autre méthode comme de type II. Cependant, le Comité a noté qu'un débat plus approfondi pourrait être nécessaire sur la coexistence d'une méthode rationnelle de type II et d'une méthode-critère de type IV et a renvoyé cette disposition au groupe de travail électronique pour un examen plus approfondi.

Matières grasses végétales autres que le beurre de cacao

80. Le Comité a noté que le groupe de travail en ligne avait recommandé la confirmation de la méthode AOSCe10-02 comme de type IV pour les matières grasses végétales autres que le beurre de cacao et a précisé que la méthode devait être décrite en tant que «GC-MS». Le Comité a également noté que les méthodes ISO pour détecter des équivalents de beurre de cacao dans le chocolat pourraient être des méthodes de type I, potentiellement en conflit avec la qualification de type IV proposée.

81. Dans ce contexte, le Comité est convenu de renvoyer cette disposition au groupe de travail électronique pour un examen plus approfondi.

Écale de cacao

82. Le Comité a noté que les méthodes AOAC 968.10 et AOAC 970.23, précédemment combinées dans la norme CXS 234-1999 sous une seule disposition, étaient des méthodes distinctes avec des analytes différents. Le groupe de travail en ligne avait recommandé de diviser la disposition en deux lignes distinctes pour plus de clarté. Les noms des dispositions révisées étaient «Écale de cacao – déterminée comme vaisseau en spirale» et «Écale de cacao – déterminée comme nombre de cellules de pierre», les deux méthodes étant classées comme de Type I.

83. Le Comité a approuvé cette approche.

Matières sèches dégraissées du cacao, matières sèches dégraissées du lait

84. Le Comité a approuvé les recommandations du groupe de travail en ligne visant à approuver les révisions de ces deux dispositions.

Autres dispositions

85. Le Comité est convenu de renvoyer les dispositions restantes au groupe de travail électronique pour un examen plus approfondi.

Conclusion

86. Le Comité a décidé de:

- i. soumettre les méthodes pour adoption/révocation par la 48^e session de la Commission (appendice II, partie 1.1);
- ii. reconstituer le groupe de travail électronique présidé par la Serbie et coprésidé par les États-Unis d'Amérique, travaillant en anglais, pour:
 - a. continuer l'examen des méthodes pertinentes dans l'ensemble des méthodes exploitables pour les produits cacaotés et le chocolat (appendice II, partie 3.1);
 - b. préparer et soumettre le rapport du groupe de travail électronique au Secrétariat du Codex au moins trois mois avant la quarante-cinquième session du CCMAS.

Autres questions

87. Le Comité a envisagé l'examen d'autres ensembles de méthodes exploitables et il est convenu:

- i. de commencer l'examen des méthodes dans l'ensemble des méthodes exploitables pour les sucres et le miel; et
- ii. de constituer un groupe de travail électronique présidé par l'Uruguay, travaillant en anglais et en espagnol, afin de:
 - a. examiner l'ensemble des méthodes exploitables pour les sucres et le miel; et de
 - b. préparer et soumettre le rapport du groupe de travail électronique au Secrétariat du Codex au moins trois mois avant la quarante-cinquième session du CCMAS.

PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE (point 6 de l'ordre du jour)

DOCUMENT D'INFORMATION: *DIRECTIVES GÉNÉRALES SUR L'ÉCHANTILLONNAGE (CXG 50-2004)* – *LIVRE ÉLECTRONIQUE CONTENANT DES APPLICATIONS POUR LES PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE* (point 6.1 de l'ordre du jour)¹¹

88. La Nouvelle-Zélande, présidente du groupe de travail électronique, s'exprimant également au nom de l'Allemagne, coprésidente, a présenté le point et a rappelé que le document d'information soutiendrait la mise en œuvre des *Directives générales sur l'échantillonnage* (CXG 50 -2004) révisées. La présidente du groupe de travail électronique a informé le Comité du contexte de l'élaboration du document d'information; du processus de travail suivi par le groupe de travail électronique pour élaborer le document d'information; de son objectif, de sa structure et de son contenu, y compris les applications (Apps); les conclusions et les recommandations à examiner par le Comité.
89. La présidente du groupe de travail électronique a rappelé que le document d'information n'était pas un texte officiel du Codex car il n'a été ni élaboré selon la procédure par étapes du Codex ni adopté par la Commission. Cependant, il sera disponible pour un usage interne par le CCMAS et les comités du Codex et pour consultation publique sur le site web¹² du Codex après accord du Comité. Le document d'information a été considéré comme un document évolutif, ce qui signifie qu'il pouvait être révisé par le CCMAS selon les besoins.
90. La présidente du groupe de travail électronique a expliqué que l'objectif du document est de fournir des informations supplémentaires sur les plans d'échantillonnage mentionnés dans les directives CXG 50-2004, des exemples pour chacun des principaux types de plans d'échantillonnage, des informations supplémentaires sur d'autres plans d'échantillonnage, y compris les plans bayésiens, et des liens vers les applications pour la conception et l'évaluation de ces plans d'échantillonnage.
91. La présidente du groupe de travail électronique a expliqué que l'application 1 évalue et conçoit des plans d'échantillonnage pour des lots homogènes, et elle est incluse dans le document d'information par un lien. Les applications 2 et 3 sont en cours d'élaboration et seront incluses dans le document d'information dès qu'elles seront disponibles. Au fur et à mesure que davantage d'applications seront développées, des liens vers ces applications seront inclus dans le document d'information et elles seront disponibles en anglais uniquement. La présidente du groupe de travail électronique a indiqué que d'autres ressources (par exemple clips vidéo, webinaires) seraient proposés dans la mesure du possible sur le site web du Codex pour soutenir la mise en œuvre et la compréhension des plans d'échantillonnage contenus dans ces applications. À cet égard, la présidente du groupe de travail électronique a fait référence au webinaire du 28 avril 2024 visant à fournir des informations sur les plans d'échantillonnage dans les directives CXG 50-2004 et sur d'autres types de plans d'échantillonnage (y compris les plans bayésiens) et à présenter l'application 1 sur la base des dispositions du Codex.
92. La présidente du groupe de travail électronique a expliqué plus en détail la structure et le contenu du document d'information. Elle a rappelé que les délégations présentes à la 42^e (2023) et à la 43^e (2024) sessions du CCMAS ont soutenu l'inclusion de plans d'échantillonnage utilisant des tailles d'échantillon plus petites ou moins d'essais; par conséquent, certaines informations sur les plans bayésiens ont été incluses. Suite aux observations écrites soumises à cette session, le document d'information a été restructuré pour inclure une nouvelle partie 3 afin de couvrir les plans bayésiens basés sur des approches fondées sur le risque ou sur l'utilité, tandis que le contenu global est resté inchangé.
93. Sur la base de ces informations, le Comité a décidé d'examiner le document d'information révisé (CRD35) et a noté un soutien général en sa faveur et pour sa publication sur le site web du Codex. Cependant, comme résumé ci-dessous, le Comité, lors de sa 43^e session, a pris note des observations et des clarifications concernant l'inclusion des plans bayésiens.

¹¹ CL 2025/18-MAS; CX/MAS 25/44/8; CX/MAS 25/44/8-Add.1 (observations de la Colombie, de l'Égypte, de l'Indonésie, du Japon, du Kenya, de la Norvège, des Philippines et de la Thaïlande)

¹² <https://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/resources/inf-doc/en/>

94. Un membre n'a pas accepté d'introduire un nouveau concept de plans bayésiens dans le document d'information et a noté que la Commission, à sa 37^e session (2014), a approuvé le fait que les documents d'information devraient être des dérivés des travaux en cours du Comité, qui consistent, en l'espèce, dans l'examen des directives CXG 50-2004. Le champ d'application des directives CXG 50-2004 indique explicitement que l'accent est mis sur les plans d'échantillonnage en vue d'acceptation pour le contrôle de lots homogènes isolés. Le plan d'échantillonnage bayésien s'appliquait aux lots continus mais ne convenait pas aux lots isolés. Si le Comité souhaitait envisager des plans d'échantillonnage bayésiens, il devrait le faire en élaborant un texte du Codex plutôt qu'un document d'information. Le membre a donc proposé de supprimer toutes les références au plans bayésiens dans l'ensemble du document d'information.
95. La présidente du groupe de travail électronique a précisé que lors des sessions précédentes du Comité les délégations avaient manifesté un intérêt considérable pour les plans d'échantillonnage bayésiens et avaient fortement soutenu leur inclusion dans le document d'information. Ces plans offraient un moyen potentiel de réduire les coûts des essais. L'approche d'échantillonnage bayésien faisait l'objet d'un travail scientifique international, notamment au sein de l'ISO, qui allait bientôt publier un rapport technique sur l'application des méthodes bayésiennes dans l'échantillonnage en vue d'acceptation. On pouvait donc s'attendre à ce que de nouveaux travaux puissent également être lancés au sein du CCMAS par le biais de la procédure par étapes du Codex. La présidente du groupe de travail électronique a rappelé que les documents d'information, par leurs caractéristiques, n'étaient pas des textes officiels du Codex (voir paragraphe 80) et a mentionné que,
- i. dans un premier temps, des plans d'échantillonnage bayésiens ont été inclus dans le document d'information et ont été séparés des autres plans d'échantillonnage classiques figurant dans les directives CXG50-2004 qui sont présentés dans les parties 1 et 2 du document, et
 - ii. en incluant une nouvelle partie 3 qui pourrait offrir un aperçu de des plans d'échantillonnage bayésiens qui font l'objet de travaux nouveaux en cours à l'ISO et sur d'autres forums.
96. Dans un esprit de compromis, le membre a accepté la publication du document d'information sur le site web du Codex. D'autres membres ont soutenu l'explication de la présidente du groupe de travail électronique et donc l'inclusion de plans d'échantillonnage bayésiens dans le document d'information pour faciliter leur compréhension.
97. Un autre membre, tout en soutenant l'inclusion de plans d'échantillonnage bayésiens dans le document d'information, a indiqué qu'il serait nécessaire de compléter les informations fournies dans le document d'information avec celles contenues dans les *Principes régissant l'application des procédures d'échantillonnage et d'essai dans le commerce international des denrées alimentaires* (CXG 83-2013). Il a été rappelé que le document d'information était un document évolutif qui pouvait être continuellement amélioré lors des futures sessions du Comité (voir paragraphe 89) et que cette proposition pouvait être examinée dans le cadre des futures mises à jour du document d'information.
98. Le Comité a noté qu'il existait un document d'information sur des exemples pratiques d'échantillonnage actuellement disponible sur le site web du Codex et a examiné s'il fallait supprimer ce document à la lumière de l'accord sur la publication du document d'information (livre électronique avec applications de plan d'échantillonnage) ou si les deux documents d'information devraient coexister sur le site web du Codex.
99. La présidente du groupe de travail électronique a confirmé que le document d'information sur les exemples pratiques d'échantillonnage devrait être retiré du site web car il était basé sur un ensemble particulier d'hypothèses qui pourraient ne pas se produire dans la pratique; toutefois, le groupe de travail électronique examinerait ce document, en particulier au sujet du format selon lequel les plans d'échantillonnage peuvent être présentés de manière cohérente dans la norme CXS 234-1999 ou dans une norme Codex distincte sur les plans d'échantillonnage (voir le point 6.2 de l'ordre du jour, examen des plans d'échantillonnage).

Conclusion

100. Le Comité:
- i. est convenu de publier le document d'information tel que révisé (appendice IV) et d'informer les comités du Codex de la publication de ce document;
 - ii. a décidé de supprimer le document d'information actuel avec le titre «Exemples pratiques de plans d'échantillonnage» du site web du Codex;
 - iii. a noté qu'à mesure que d'autres applications seraient développées, elles seraient transmises au Secrétariat du Codex pour être incluses dans la liste des applications dans le document d'information et que le Comité en serait informé en conséquence;
 - iv. a noté que d'autres ressources de soutien, telles que des webinaires, seraient mises à disposition sur la page web du CCMAS.

EXAMEN DES PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE DANS LA NORME CXS 234 (point 6.2 de l'ordre du jour)¹³

101. La Nouvelle-Zélande, présidente du groupe de travail électronique, s'exprimant également au nom de l'Allemagne, coprésidente, a présenté le point et a expliqué que le groupe de travail électronique avait examiné deux questions, à savoir l'examen des plans d'échantillonnage dans la norme CXS 234-1999 et une proposition visant à élaborer un document de travail sur les plans d'échantillonnage pour les matériaux en vrac, y compris les mycotoxines.

Examen des plans d'échantillonnage dans la norme CXS 234-1999

102. La présidente du groupe de travail électronique a rappelé que l'objectif du document de travail était de procéder à un examen des procédures actuelles d'inclusion des plans d'échantillonnage dans la norme CXS 234-1999 et d'examiner les informations sur les plans d'échantillonnage qui peuvent être incluses dans la norme CXS 234-1999 pour les plans d'échantillonnage qui seront élaborés dans le cadre des directives CXG 50-2004, y compris les plans d'échantillonnage provenant d'autres sources sous réserve de leur confirmation par le CCMAS.
103. La présidente du groupe de travail électronique a résumé les approches qui pourraient être adoptées par le CCMAS pour examiner les plans d'échantillonnage, à savoir:
- Inclure les informations sur les plans d'échantillonnage dans la norme CXS 234-1999 tout en notant qu'un examen du format actuel est nécessaire.
 - Inclure les informations sur les plans d'échantillonnage dans chaque norme individuelle du Codex.
 - Élaborer une nouvelle norme pour inclure les informations sur les plans d'échantillonnage (parallèlement à la norme CXS 234-1999) qui ne contiendra que des informations sur les plans d'échantillonnage et supprimer la partie B de la norme CXS 234-1999.
 - Élaborer une norme pour chaque groupe de produits qui décrit les plans d'échantillonnage pour ce groupe de produits.
104. La présidente du groupe de travail électronique a également résumé les informations qui devraient être fournies de manière cohérente sur chaque plan d'échantillonnage, quelle que soit l'approche que le CCMAS pourrait adopter concernant l'inclusion et la conservation des plans d'échantillonnage:
105. La présidente du groupe de travail électronique a souligné que le Comité n'avait pas besoin de prendre de décision lors de la session en cours sur les options, le format et le contenu de la présentation des plans d'échantillonnage, mais qu'il serait utile que les délégués donnent leur avis sur ces questions pour continuer à faire progresser les travaux du groupe de travail électronique en vue de leur examen par le Comité, lors de sa quarante-cinquième session.
106. Le Comité a noté un soutien général pour reconstituer le groupe de travail électronique afin de poursuivre l'enquête sur les questions soulevées dans les paragraphes 103, 104 et dans le document de travail. En outre, le Comité a pris note des observations et des précisions suivantes concernant les approches pour l'emplacement des plans d'échantillonnage et le format et les informations connexes qui devraient accompagner leur présentation.

Débat

107. Concernant les approches possibles que le Comité pourrait adopter concernant l'emplacement des plans d'échantillonnage, le Secrétariat du Codex a proposé que le groupe de travail électronique continue de débattre et d'examiner attentivement les différentes options indiquées au paragraphe 103, en particulier les avantages et les inconvénients de conserver les plans d'échantillonnage dans la norme CXS 234-1999 plutôt que de les séparer dans une nouvelle norme ou de les conserver ou de les inclure dans des normes de produits individuelles.
108. Les membres ont généralement préféré conserver tous les plans d'échantillonnage au même endroit, soit dans la norme CXS 234-1999, soit dans une norme distincte, et les présenter de manière cohérente. Cela permettrait d'éviter les incohérences et de garantir que la même approche en matière de méthodes d'analyse soit également adoptée pour les plans d'échantillonnage. Cela pourrait également faciliter la numérisation des informations à l'avenir, dans le cadre des réflexions en cours sur le développement d'une base de données pour les méthodes d'analyse et d'échantillonnage.

109. Un membre a noté que, même s'il pourrait y avoir une préférence pour conserver tous les plans d'échantillonnage en un seul endroit, cela pourrait favoriser ce qui est le plus simple pour le CCMAS plutôt que ce qui sert le mieux la communauté plus large du Codex. Bien que le CCMAS puisse préférer réunir les plans d'échantillonnage en un seul endroit pour plus de simplicité, les comités de produits pourraient préférer que ces plans soient intégrés directement dans leurs propres normes, de sorte que toutes les informations relatives au produit se trouvent dans la norme correspondante. Par conséquent, un débat sur les approches devrait prendre en compte les différentes perspectives des organes subsidiaires du Codex, y compris le CCMAS, qui pourraient le mieux convenir au Codex.
110. Une organisation membre a noté que, même s'il était important de déterminer l'approche à adopter pour placer et afficher les plans d'échantillonnage, et que toutes les approches énoncées au paragraphe 103 étaient encore ouvertes au débat, l'analyse initiale du groupe de travail électronique a révélé qu'environ deux tiers des dispositions relatives aux produits dans la norme CXS 234-1999 manquaient d'informations sur l'échantillonnage, un problème dont on devrait s'en occuper. Il convient donc de mettre l'accent sur la définition de la *fonction* avant de déterminer la forme. Par conséquent, l'approche devrait être guidée par des besoins pratiques, c'est-à-dire identifier des plans d'échantillonnage appropriés en fonction de combinaisons spécifiques de produits et de dispositions, plutôt que de les intégrer simplement dans une structure de document prédéterminée.
111. Au sujet du format et le contenu des informations qui devraient être affichées pour une présentation cohérente des plans d'échantillonnage, des questions ont été soulevées quant à la responsabilité de fournir des informations en vue de générer les plans d'échantillonnage (par exemple le niveau de la qualité du risque du consommateur, le niveau de la qualité du risque du producteur), soit par le CCMAS, soit par les comités de produits, etc. Il a également été noté que plusieurs comités de produits ont été ajournés *sine die* et que le groupe de travail électronique devrait examiner la question de savoir qui sera responsable de la spécification des plans d'échantillonnage, en particulier dans le cas des comités actifs. Une organisation membre a estimé que cette responsabilité incombe au comité compétent lorsqu'il existe.
112. La présidente du groupe de travail électronique a noté que la question de savoir qui est responsable de la spécification des paramètres tels que les niveaux de qualité acceptables, les niveaux de risque ou tout autre paramètre clé qui détermine le plan d'échantillonnage à appliquer devrait faire l'objet d'un examen plus approfondi au sein du groupe de travail électronique.

Élaborer des plans d'échantillonnage pour les lots de matériaux en vrac/lots hétérogènes, y compris les mycotoxines

113. La présidente du groupe de travail électronique a présenté le contexte de cette proposition. La présidente du groupe de travail électronique a rappelé que les délégués aux sessions précédentes du Comité avaient exprimé un intérêt considérable pour l'acceptation de plans d'échantillonnage pour les lots constitués de matériaux en vrac/lots hétérogènes, ainsi que pour une application correspondante. Au cours des travaux sur les directives CXG 50-2004 et le document d'information associé, il y a eu un intérêt pour l'examen des approches d'échantillonnage actuellement utilisées, telles que les plans d'échantillonnage pour les mycotoxines dans la *Norme générale pour les contaminants et les toxines présents dans les produits de consommation humaine et animale* (CXS 193-1995), et l'examen d'autres approches pour les plans d'échantillonnage pour ces produits. Si une proposition de plans d'échantillonnage en vue d'acceptation pour les matériaux en vrac/lots hétérogènes, y compris des plans pour les mycotoxines, est présentée, le Comité du Codex sur les contaminants dans les aliments (CCCF) sera consulté.
114. La présidente du groupe de travail électronique a expliqué que l'examen devrait porter, sans s'y limiter, sur les points suivants:
- Le nombre de prélèvements figurant dans la norme CXS 193-1995 (par exemple 100 prélèvements élémentaires) peut conduire à manquer d'identifier des poches de contamination potentiellement dangereuses.
 - Habituellement, un seul échantillon composite est testé, ce qui signifie qu'un moyen est calculé pour les niveaux de contamination au sein du lot. Le résultat final peut donc être inférieur à la limite d'acceptation, et éventuellement inférieur à la limite de détection de la méthode d'essai, même si des poches de contamination potentiellement dangereuses sont présentes dans le lot.
 - Il est possible que les approches bayésiennes soient plus appropriées qu'une approche basée sur les risques, et une méthode de calcul des différents risques (bayésiens) peut donc s'avérer nécessaire.
115. La présidente du groupe de travail électronique a noté que le fait de recueillir les avis des délégations sur cette proposition, si elle était soutenue, contribuerait à orienter les travaux ultérieurs du groupe de travail électronique.

Débat

116. Le Comité a noté qu'il existait un soutien général à la proposition, à condition que le CCMAS et le CCCF collaborent étroitement à l'élaboration de ces plans d'échantillonnage et il a été confirmé que ce serait le cas.
117. Le Secrétariat du Codex a également expliqué que le CCCF serait informé des décisions et des débats en cours au sein du CCMAS lors de sa prochaine session (juin 2025). Le Secrétariat du Codex a également informé le Comité que le CCCF avait prévu d'examiner les plans d'échantillonnage de la norme (CXS 193-1995) suite aux recommandations du CCMAS, lors de sa 42^e session, mais que cet examen a été suspendu en attendant les résultats des débats sur les plans d'échantillonnage au sein du CCMAS.

Conclusion générale

118. Le Comité:
- i. est convenu de continuer à élaborer des documents de travail afin de:
 - a. examiner les plans d'échantillonnage dans la norme CXS 234-1999, en particulier les différentes approches pour l'emplacement des plans d'échantillonnage dans la ou les normes, le format et le contenu de la présentation des plans d'échantillonnage et la responsabilité d'évaluer les paramètres qui déterminent la sélection du plan d'échantillonnage approprié pour une combinaison produit/disposition particulière;
 - b. élaborer, ensemble avec les plans d'échantillonnage proposés pour examen par le CCMAS lors de sa quarante-cinquième session, et d'informer le CCCF de cette décision.
 - ii. a noté que les travaux sur les plans d'échantillonnage des matériaux en vrac/lots hétérogènes, y compris les mycotoxines, devraient être menés en étroite collaboration avec le CCCF;
 - iii. a noté la nécessité éventuelle pour le CCMAS de fournir un soutien aux comités de produits dans leur examen des plans d'échantillonnage.
119. Le Comité a décidé de reconstituer le groupe de travail électronique présidé par la Nouvelle-Zélande et coprésidé par l'Allemagne, travaillant en anglais uniquement, afin de
- i. réaliser les travaux décrits au paragraphe 118; et
 - ii. élaborer un document de travail relatif aux plans d'échantillonnage des matériaux en vrac / des lots hétérogènes, y compris les mycotoxines, pour présentation à la quarante-cinquième session du CCMAS.
120. Le rapport du groupe de travail électronique devrait être mis à la disposition du Secrétariat du Codex au moins trois mois avant la quarante-cinquième session du CCMAS.

CRITÈRES DE PERFORMANCE NUMÉRIQUES POUR LA DÉTERMINATION DES IONS NITRATE ET NITRITE DANS DES MATRICES ALIMENTAIRES (point 7 de l'ordre du jour)¹⁴

121. L'Australie, en tant que présidente du groupe de travail électronique et du groupe de travail en ligne sur la confirmation des méthodes (VWG), s'exprimant également au nom du coprésident, les États-Unis d'Amérique, a présenté ce point. Le Président a rappelé que le CCFA avait demandé au CCMAS: (i) d'établir des critères de performance numériques pour les méthodes d'analyse dans des matrices alimentaires spécifiées; (ii) de fournir des informations sur les méthodes d'analyse disponibles adaptées à la fois aux limites maximales adoptées et aux limites minimales de résidus proposées; et (iii) de préciser si les méthodes mesuraient les ions nitrate et nitrite séparément ou en combinaison.
122. Le Président a fait savoir que le groupe de travail électronique:
- a développé des critères de performance numériques pour les limites maximales adoptées et les niveaux de résidus les plus bas proposés dans les matrices alimentaires concernées;
 - a examiné la liste des méthodes soumises par le CCFA, y compris une méthode supplémentaire récemment publiée, et a soumis un résumé des données de validation de la méthode dans l'appendice 3 du document CX/MAS 25/44/10 pour évaluation par rapport aux critères de performance numériques.

¹⁴

CX/MAS 25/44/10

123. Des «Exemples de méthodes applicables qui répondent aux critères établis», répondant aux critères de performance numériques ont été identifiés à partir de l'appendice 3 et ont été présentés dans les appendices 1 et 2 du document CX/MAS 25/44/10.
124. Le Président a en outre expliqué que le groupe de travail en ligne (VWG) avait examiné les appendices 1 et 2 du document CX/MAS 25/44/10 et y avait apporté des modifications rédactionnelles mineures. Les versions révisées ont été présentées dans le document de séance CRD02 Rev.1, appendice VI. Il a été souligné que, si le CCFA décidait de réviser les niveaux de résidus les plus bas proposés, des méthodes d'analyse appropriées pourraient être sélectionnées sur la base des informations fournies à l'appendice 3 du document CX/MAS 25/44/10.

Conclusion

125. Le Comité:
 - i. a approuvé les critères de performance numériques pour les nitrates et les nitrites dans les matrices alimentaires spécifiées, comme présenté à l'appendice V; et
 - ii. est convenu d'avancer les critères de performance numériques susmentionnés, ainsi que les informations restantes dans le document CX/MAS 25/44/10, y compris l'appendice III de ce document.

MÉTHODES D'ANALYSE POUR L'ÉTIQUETAGE DE PRÉCAUTION RELATIF AUX ALLERGÈNES (point 8 de l'ordre du jour)¹⁵

126. Les États-Unis d'Amérique, en tant que président du groupe de travail électronique, s'exprimant également au nom du coprésident, le Royaume-Uni, ont présenté ce point. Le Président a indiqué que le rapport du groupe de travail électronique avait été examiné lors de la réunion du groupe de travail en ligne (VWG) et qu'il avait été généralement convenu que les résultats du groupe de travail électronique n'étaient pas susceptibles d'être transmis au CCFL, en raison de la disponibilité tardive du rapport. Une proposition visant à reconstituer le groupe de travail électronique afin de répondre de manière adéquate à la demande du CCFL a été notée lors des débats au sein du groupe de travail en ligne (VWG).

Conclusion

127. Le Comité est convenu de reconstituer le groupe de travail électronique présidé par les États-Unis d'Amérique et coprésidé par le Royaume-Uni, travaillant en anglais pour:
 - i.achever l'examen des méthodes figurant dans le document CX/MAS 25/44/11 par rapport aux orientations de validation et aux exigences de performance disponibles¹⁶¹⁷;
 - ii.simplifier la présentation des méthodes et de leur statut de validation inclus dans l'appendice II du document CX/MAS 25/44/11;
 - iii.elaborer un projet de réponse à la 49^e session du CCFL à soumettre pour examen à la quarante-cinquième session du CCMAS;
 - iv.préparer et soumettre le rapport du groupe de travail électronique au Secrétariat du Codex au moins trois mois avant la quarante-cinquième session du CCMAS.
128. Le Comité a confirmé que le groupe de travail électronique ne s'occupera pas de la deuxième question du CCFL relative aux plans d'échantillonnage.

HARMONISATION DES NOMS ET DU FORMAT DES PRINCIPES INDIQUÉS DANS LA NORME CXS 234 (point 9 de l'ordre du jour)¹⁸

¹⁵ CX/MAS 25/44/11

¹⁶ Dr. Latimer, George W, Jr. (ed.), 'Validation Procedures for Quantitative Food Allergen ELISA Methods: Community Guidance and Best Practices', in Dr. George W Latimer, Jr. (ed.), Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL, 22nd Edition (New York, 2023; online, AOAC Publications, 4 Jan. 2023)

¹⁷ EN 17855:2024 Produits alimentaires - Performances minimales requises pour la mesure quantitative des allergènes alimentaires du lait, de l'œuf, de l'arachide, de la noisette, de l'amande, de la noix, de la noix de cajou, de la noix de pécan, de la noix du Brésil, de la pistache, de la noix de macadamia, du blé, du lupin, du sésame, de la moutarde, du soja, du céleri, du poisson, des mollusques et des crustacés

¹⁸ CX/MAS 25/44/12

129. Le Brésil, en tant que président du groupe de travail électronique et s'exprimant également au nom du coprésident, le Chili, a présenté ce point. Le Brésil a rappelé les décisions antérieures du CCMAS qui consistaient à: (i) établir une base de données centralisée regroupant toutes les méthodes pertinentes pour le CCMAS; (ii) harmoniser la terminologie des méthodes d'analyse dans les normes du Codex; et (iii) développer une base de données accessible au public sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage à inclure sur le site web du Codex. La tâche du groupe de travail électronique visant à développer une terminologie harmonisée pour les méthodes d'analyse, le format des principes et les noms des dispositions visait donc à soutenir le développement de la base de données.
130. Le Brésil a rappelé les activités entreprises précédemment et les débats au sein du groupe de travail électronique établi par le Comité, lors de sa quarante-troisième session. Sur la base de ces consultations, un document de travail a été élaboré, comprenant un appendice et quatre annexes, comme indiqué ci-dessous:
- Appendice I: Document de travail sur l'harmonisation des noms et du format des principes indiqués dans la norme CXS 234-1999
 - Annexe A: Principes des méthodes d'analyse
 - Annexe B: Acronymes et abréviations des principes des méthodes d'analyse
 - Annexe C: Liste des acronymes pour les références de méthodes normalisées
 - Annexe D: Liste des dispositions
131. Le Brésil a résumé les débats au sein du groupe de travail électronique, ainsi que les observations principales reçues et les réponses y apportées. En ce qui concerne une suggestion visant à modifier le premier paragraphe de la Section 1 – Orientations générales de l'appendice I afin de préciser les techniques de préparation, d'extraction et de séparation des échantillons lorsqu'elles sont essentielles au processus de détermination, le Brésil a précisé que seules les techniques directement liées à l'obtention du résultat du test devraient être reflétées dans le nom du principe, car les étapes de préparation des échantillons étaient déjà détaillées dans les méthodes elles-mêmes. Cette suggestion n'a donc pas été acceptée. Des observations sur l'exclusion de l'annexe D ont également été pris en compte, avec des préoccupations soulevées quant au fait que ce contenu avait déjà été traité dans les révisions précédentes et devrait continuer à faire partie des futures mises à jour.
132. Le Brésil a proposé de publier l'appendice I ainsi que les annexes A, B et C en tant que document d'information pour favoriser la compréhension et faciliter l'accès aux informations pertinentes. Il a en outre été souligné que le document d'information devrait être un document évolutif et qu'il serait mis à jour selon les besoins. Concernant l'annexe D, le Brésil a recommandé de poursuivre le débat lors de la quarante-cinquième session du CCMAS, en soulignant la nécessité de consulter les comités du Codex concernés afin de refléter avec précision les noms des dispositions à partir des normes de produits.

Débat

133. Des membres ont exprimé leur satisfaction quant à l'élaboration de ce document d'information, reconnaissant son importance et sa large applicabilité. Son inclusion dans le document d'information «Indications détaillées sur le processus de soumission, d'examen et de confirmation des méthodes à inclure dans la norme CXS 234» a bénéficié d'un soutien général.
134. Le Comité a examiné l'appendice I et les annexes A, B, C et D, prenant acte de la décision d'examiner l'annexe D séparément en raison de sa complexité. En plus des modifications rédactionnelles, le Comité a formulé les observations et a pris les décisions suivantes:

Appendice I: Document de travail sur l'harmonisation des noms et du format des principes et des dispositions indiqués dans la norme CXS 234-1999

135. Le Comité a décidé de:
- réviser le titre de l'appendice dans le document «Harmonisation des noms et du format des principes et des dispositions indiqués dans la norme CXS 234-1999»;
 - supprimer le deuxième paragraphe de la section 1 – Principe général, car l'annexe D serait examinée séparément;
 - inclure les définitions de «potentiométrie», «spectroscopie» et «spectrométrie de masse (MS)», et réviser les définitions d'«essai biologique», «chromatographie», «essai sensoriel» et «examen visuel»: dans la section 2;
 - supprimer «Méthodes de type I» de l'en-tête de la section 3.1 et modifier la terminologie dans la section en remplaçant «humidité» (humidity) par «teneur en eau» (moisture), «matières étranges»

(strange matters) par «matière étrangère exogène» (foreign matter) et «lipides» par «matières grasses»;

- supprimer «Méthodes de type II» de l'en-tête de la section 3.2;

136. Les modifications apportées aux en-têtes des sections 3.1 et 3.2 visaient à leur conserver un caractère général, car l'objectif des sections est de montrer comment mentionner les principes des deux types de méthodes et non pas de définir le type des méthodes déjà traité dans le Manuel de procédure.

137. Un observateur, s'exprimant au nom de la Réunion inter-institutions (IAM) sur les méthodes d'analyse, a exprimé sa préoccupation quant à un éventuel chevauchement avec le document d'information existant intitulé «Indications détaillées sur le processus de soumission, d'examen et de confirmation des méthodes à inclure dans la norme CXS 234» et a suggéré qu'un examen plus complet pourrait être bénéfique pour garantir la cohérence et éviter les redondances.

Annexe A: Principes des méthodes d'analyse

138. Le Comité a décidé de:

- déplacer «Essai d'immuno-absorption enzymatique (ELISA)» sous «Immunoessai»;
- déplacer «Électrométrique» sous «Électrophotométrie»;
- inclure «séchage au four à micro-ondes» sous «Gravimétrie»;
- inclure «Temps de vol quadripolaire (QTOF)» sous «Chromatographie en phase gazeuse (GC)»
- supprimer les températures spécifiques pour «incinération» et «séchage», et les exprimer sous «Incinération à (température) °C» et «Séchage à (température) °C»;
- supprimer le mot «Thermique» de «DéTECTeur de conductivité thermique (TCD)» et modifier en conséquence l'acronyme «TCD» en «CD».

139. Un membre a également suggéré que l'exemple du QTOF pourrait être généralisé aux «déTECTeurs à haute résolution».

140. Le Comité a noté que certains principes inclus dans la norme CXS 234-1999 manquaient dans l'annexe, tandis que d'autres répertoriés dans l'annexe n'étaient pas présents dans la norme CXS 234-1999. Le Comité a également noté des incohérences dans la terminologie (par exemple, «électrophotométrie» contre «photométrie», «électrométrique») et a suggéré d'inclure des exemples pour illustrer la présentation correcte des principes.

141. Le Comité est convenu que cette annexe nécessitait un examen plus approfondi et n'était pas encore prête à être publiée.

Annexe C: Liste des acronymes pour les références de méthodes normalisées

142. Le Comité a noté que «IOCCC» devrait être remplacé par «ICA» et a corrigé le nom complet de «FDA» en «Food and Drug Administration».

Annexe D: Liste des dispositions

143. Le Comité a noté que les dispositions de la norme CXS 234-1999 devraient rester alignées sur celles des normes de produits afin d'éviter tout décalage et toute confusion. Il a en outre été souligné que les dispositions de la norme CXS 234-1999 reflétaient les dispositions d'origine des normes de produits et ne devaient pas être trop simplifiées, car cela pourrait supprimer des contextes essentiels. Certaines dispositions indiquaient une complémentarité des méthodes et avaient fait l'objet de longs débats. Certaines des modifications proposées à l'annexe D ont des implications importantes. Il est donc nécessaire de consulter les comités des produits et d'autres comités compétents.

144. Le Président a proposé de séparer les dispositions en trois groupes: celles qui ne nécessitent aucun changement ou seulement des modifications rédactionnelles; celles liées aux comités de produits actifs; et celles liées aux comités de produits qui ont été ajournés *sine die* ou supprimés. Des mesures appropriées, notamment la recherche de conseils auprès des comités respectifs sur les modifications à apporter à ces dispositions, seraient alors envisagées.

145. En réponse à la question de savoir si le CCMAS pouvait modifier les noms des dispositions dans les normes de produits pour les comités du Codex qui avaient été ajournés *sine die*, le Secrétariat du Codex a précisé qu'en général, le CCMAS n'avait pas le pouvoir d'effectuer de telles modifications. Si nécessaire, ces propositions devraient être soumises à la Commission. Une situation similaire s'est produite avec les révisions de la disposition d'une norme sur le lait et les produits laitiers (c'est-à-dire la modification de la disposition de la section 3.3 de la *Norme pour la caséine alimentaire et produits dérivés* (CXS 290-1995)¹⁹, qui a suivi le même mécanisme.

146. Le Comité est convenu d'examiner plus en détail ce sujet lors de sa prochaine session.

Conclusion

147. Le Comité a décidé de reconstituer le groupe de travail électronique, présidé par le Brésil et coprésidé par le Chili, travaillant en anglais, pour:

- i. continuer à réviser l'«Harmonisation des noms des principes dans la norme CXS 234-1999», y compris les annexes A, B et C, en utilisant l'appendice VI comme base, dans le but de garantir que les principes dans la norme CXS 234-1999 sont correctement inclus;
- ii. poursuivre les débats sur l'annexe D, en se concentrant sur la séparation des dispositions en trois groupes distincts (dispositions avec modifications rédactionnelles ou sans changement, dispositions liées aux comités actifs, dispositions liées aux comités inactifs) et en formulant des recommandations correspondantes;
- iii. préparer et soumettre le rapport du groupe de travail électronique au Secrétariat du Codex au moins trois mois avant la quarante-cinquième session du CCMAS.

148. Le Comité a en outre décidé qu'après l'accord sur les révisions lors d'une session ultérieure, le document «Harmonisation des noms des principes dans la norme CXS 234-1999», ainsi que les annexes A, B et C, seraient introduits dans la section 4.0 (i), dans le document d'information intitulé «Indications détaillées sur le processus de soumission, d'examen et de confirmation des méthodes à inclure dans la norme CXS 234» et incorporés dans le document d'information en tant qu'annexe.

RAPPORT DE LA RÉUNION INTERINSTITUTIONS SUR LES MÉTHODES D'ANALYSE (point 10 de l'ordre du jour)

149. L'observateur de la Convention de pharmacopée des États-Unis d'Amérique (USPC), s'exprimant en tant que président de la réunion interinstitutions (IAM), a présenté le rapport de l'IAM présenté dans le document de séance CRD03 et a demandé aux participants de contacter directement l'IAM ou les organismes de normalisation s'ils avaient des préoccupations à traiter. L'observateur a mis en exergue plusieurs sujets récurrents de la session actuelle qui devraient justifier un débat dans l'avenir, à savoir:

- les préoccupations concernant une expansion potentielle au-delà de ce qui était initialement prévu dans l'utilisation des méthodes de type I, en particulier en ce qui concerne les céréales et les produits cacaotés, lorsque des méthodes différentes sont appliquées à la même disposition;
- la conservation et le retrait des méthodes, tout en notant les différents cycles de révision selon les organisations et en suggérant une période structurée pour le remplacement des méthodes dans la norme CXS 234-1999, ce qui nécessite une réflexion approfondie, car les analystes sont toujours censés utiliser la version la plus récente des méthodes officielles;
- le besoin d'une reprise du débat historique sur l'extension des matrices des méthodes officielles et les défis de longue date associés concernant la fourniture de données de précision;
- les difficultés persistantes liées aux paramètres d'authenticité, notamment dans les normes relatives aux jus de fruits, à l'huile végétale et à l'huile d'olive.

150. Le Comité a noté que plusieurs des questions soulevées dans le document de séance CRD03 avaient été examinées dans le cadre des points correspondants de l'ordre du jour.

Conclusion

151. Le Comité a remercié les membres de la réunion interinstitutions pour leur contribution précieuse aux travaux du Comité.

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

152. Le Comité a noté qu'aucune autre question ni aucun travail futur n'avaient été proposés.

¹⁹

REP21/MAS paragraphes 23 et 24(ii)

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

153. Le Comité a été informé que sa quarante-cinquième session était provisoirement prévue du 9 au 13 mars 2026 à Budapest, en Hongrie, les dispositions finales étant sujettes à confirmation par le pays hôte en consultation avec le Secrétariat du Codex.

LIST OF PARTICIPANTS
LISTE DES PARTICIPANTS
LISTA DE PARTICIPANTES

CHAIRPERSON – PRÉSIDENT - PRESIDENTE

Dr Attila Nagy
 Director
 National Food Chain Safety Office
 Budapest

CHAIR'S ASSISTANT – ASSISTANTE DU PRÉSIDENT – ASISTENTE DEL PRESIDENTE

Dr Zsuzsa Farkas
 Food data analyst
 University of Veterinary Medicine
 Budapest

MEMBERS NATIONS AND MEMBER ORGANIZATIONS
ÉTATS MEMBRES ET ORGANISATIONS MEMBRES
ESTADOS MIEMBROS Y ORGANIZACIONES MIEMBROS

ALGERIA - ALGÉRIE - ARGELIA

Eng Nourreddine Haridi
 Directeur de la Qualité et de la protection du Consommateur
 Ministère du commerce intérieur et de la régulation du marché national
 Alger

Eng Nassiba Allani
 Chef de Département de la métrologie et de la maintenance.
 Centre Algérien de Contrôle de Qualité et de l'Emballage
 Alger

Eng Aicha Boukari
 Chef de Département de l'Harmonisation et de la Coordination.
 Centre Algérien de Contrôle de Qualité et de l'Emballage
 Alger

Mrs Ouahiba Kouadria
 Point de contact de Codex de l'Algérie
 Centre algérien du Contrôle de la Qualité/Ministère du Commerce
 Alger

Mrs Soraya Oukil
 Chef de service Soutien Technique aux laboratoires
 Ministère du commerce et de la Promotion des Exportations.
 Alger

ARGENTINA - ARGENTINE

Mr Carlos Allí
 Director de Laboratorios Vegetal
 SENASA
 Buenos Aires

Mrs Cecilia Laura Acastello
 Jefa del Departamento Laboratorios de Referencia en Alimentos
 Instituto Nacional de Tecnología Industrial

Mrs Gabriela Costamagna
 Jefa Departamento de Materiales de Referencia
 Instituto Nacional de Tecnología Industrial

AUSTRALIA - AUSTRALIE

Mr Richard Coghlan
 Senior Technical Expert
 National Measurement Institute
 North Ryde

Mr Neil Shepherd
 Sector Manager, Life Sciences
 National Association of Testing Authorities,
 Australia
 Victoria

AZERBAIJAN - AZERBAÏDJAN - AZERBAIYÁN

Ms Aygun Ganbarzade
 Specialist
 Azerbaijan Food Safety Institute
 Baku

Ms Nigar Hajizada
 Senior Chemist
 Azerbaijan Food Safety Institute
 Baku

BELGIUM - BELGIQUE - BÉLGICA

Geert Janssens
 Expert
 Belgian Federal Agency for the Safety of the food chain
 Brussels

BELIZE - BELICE

Mrs Colette Eusey Cuello
 Analytical Chemist
 Central Investigation Laboratory
 Belize

**BOLIVIA (PLURINATIONAL STATE OF) -
 BOLIVIE (ÉTAT PLURINATIONAL DE) -
 BOLIVIA (ESTADO PLURINACIONAL DE)**

Mrs Carolina Tejerina Vertiz
 Profesional de Vigilancia y Control de Residuos y
 Contaminantes
 SENASAG
 Santa Cruz de la Sierra

BRAZIL - BRÉSIL - BRASIL

Ms Ligia Lindner Schreiner
 Health Regulation Expert
 Brazilian Health Regulatory Agency - ANVISA
 Brasília

Mrs Eugênia Azevedo Vargas
 Federal Agricultural Auditor Inspector
 Ministry of Agriculture and Livestock - MAPA

Mrs Ana Claudia Marquim Firma De Araújo
 Regulation National Health Surveillance
 National Health Surveillance Agency
 Brasília-DF

Mrs Priscilla Nogueira Consigliero
 Health Regulation Expert
 Brazilian Health Surveillance Agency - ANVISA

Mr Nilton Silva
 Analyst and Researcher in Health and Technology
 Fundação Ezequiel Dias
 Belo Horizonte

Ms Lina Yamachita Oliveras
 Expert Asesor
 ANVISA

**BRUNEI DARUSSALAM - BRUNÉI
 DARUSSALAM**

Dr Siti Madiyah Haji Mohd Don
 Lecturer
 Universiti Teknologi Brunei

Mrs Nadiatul Hanna Haji Zulkifli
 Scientific Officer (Head of Microbiology
 Laboratory)
 Ministry of Health

Ms Hjh Kasumawati Hj Jaafar
 Senior Manager
 Brunei Darussalam Food Authority

Mr Hj Md Hilmi Md Taib
 Scientific Officer (Head of Food Chemistry
 Laboratory)
 Ministry of Health

BULGARIA - BULGARIE

Mrs Eva Albert
 Chief Expert
 Bulgarian Food Safety Authority

Mr Emil Simeonov
 Chief Expert
 Bulgarian Food Safety Authority

Mrs Mariana Vladimirova-Boceva
 Chief Expert
 Bulgarian Food Safety Authority

BURUNDI

Mr Ntahomvukiye Celestin
 CCP
 Bureau Burundais de Normalisation et Contrôle
 de la Qualité (BBN)
 Bujumbura

Mr Bazeruka Omer
 Analyst
 Burundi Bureau of Standards and Quality Control
 "BBN"
 Bujumbura

CABO VERDE

Mrs Dalila Silva
 Técnico de Regulação da ERIS
 ERIS
 Praia

Mr Wilson Tavares
 Técnico de Regulação da ERIS
 ERIS
 Praia

CANADA - CANADÁ

Dr Thea Rawn
 Research Scientist
 Health Canada
 Ottawa

Ms Faith Chou
 Food Chemistry Specialist
 Canadian Food Inspection Agency
 Ottawa

Mr Jean-francois Fiset
 Chief, Food Research Division
 Bureau of Chemical Safety
 Ottawa

CHILE - CHILI

Ms Soraya Sandoval Riquelme
 Head Metrology Subdepartment
 Instituto de Salud Pública de Chile ISP
 Santiago

Ms Catherine Cáceres Saavedra
 Coordinadora de Calidad
 Instituto de Salud Pública, ISP
 Santiago

Ms Lorena Lorca Asesor del Área de Evaluación de Riesgos Agencia Chilena para la Inocuidad y Calidad Alimentaria (ACHIPIA) Santiago	Dr Kam Cheung Wong Chemist (Food Research Laboratory) Centre for Food Safety, Food and Environmental Hygiene Department, The Government of the Hong Kong Special Administrative Region Hong Kong
Ms Carolina Toro Villaruel Jefa del Departamento Laboratorio Químico (S) Servicio Nacional de Aduana Valparaíso	Ms Yueyang Yu Probationary Staff Member Science and Technology Research Center of China Customs Beijing
CHINA - CHINE	
Dr Wei Wang Researcher China National Center for Food Safety Risk Assessment Beijing	Mrs Rong Zhang Senior Engineer Science and Technology Research Center of China Customs Beijing
Mrs Xin Hao Senior Engineer Science and Technology Research Center of China Customs Beijing	Ms Guangyan Zhu Researcher Institute for the Control of Agrochemicals, Ministry of Agriculture and Rural Affairs Beijing
Dr Guixian Hu Associate Researcher Zhejiang Academy of Agricultural Sciences Zhejiang Province	COLOMBIA - COLOMBIE
Dr Xue Li Assistant Research Fellow Zhejiang Academy of Agricultural Sciences Zhejiang Province	Ms Myriam Rivera Coordinadora Grupo Red Laboratorios y Calidad Invima Bogotá
Dr Jiao Liu Associate Researcher Hubei Key Laboratory of Nutritional Quality and Safety of Agro-Products Hubei Province	COSTA RICA
Dr Xuemei Tang Associate Professor Institute of Agricultural Quality Standards and Monitoring Technology, Guangdong Academy of Agricultural Sciences Guangdong Province	Mrs Karla Rojas Arrieta Coordinador Nacional de CCMAS Ministerio de Agricultura y Ganadería Heredia
Dr Jing Tian Researcher China National Center for Food Safety Risk Assessment Beijing	Mrs Melina Flores Rodríguez Asesora Codex Ministerio de Economía, Industria y Comercio Tibás
Dr Yu Wei Associate Researcher China National Center for Food Safety Risk Assessment Beijing	CROATIA - CROATIE - CROACIA
Dr Yiu Tung Wong Chemist (Additives, Contaminants & Composition Section) Government Laboratory, The Government of the Hong Kong Special Administrative Region Hong Kong	Ms Darija Vratarić Senior Adviser Ministry of Agriculture Zagreb
CUBA	
	Mrs Maria Del Rey Presidenta del Comité de Normalización de Muestreo y Análisis Oficina Nacional de Inspección Estatal ONIE La Habana
	Mr Jose Fu Especialista Ministerio de la Industria Alimentaria La Habana

CYPRUS - CHYPRE - CHIPRE

Mrs Despo Louca Christodoulou
Senior Chemist
Ministry of Health
Nicosia

Mr Christoforos Papachrysostomou
Senior Chemist
Ministry of Health
Nicosia

**CZECH REPUBLIC -
RÉPUBLIQUE TCHÈQUE -
REPÚBLICA CHECA**

Dr Dana Triska
Head of Food Chain Unit
Ministry of Agriculture of the Czech Republic
Prague 1

Mr Lukas Milisderfer
Expert
Ministry of Agriculture of the Czech Republic
Prague

CÔTE D'IVOIRE

Dr Yiwo Thècle Noée Céline N'guessan
Sous-Directrice
Ministère d'Etat, Ministère de l'Agriculture, du
Développement Rural et des Productions
Vivrières
Abidjan

ECUADOR - ÉQUATEUR

Mr Alejandro Alvear
Analista de Laboratorio de Bromatología
Agencia Nacional de Regulación, Control y
Vigilancia Sanitaria
Quito

Mr Vicente Barba
Analista de Bromatología y Microbiología
Agencia de Regulación y Control Fito y
Zoosanitario - AGROCALIDAD
Quito

EGYPT - ÉGYPTE - EGIPTO

Eng Mariam Barsoum
Food Standards Specialist
Egyptian Organization for Standardization and
Quality
Cairo

Dr Yasser Mohamed Nabil Mostafa Afifi
Researcher
Central Laboratory of Residue Analysis of
Pesticides and Heavy Metals in Foods
Giza

Eng Ahmed Eltoukhy
Scientific and Regulatory Affairs Manager
International Co. for Agro Industrial Projects
(Beyti)
Cairo

EL SALVADOR

Mr Josué Saúl Herrara Díaz
Supervisor de Análisis Microbiológico de
Alimentos Bebidas y Afines
Superintendencia de Regulación Sanitaria
Santa Tecla

Mr Fernando Jiménez
Asistente Técnico
Organismo Salvadoreño de Reglamentación
Técnica
San Salvador Este

Mr José Fernando Maldonado Cestona
Coordinador Área de Inocuidad de Alimentos y
Agricultura Orgánica
Ministerio de Agricultura y Ganadería (MAG)
Soyapango

ESTONIA - ESTONIE

Dr Lauri Jalukse
Head of the Department of Chemistry
The National Centre for Laboratory Research and
Risk Assessment (LABRIS)
Tartu

**EUROPEAN UNION - UNION EUROPÉENNE -
UNIÓN EUROPEA**

Dr Franz Ulberth
Scientific Expert
European Commission
Geel

Dr Judit Krommer
Policy Officer
European Commission
Brussels

FRANCE - FRANCIA

Mr Jean-Luc Deborde
Expert méthodes analytiques
Ministère de l'agriculture et de la souveraineté
alimentaire
Paris

Ms Corinne Bergeron
Rédactrice - Bureau des produits d'origine
végétale et boissons
Ministère de l'Économie, des Finances et de la
Souveraineté industrielle et numérique de la
France
Paris

GERMANY - ALLEMAGNE - ALEMANIA

Dr Gerd Fricke
Vice President
The Federal Office of Consumer Protection and
Food Safety

Dr Stephan Walch
Executive Director
Chemisches und Veterinäruntersuchungsamt
Karlsruhe

Dr Petra Gowik
Head of Department
The Federal Office of Consumer Protection and Food Safety
Berlin

Dr Steffen Uhlig
CEO
Quo data
Dresden

Mr Bertrand Colson
Scientist
Quo Data
Dresden

Dr Peter Wend
Head of Group
The Federal Office of Consumer Protection and Food Safety
Berlin

Dr Sabine Kemklein
Head of Unit
The Federal Office of Consumer Protection and Food Safety
Berlin

GHANA

Mrs Marian Ayikuokor Komey
Chief Regulatory Officer
Food and Drugs Authority
Accra

Dr Aaron Albert Aryee
Lecturer
University of Ghana

Mr Derick Djan
Deputy Research Manager
COCOBOD - QCC

Mr Maxwell Haizel
Regulatory Officer
Food and Drugs Authority
Accra

Dr Jessica Juweriah Ibrahim
Lecturer
University of Ghana

Ms Lilian Kabukuor Manor
Scientific Officer
Ghana Standards Authority
Accra

Mr Joel Cox Menka Banahene
Principal Research Officer
Quality Control Company Ltd (COCOBOD)
Tema

Ms Abena Yiwaa Oppong-mensah
Principal Research Officer
COCOBOD - Quality Control Company Limited
Accra

Dr Joycelyn Quansah
Senior Lecturer
University of Ghana

Ms Olivia Peace Dzifa Vordoagu
Principal Research Officer
Quality Control Company Ltd (COCOBOD)
Accra

HUNGARY - HONGRIE - HUNGRÍA

Dr Ákos Jozwiak
Research Director
University of Veterinary Medicine
Budapest

Mr Gábor Kelemen
Quality Expert
Ministry of Agriculture
Budapest

Ms Fanny Becsey
Food Safety Policy Officer
Ministry of Agriculture
Budapest

Dr Borbála Bende
Veterinary and Food Safety Attaché
Foreign Ministry

Dr Barbara Bóné
Head of Unit
Ministry of Agriculture
Budapest

Dr Eszter Fejesné Tóth
Engineer
National Food Chain Safety Office
Miskolc

Dr Péter Fodor
Co-Chair of PWG
Hungarian University of Agriculture and Life Sciences
Budapest

INDIA - INDE

Dr Alka Rao
Advisor
Food Safety and Standards Authority of India

Mr Nagabhooshana G
Technical Officer
FSSAI
New Delhi

Mr Ratish Ramanan K
Technical Officer
Food Safety and Standards Authority of India
Delhi

Mr Balasubramanian K
Joint Director (Science and Standards)
Food Safety and Standards Authority of India

Mr Perumal Karthikeyan
 Joint Director (Science and Standards)
 Food Safety and Standards Authority of India
 (FSSAI)
 New Delhi

Ms Jaspreet Kaur
 Assistant Director (T)
 Food Safety and Standards Authority of India

Ms Gurpreet Kaur
 Technical Officer
 Food Safety and Standards Authority of India

Dr Santosh Kumar B
 Scientist-D
 ICMR-National Institute of Nutrition (NIN)
 Hyderabad

Ms Manpreet Kour
 Technical Officer
 Food Safety and Standards Authority of India
 New Delhi

Ms Priyanka Meena
 Technical Officer
 Food Safety and Standards Authority of India
 Delhi

Dr Santosh Kumar B
 Scientist-D
 ICMR-National Institute of Nutrition (NIN)
 Hyderabad

Ruby Mishra
 Food Analyst
 National Food Laboratory, Ghaziabad
 Ghaziabad

Mr Surendra Singh Raghav
 Director
 National Food Laboratory
 Ghaziabad

Ms Aditi Sharma
 Technical Officer
 Food Safety and Standards Authority of India

Dr Sakshi Sharma
 Assistant Director (T)
 Food Safety and Standards Authority of India

INDONESIA - INDONÉSIE

Mrs Ratri Alfitasari
 Standardization Analyst
 National Standardization Agency of Indonesia
 Jakarta

Mr Supriyanto Supri
 National QA Manager
 PT. SGS Indonesia
 Jakarta

Ms Sentya Wisenda
 Analyst of Standardization
 National Standardization Agency of Indonesia
 Jakarta

Mrs Tanti Yulianti
 Senior Regulatory in Drug and Food Control
 The Indonesian Food and Drug Authority
 Jakarta

IRAN (ISLAMIC REPUBLIC OF) - IRAN (RÉPUBLIQUE ISLAMIQUE D') - IRÁN (REPÚBLICA ISLÁMICA DEL)

Mrs Samaneh Eghtedari
 Expert of Codex Group in Iran
 Iran National Standards Organization (INSO)
 Tehran

Mrs Azam Sadat Meshkani
 Chair of National Codex Committee MAS in Iran
 Private Sector
 Tehran

Mrs Nahal Mozhdehi
 Secretary of CCMAS in Iran
 Private Sector
 Tehran

IRELAND - IRLANDE - IRLANDA

Dr Finbarr O'regan
 Agricultural Inspector
 Department of Agriculture Food and the Marine
 (DAFM)

ITALY - ITALIE - ITALIA

Dr Francesca Ponti
 Officer
 Ministry of Agriculture, Food Sovereignty and
 Forestry
 Rome

Mr Giulio Cardini
 Policy Officer
 Ministry of Agriculture, Food Sovereignty and
 Forests
 Rome

JAPAN - JAPON - JAPÓN

Dr Hidetaka Kobayashi
 Coordinator, Risk and Crisis Management
 Ministry of Agriculture, Forestry and Fisheries
 Tokyo

Mr Toyohiro Egawa
 Associate Director
 Ministry of Agriculture, Forestry and Fisheries
 Tokyo

Mr Yuusuke Miyazaki
 Deputy Director
 Ministry of Health, Labour and Welfare
 Tokyo

Ms Nagomi Oota
 Section Chief
 Ministry of Health, Labour and Welfare
 Tokyo

Dr Takahiro Watanabe
Section Chief
National Institute of Health Sciences
Kanagawa

Mr Yushi Yamamoto
Associate Director
Ministry of Agriculture, Forestry and Fisheries
Tokyo

Ms Ryoko Yokoyama
Deputy Director
Ministry of Health, Labour and Welfare
Tokyo

LATVIA - LETTONIE - LETONIA

Mr Maris Valdovskis
Deputy Head of Division
Ministry of Agriculture of Latvia
Riga

MALAYSIA - MALAISIE - MALASIA

Mr Shafek Hamlan Abdul Hamid
Senior Director of Drinking Water, Food and Environmental Safety Analysis Centre
Ministry of Science, Technology and Innovation
Petaling Jaya

Mr Hairul Nizwan Ab Manap
Head of Section Contamination
Ministry of Science, Technology and Innovation
Petaling Jaya

Ms Vanitha Kunalan
Director of Food Quality Department
Ministry of Science, Technology and Innovation
Petaling Jaya

Ms Wan Zalina Wan Faizal
Head of Section Food Nutrition
Ministry of Science, Technology and Innovation
Petaling Jaya

MALDIVES - MALDIVAS

Mrs Khalisa Mohamed
Food Quality Assurance Coordinator
Ministry of Health
Male'

Shifana Mohamed
Senior Food Quality Assurance Officer
Ministry of Health
Male'

MEXICO - MEXIQUE - MÉXICO

Q.A. María Guadalupe Arizmendi Ramírez
Verificadora Especializada
Asuntos Internacionales
Comisión Federal para la Protección contra Riesgos Sanitarios, COFEPRIS

Mrs María Elena Álvarez Jimenez
Jefa de Departamento de Cultivos Tropicales
Dirección de Cultivos Agroindustriales Secretaría de Agricultura y Desarrollo Rural

Ms Gabriela Alejandra Jiménez Rodríguez
Subdirectora de Normas
Dirección General de Producción Agrícola
Secretaría de Agricultura y Desarrollo Rural
CDMX

MOROCCO - MAROC - MARRUECOS

Mr Mounir Rahlaoui
Chef de Division laboratoire Microbiologie
MOROCCO FOODEX-EACCE
Casablanca

Mr Rida Achoukhi
Cadre au Service des Biens de Consommation et Services
Institut Marocain de Normalisation (IMANOR)
Rabat

Mr Mounir Diouri
Laboratory Manager
Qualilab International
Casablanca

Eng Bouchra Messaoudi
Cadre au Service de la Normalisation et Codex Alimentarius
Office National de la Sécurité Sanitaire Des Produits Alimentaires
Rabat

NETHERLANDS - PAYS-BAS - PAÍSES BAJOS

Mrs Mounira Tarnich
Senior Policy Officer
Ministry of Agriculture, Fishery, Food Security and Nature
The Hague

Dr Martin Alewijn
Researcher food composition and authenticity
Wageningen University and Research
Wageningen

NEW ZEALAND - NOUVELLE-ZÉLANDE - NUEVA ZELANDIA

Ms Susan Morris
Principal Adviser
Ministry for Primary Industries
Wellington

Mr Roger Kissling
Statistician
Fonterra Co-operative Group Ltd

NIGERIA - NIGÉRIA

Mrs Wasini Isaac Aduwa
Assistant Director
National Agency for Food and Drug Administration and Control
Kaduna

NORWAY - NORVÈGE - NORUEGA

Mrs Hilde Johanne Skår
 Senior Adviser
 Norwegian Food Safety Authority
 Oslo

Mr Stig Valdersnes
 Senior Scientist
 Institute of Marine Research
 Bergen

OMAN - OMÁN

Mrs Tahani Alkhadhuri
 Head of Quality Control Department
 Food Safety and Quality Center
 Seeb, Muscat

PANAMA - PANAMÁ

Eng Joseph Gallardo
 Ingeniero de Alimentos/Punto de Contacto Codex
 Ministerio de Comercio e Industrias
 Panamá

PARAGUAY

Prof Mauricio Armando Rebollo González
 Profesional Técnico
 Instituto Nacional de Tecnología, Normalización y
 Metrología - INTN
 Asunción

Ms María Inés Ibarra Colman
 Codex Contact Point
 Instituto Nacional de Tecnología, Normalización y
 Metrología - INTN
 Asunción

PERU - PÉROU - PERÚ

Ms Jenny Huamán Tupac
 Coordinadora Titular de la Comisión Técnica
 Nacional sobre Métodos de Análisis y Toma de
 Muestras
 INACAL
 Lima

Ms Claudia Puelles León
 Coordinadora Alterna de la Comisión Técnica
 Nacional sobre Métodos de Análisis y Toma de
 Muestras
 INACAL
 Lima

Ms Gloria Castillo Vargas
 Especialista de Normalización
 INACAL
 Lima

Mg. Sc. Celso Gonzales Chavesta
 Director del Departamento de Estadística e
 Informática de la Facultad de Economía y
 Planificación
 Universidad Nacional Agraria La Molina
 Lima

PHILIPPINES - FILIPINAS

Ms Lourdes Timario
 Chairperson, SCMAS
 National Codex Organization

Ms Chrismasita Oblepias
 Co-Chairperson, NCO Sub-Committee on
 Methods of Analysis and Sampling (SCMAS)
 National Codex Organization
 Muntinlupa

Ms Michelle Panghulan
 Member, CCMAS
 National Codex Organization

POLAND - POLOGNE - POLONIA

Ms Magdalena Swiderska
 Director of Laboratory
 Agricultural and Food Quality Inspection
 Poznań

Mr Szymon Jasiecki
 Expert
 Agricultural and Food Quality Inspection
 Poznań

Ms Urszula Kopysc
 Junior Specialist
 National Institute of Public Health NIH - National
 Research Institute
 Warsaw

Mr Marc Leguen De Lacroix
 Political Administrator
 Council of the European Union
 Brussels

Ms Joanna Maryniak - Szpilarska
 Main Expert
 Agricultural and Food Quality Inspection
 Warsaw

PORTUGAL

Dr Elsa Margarida Gonçalves
 Researcher
 Instituto Nacional de Investigação Agrária e
 Veterinária, I.P. (INIAV)
 Lisboa

QATAR

Ms Aisha Abdulla J A Al-Mansoori
 Chief Laboratory Technologist
 Ministry of Public Health

Ms Zaynab Abdelazim Elhussein
 Senior Laboratory Technologist I
 Ministry of Public Health

Mr Musab Ahmed Elmoustafa
 Senior Laboratory Technologist II
 Ministry of Public Health

Ms Ameera Jobran A Alyafei
 Food Safety Expert
 Ministry of Public Health

Dr Aneez Ahamad P. Yossouff
Expert, Food Safety
Ministry of Public Health

Ms Rajani Raviendren Vaniyan
Senior Laboratory Technologist II
Ministry of Public Health

REPUBLIC OF KOREA -
RÉPUBLIQUE DE CORÉE -
REPÚBLICA DE COREA

Mrs Hye Jeong Kim
Senior Scientific Officer
Ministry of Food and Drug Safety

Dr Won Tae Jeong
Scientific Officer
Rural Development Administration

Mr Young Jun Kim
Codex Researcher
Ministry of Food and Drug Safety

Dr Yong Kyoung Kim
Senior Scientific Officer
National Agricultural Products Quality
Management Service

Ms Hyun Jung Kim
SPS Researcher
Ministry of Agriculture, Food and Rural Affairs

Prof Joon Goo Lee
Professor
Seoul National University of Science &
Technology

Dr Ock Jin Paek
Senior Scientific Officer
Ministry of Food and Drug Safety

RUSSIAN FEDERATION -
FÉDÉRATION DE RUSSIE -
FEDERACIÓN DE RUSIA

Mr Vladimir Rusakov
Leading Researcher
F.F. Erisman Federal Scientific Centre of Hygiene

Mr Andrey Setko
Head of division
F.F. Erisman Federal Scientific Centre of Hygiene

RWANDA

Mrs Rosine Niyonshuti
Food Technology Specialist
Rwanda Standards Board
Kigali

**SAUDI ARABIA - ARABIE SAOUDITE - ARABIA
SAUDITA**

Mr Abdulaziz Al Qaud
Senior Product Registration Support Expert
Saudi Food and Drug Authority
Riyadh

Mr Abdulaziz Al Tamimi
Senior Standards and Specifications Expert
Saudi Food and Drug Authority
Riyadh

Mr Abdullah Al Sayari
Section Head of Hormones and antibiotics
Saudi Food and Drug Authority
Riyadh

Mr Mubarak Al-Garaiwi
Senior Scientific Evaluation Expert
Saudi Food and Drug Authority
Riyadh

SENEGAL - SÉNÉGAL

Mr Leon Niassy Coly
Chef de service chimie
Laboratoire National d'analyses et de Contrôle
Dakar

Dr Younoussa Diallo
Chef de division contrôle qualité
Institut de Technologie Alimentaire
Dakar

Mrs Lucie Fatime Sarr
Coordinatrice comité CCMAS
Laboratoire Nationale d'analyses et de Contrôle
Dakar

SERBIA

Milica Rankov
Director of Customer Support Dpt.
SP Laboratorija A.D.
Bečej

Ms Marija Vujić-Stefanović
Deputy CEO of Genetical and Physical Chemical
Analysis
SP Laboratorija A.D.
Bečej

SIERRA LEONE - SIERRA LEONA

Mr Mohamed Gibril Bah
Senior Scientific Officers
Sierra Leone Standards Bureau
Freetown

Mr Amadu Jogor Bah
Deputy Director/Codex Contact Point
Sierra Leone Standards Bureau
Freetown

Mr Ibrahim Alimamy Kamara
Scientific Officer
Sierra Leone Standards Bureau
Freetown

SINGAPORE - SINGAPOUR - SINGAPUR

Mr Ivan Si Ming Ng
Senior Scientist
Singapore Food Agency
Singapore

SLOVAKIA - SLOVAQUIE - ESLOVAQUIA

Mrs Yveta Vojsová

Head of the Food and Feed Safety Department
State Veterinary and Food Institute Veterinary and
Food Institute in Bratislava
Bratislava

Dr Lenka Cabanová

Head of Department
State Veterinary and Food Institute
Dolný Kubín

SPAIN - ESPAGNE - ESPAÑA

Ms Juana Bustos García De Castro

Directora del Centro Nacional de Alimentación
(CNA-AESAN)

Agencia Española de Seguridad Alimentaria y
Nutrición (AESAN)
Ministerio de Derechos Sociales, Consumo y
Agenda 2030
Majadahonda, Madrid

SRI LANKA

Dr Gayan Ariyadasa

Consultant Community Physician
Ministry of Health
Colombo

Dr Hemali Jayasekera

Consultant Community Physician
Ministry of Health
Colombo

Mrs Kamani Perera

Deputy Government Analyst
Government Analyst's Department
Battaramulla

SWITZERLAND - SUISSE - SUIZA

Mrs Christina Zbinden

Scientific Officer
Federal Food Safety and Veterinary Office FSVO
Bern

THAILAND - THAÏLANDE - TAILANDIA

Ms Tipawan Ningnoi

Medical Scientist, Expert Level
Department of Medical Sciences
Ministry of Public Health
Nontaburi

Mrs Supanoi Subsinserm

Senior Expert in Fishery Products Quality
Inspection
Department of Fisheries
Ministry of Agriculture and Cooperatives
Bangkok

Ms Wiphada Sirisomphobchai

Scientist, Expert Level
Department of Livestock Development
Ministry of Agriculture and Cooperatives

Ms Supattri Noosang

Scientist, Senior Professional Level
Department of Agriculture
Ministry of Agriculture and Cooperatives
Bangkok

Ms Chitrlada Booncharoen

Standards Officer, Senior Professional Level
National Bureau of Agricultural Commodity and
Food Standards
Ministry of Agriculture and Cooperatives
Bangkok

Mrs Wischada Jongmevasna

Medical Scientist, Senior Professional Level
Department of Medical Sciences
Ministry of Public Health
Nontaburi

Mr Sompop Lapviboonksuk

Scientist, Senior Professional Level
Department of Science Service
Ministry of Higher Education, Science, Research
and Innovation
Bangkok

Mr Manowich Ruengdit

Scientist, Senior Professional Level
Department of Science Service
Ministry of Higher Education, Science, Research
and Innovation
Bangkok

Ms Sirinrat Srikulnath

Scientist
Institute of Food Research and Product
Development, Kasetsart University
Bangkok

Dr Panisuan Jamnarnwej

President Emeritus
Thai Frozen Foods Association

Mr Manat Larpphon

Standard Officer, Expert Level
National Bureau of Agricultural Commodity and
Food Standards,
Ministry of Agriculture and Cooperatives
Bangkok

Ms Chitrlada Booncharoen

Standards Officer, Senior Professional Level
National Bureau of Agricultural Commodity and
Food Standards,
Ministry of Agriculture and Cooperatives

Ms Paveena Pinkeaw

Standards Officer, Professional Level
National Bureau of Agricultural Commodity and
Food Standards, Ministry of Agriculture and
Cooperatives

Ms Rungrassamee Mahakhaphong

Standard Officer
National Bureau of Agricultural Commodity and
Food Standards,
Ministry of Agriculture and Cooperatives

Ms Kittiporn Phuangsu
Standards Officer, Practitioner Level
National Bureau of Agricultural Commodity and Food Standards, Ministry of Agriculture and Cooperatives
Bangkok

Mr Wittawat Kaewdee
Standards Officer, Practitioner Level
National Bureau of Agricultural Commodity and Food Standards,
Ministry of Agriculture and Cooperatives
Bangkok

TÜRKİYE

Mrs Afranur Ozcoban
Expert
Ministry of Agriculture and Forestry
Ankara

Dr Bengi Akbulut Pinar
Food Engineer
Ministry of Agriculture and Forestry
Ankara

Mrs Dilşad Altay
Expert
Ministry of Agriculture and Forestry
Ankara

Mr Tevfik Altunkaynak
Expert
Ministry of Agriculture and Forestry
Ankara

Mrs Gülşah Yıldırım
Expert
Ministry of Agriculture and Forestry
Ankara

UGANDA - OUGANDA

Ms Pamela Akwap
Senior Standards Officer
Uganda National Bureau of Standards
Kampala

Mr Micheal Bamuwamye
Lecturer
Kyambogo University
Kampala

Mr Joseph Iberet
Senior Analyst
Uganda National Bureau of Standards
Kampala

Mr Bonaventura Kibaya
Standards Officer
Uganda National Bureau of Standards
Kampala

Mr Arthur Mukanga
Standards Officer
Uganda National Bureau of Standards
Kampala

Ms Rose Nakimuli
Inspections and Outreach Manager
Chemiphar (U) Ltd
Kampala

UNITED KINGDOM - ROYAUME-UNI - REINO UNIDO

Mrs Selvarani Elahi
UK Deputy Government Chemist
LGC Limited

Mrs Bhavna Parmar
Senior Scientific Advisor
Food Standards Agency

Dr Oliver Jack Severn
Team Leader
Laboratories and Sampling Team
Food Standards Agency

UNITED REPUBLIC OF TANZANIA - RÉPUBLIQUE-UNIE DE TANZANIE - REPÚBLICA UNIDA DE TANZANÍA

Mr Chrian Mkombozi Marciale
Senior Quality Assurance Officer
Tanzania Plant Health and Pesticides Authority

Ms Jane Mdwegele
Principal Laboratory Technician
Tanzania Plant Health and Pesticides Authority

UNITED STATES OF AMERICA - ÉTATS-UNIS D'AMÉRIQUE - ESTADOS UNIDOS DE AMÉRICA

Dr Patrick Gray
Branch Chief, Chemical Contaminants Branch
Division of Bioanalytical Chemistry
Office of Laboratory Operations and Applied Science
U.S. Food and Drug Administration
College Park, MD

Mr Thomas Weber
Chief, Analytical Chemistry Branch
Technology and Science Division
Federal Grain Inspection Service
U.S. Department of Agriculture
Kansas City, MO

Ms Alexandra Ferraro
International Issues Analyst
U.S. Codex Office
U.S. Department of Agriculture
Washington, DC

URUGUAY

Mrs Laura Flores
Senior Consultant
Technological Laboratory of Uruguay
Montevideo

Mrs Maria Borthagaray
Head of International Technical Cooperation Unit
Technological Laboratory of Uruguay
Montevideo

Ms Ana Laura Tanco
 Área Comercio
 Ministerio de Industria, Energía y Minería
 Montevideo

Dr Leonardo Veiga
 Área de Comercio
 Ministry of Industry, Energy and Mining
 Montevideo

VIET NAM

Mrs Bui Ngoc Tuyen
 Deputy Head of Testing
 VINACERT

Mrs Vu Thi Dinh
 Head of biology group
 VINACERT

Mrs Thai Thi Truong Sa
 Head of Quality Assurance
 VINACERT

Mrs Nguyen Thi Yen
 Head of Accreditation Department
 Accreditation Office
 Hanoi

ZAMBIA - ZAMBIE

Ms Janet Katongo
 Senior Lab analyst
 MOH
 Lusaka

Ms Elebert Mtonga
 Public Analyst
 Ministry of Health- National Food Laboratory
 Lusak

OBSERVERS - OBSERVATEURS - OBSERVADORES

INTERNATIONAL GOVERNMENTAL ORGANIZATIONS – ORGANISATIONS GOUVERNEMENTALES INTERNATIONALES – ORGANIZACIONES GUBERNAMENTALES INTERNACIONALES

INTERNATIONAL OLIVE COUNCIL (IOC)

Dr Mercedes Fernández Albaladejo
 Head of the Standardisation and Research Unit
 International Olive Council (IOC)
 Madrid

Dr Younsra Antit
 Head of Olive Chemistry Department
 International Olive Council
 Madrid

NON-GOVERNMENTAL ORGANIZATIONS – ORGANISATIONS NON GOUVERNEMENTALES – ORGANIZACIONES NO GUBERNAMENTALES

AACC INTERNATIONAL

Mr Paul Wehling
 Standard Methods Review Director
 AACC - Cereals and Grains Assn
 St Paul

Dr Anne Bridges
 Approved Methods Outreach Director
 Cereals & Grains Association / AACC
 St Paul

ASOCIACION AGROCARE LATINOAMERICA (AGROCARE LATAM)

Ms María Basso
 Asesor Técnico
 AgroCare Latinoamérica

AOAC INTERNATIONAL (AOAC)

Dr Melanie Downs
 Liaison
 AOAC INTERNATIONAL

Mr Erik Konings
 Past President
 AOAC INTERNATIONAL

David Mangan
 Liaison
 AOAC INTERNATIONAL

Dr Katerina Mastovska
 Chief Science Officer
 AOAC INTERNATIONAL

ASSOCIATION OF EUROPEAN COELIAC SOCIETIES (AOECS)

Mrs Hertha Deutsch
 Codex and Regulatory Affairs
 AOECS
 Vienna

EUROPEAN COCOA ASSOCIATION (ECA)

Dr Michelle End
 consultant, food safety issues
 European Cocoa Association (ECA)

INTERNATIONAL ASSOCIATION FOR CEREAL SCIENCE AND TECHNOLOGY (IACST)

Ms Valentina Narducci
ICC Technical Director
ICC-International Association for Cereal Science and Technology

Dr Alessandra Fratianni
ICC Technical Co-Director
ICC-International Association for Cereal Science and Technology

Dr Markus Lacorn
ICC Delegate
ICC International Association for Cereal Science and Technology
Wien

Dr Barry McCleary
Director
FiberCarb Consultants
Greystones, Co. Wicklow

INTERNATIONAL CONFECTIONERY ASSOCIATION (ICA/IOCCC)

Ms Eleonora Alquati
Regulatory and Scientific Affairs Senior Manager
ICA - International Confectionery Association
Bruxelles

INTERNATIONAL COUNCIL OF BEVERAGES ASSOCIATIONS (ICBA)

Ms Tianying An
Sr. Manager
PepsiCo

INTERNATIONAL CHEWING GUM ASSOCIATION (ICGA) (ICGA)

Mr Christophe Leprêtre
Executive Director
ICGA
Brussels

INTERNATIONAL DAIRY FEDERATION (IDF/FIL)

Mr Philippe Trossat
Actalia Cecalait
Head of ACTALIA's Expertise Analytical Center

Mrs Kadja Cissé
Science Officer
International Dairy Federation

Ms Aurelie Dubois Lozier
Science and Standards Programme Manager
International Dairy Federation
Brussels

Mr Richard Johnson
Lead Chemist
Fonterra Co-operative Group Ltd.

Mr Harrie Van Den Bijgaart
Dairy Expert
QAlacta

INSTITUTE OF FOOD TECHNOLOGISTS (IFT)

Prof Timothy Herrman
Professor and Director
Texas A&M University
College Station

Dr Darryl Sullivan
Chief Science Officer
Eurofins
Madison

INTERNATIONAL FRUIT AND VEGETABLE JUICE ASSOCIATION (IFU)

Mrs Aintzane Esturo
Technical Director
IFU
Paris

Dr David Hammond
IFU Legislation Commission Chair
International Fruit & Vegetable Juice Association (IFU)
Paris

INTERNATIONAL SPECIAL DIETARY FOODS INDUSTRIES (ISDI)

Mr Dustin Starkey
Director R&D, Nutrients & Bioanalytical, Global Analytical & Food Safety, Abbott Nutrition
ISDI
Brussels

Ms Vedika Kayasth
Scientific & Regulatory Affairs Officer
ISDI
Brussels

Mr Xavier Lavigne
Director Regulatory Affairs, Abbott Nutrition
ISDI
Brussels

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION (ISO)

Sandrine Espeillac
ISO Technical Committee Manager
ISO/AFNOR
Vernier, Geneva

Lilian Peuch
Chair ISO/TC 34
ISO/AFNOR
Vernier, Geneva

MONIQA ASSOCIATION (MONIQA)

Dr Bert Popping
Advisory Board Member
MoniQA Association

NORDIC-BALTIC COMMITTEE ON FOOD ANALYSIS (NMKL)

Dr Eystein Oveland
NMKL Executive Director
NMKL
Bergen

SSAFE

Mr Christophe Fuerer
Member of SSAFE
SSAFE

**UNION INTERNATIONALE DES LABORATOIRES INDÉPENDENTS
INTERNATIONAL UNION OF INDEPENDENTS LABORATORIES (UILI)**

Dr Alfredo Montes Niño
Member of the Executive Committee
Union International des Laboratoires
Independents
San Lorenzo

UNITED STATES PHARMACOPEIAL CONVENTION (USP)

Dr Claire Chisolm
Manager, Foods Science and Standards
US Pharmacopeia
Rockville

Dr Richard Cantrill
Food Ingredients Expert Committee Member
US Pharmacopeia

Ms Gina Clapper
Principal Scientist
US Pharmacopeia
Rockville

INTERNATIONAL ATOMIC ENERGY AGENCY (IAEA)

Dr Rola Bou Khozam
Section Head
IAEA
Vienna

**FAO PERSONNEL
PERSONNEL DE LA FAO
PERSONAL DE LA FAO**

Mr Kang Zhou
Food Safety and Quality Officer
Food and Agriculture Organization of the U.N.
Roma

CCMAS SECRETARIAT

Ms Nikoletta Faragó
Codex Contact Point, Hungary
National Food Chain Safety Office
Budapest

Mr Viktor Kasza
Officer
National Food Chain Safety Office
Budapest

CODEX SECRETARIAT

Dr Sarah Cahill
Codex Secretary
Joint FAO/WHO Food Standards Programme
Food and Agriculture Organization of the U.N.
Rome

Mrs Verna Carolissen
Food Standards Officer
Joint FAO/WHO Food Standards Programme
Food and Agriculture Organization of the U.N.
Rome

Ms Gracia Brisco
Food Standards Officer
Joint FAO/WHO Food Standards Programme
Food and Agriculture Organization of the U.N.
Geneva

Ms Lingping Zhang
Food Standards Officer
Joint FAO/WHO Food Standards Programme
Food and Agriculture Organization of the U.N.
Rome

Mr Jaewoo Park
Food Standards Officer
Joint FAO/WHO Food Standards Programme
Food and Agriculture Organization of the U.N.
Rome

Mr Chun Yin Johnny Yeung
Food Standards Officer
Joint FAO/WHO Food Standards Programme
Food and Agriculture Organization of the U.N.
Rome

ANNEXE II
(Uniquement en anglais)

Part 1. METHODS OF ANALYSIS AND SAMPLING PLANS FOR ADOPTION AND REVOCATION BY CAC48

- 1.1 COCOA PRODUCTS AND CHOCOLATE
- 1.2 FISH AND FISHERY PRODUCTS
- 1.3 FOODS FOR SPECIAL DIETARY USES
- 1.4 FRUIT JUICES AND NECTARS
- 1.5 MILK AND MILK PRODUCTS
- 1.6 MISCELLANEOUS PRODUCTS

Part 2. METHODS OF ANALYSIS WHICH REMAIN UNCHANGED IN CXS 234 AS A RESULT OF DECISIONS BY CCMAS44

- 2.1 CEREALS, PULSES AND LEGUMES AND DERIVED PRODUCTS
- 2.2 FRUIT JUICES AND NECTARS
- 2.3 MILK AND MILK PRODUCTS
- 2.4 MISCELLANEOUS PRODUCTS

Part 3. METHODS OF ANALYSIS FOR FURTHER CONSIDERATION

- 3.1 COCOA PRODUCTS AND CHOCOLATE
- 3.2 FOODS FOR SPECIAL DIETARY USES
- 3.3 FRUIT JUICES AND NECTARS

METHODS OF ANALYSIS AND SAMPLING FOR ADOPTION AND REVOCATION BY CAC48

Notes:

1. Methods and performance criteria for inclusion and/or amendment in CXS 234-1999: changes indicated in ~~strikethrough~~, or **bold** and underlined font.
2. Methods for revocation in CXS 234-1999: ~~strikethroughs~~ are indicated in red.
3. The references to Appendix VIII and Appendix XI in this document relate to the relevant appendices in CXS 234-1999.

1.1 COCOA PRODUCTS AND CHOCOLATE

Cocoa products and chocolate				
Commodity	Provision	Method	Principle	Type
Chocolate and chocolate products	Fat-free cocoa solids	<u>ICA No. 26 / AOAC 977.10 and AOAC 931.05</u>	Oven evaporation and factor <u>Calculation from moisture (Determined as water) and gravimetry</u>	I
Chocolate and chocolate products	Fat-free milk solids <u>(Determined as Milk Protein)</u>	<u>ICA No. 26 and ICA No. IOCCC 17 and ICA No. 13 or / AOAC 977.10 and AOAC 955.04C and AOAC 939.02</u>	<u>Calculation from moisture content, and Titrimetry, (Kjeldahl digestion); content of extracted and precipitated after extraction of milk proteins.</u>	I
Chocolate and chocolate products	Fat, total <u>on dry basis</u>	<u>ICA No. 26 / AOAC 977.10 and AOAC 963.15</u>	<u>Calculation from moisture (Determined as Water) and Gravimetry (Soxhlet extraction)</u>	I
Cocoa (cacao) mass or cocoa/ chocolate liquor, and cocoa cake	Cocoa shell <u>(determined as spiral vessel count)</u>	AOAC 968.10	<u>Microscopy</u> - Spiral vessel count, stone cell count	I
Cocoa (cacao) mass or cocoa/ chocolate liquor, and cocoa cake	Cocoa shell <u>(determined as stone cell count)</u>	AOAC 970.23	<u>Microscopy</u> - Spiral vessel count , stone cell count	I

1.2 FISH AND FISHERY PRODUCTS

Fish and fishery products				
Commodity	Provision	Method	Principle	Type
Fish sauce	Amino acid nitrogen	AOAC 920.04 and AOAC 920.03	Determining formaldehyde titration method and Subtracting by ammoniacal nitrogen (magnesium oxide method)	I
<u>Quick frozen fish sticks (fish fingers), fish portions and fish fillets – breaded or in batter</u>	<u>Determination of fish content (declaration) – Nitrogen</u>	<u>ISO 937</u>	<u>Titrimetry (Kjeldahl digestion)</u>	<u>II</u>
<u>Quick frozen fish sticks (fish fingers), fish portions and fish fillets – breaded or in batter</u>	<u>Determination of fish content (declaration) – Moisture</u>	<u>ISO 1442</u>	<u>Gravimetry</u>	<u>I</u>
<u>Quick frozen fish sticks (fish fingers), fish portions and fish fillets – breaded or in batter</u>	<u>Determination of fish content (declaration) – Total fat</u>	<u>ISO 1443</u>	<u>Gravimetry</u>	<u>I</u>
<u>Quick frozen fish sticks (fish fingers), fish portions and fish fillets – breaded or in batter</u>	<u>Determination of fish content (declaration) – Ash</u>	<u>ISO 936</u>	<u>Gravimetry</u>	<u>I</u>
Salted Atlantic herring and salted sprat and sturgeon caviar	Determination of salt content	See Appendix VIII		
Salted fish and dried salted fish of the Gadidae family of fishes	Salt saturation	See equation in footnote* ^{**}	Calculation	I

*^{**} The % salt saturation is calculated as follows:

$$1. \text{ } \% \text{ salt in water} = (\% \text{ salt content} / (\% \text{ salt content} + \% \text{ moisture})) \times 100\%$$

$$2. \text{ } \% \text{ salt saturation} = (\% \text{ salt in water} / 26.4 \%) \times 100\%$$

* The solubility of sodium chloride in water is 36 g per 100 g water, and the constant is calculated as follows: 36 g sodium chloride / (100 g water + 36 g sodium chloride) × 100% = 26.4%

APPENDIX VIII**PREPARATION OF FISH SAMPLES AND DETERMINATION OF SALT AND WATER CONTENT IN FISH AND FISHERY PRODUCTS****PART 1: PREPARATION OF FISH SAMPLES****Salted fish and dried salted fish of the Gadidae family of fishes**

1. Before preparing of a subsample adhering salt crystals should be removed by brushing from the surface of the sample without using water.
2. The preparation of fish samples for the determination of salt content, and water content in order to calculate the % salt saturation of the fish should be carried out according to AOAC 937.07. The analysis should be on the edible portion of the fish.
3. Determination should be performed at least in duplicate.

PART 2: DETERMINATION OF SALT CONTENT**Salted fish and dried salted fish of the Gadidae family of fishes, salted Atlantic herring and salted sprat, and sturgeon caviar****1. Principle**

The salt is extracted by water from the pre-weighed sample. After the precipitation of the proteins, the chloride concentration is determined by titration of an aliquot of the solution with a standardized silver nitrate solution (Mohr method) and calculated as sodium chloride.

2. Equipment and chemicals

- Brush
- Sharp knife or saw
- Balance, accurate to ± 0.01 g
- Calibrated volumetric flasks, 250 ml
- Erlenmeyer flasks
- Electric homogenizer
- Magnetic stirrer
- Folded paper filter, quick running
- Pipettes
- Funnel
- Burette
- Potassium hexacyano ferrate (II), $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$, 15% w/v (aq)
- Zinc sulphate, $ZnSO_4 \cdot 6H_2O$, 30% w/v (aq)
- Sodium hydroxide, $NaOH$, 0.1 N, 0.41% w/v (aq)
- Silver nitrate, $AgNO_3$, 0.1 N, 1.6987% w/v (aq), standardized
- Potassium chromate, K_2CrO_4 5% w/v (aq)
- Phenolphthalein, 1% in ethanol
- Distilled or deionized water

3. Procedure

- (i) Five grams of homogenized subsample is weighted into a 250 ml volumetric flask and vigorously shaken with approximately 100 ml water.
- (ii) Five millilitres of potassium hexacyano ferrate solution and 5 ml of zinc sulphate solution are added, the flask is shaken.
- (iii) Water is added to the graduation mark.
- (iv) After shaking again and allowing to stand for precipitation, the flask content is filtered through

~~a folded paper filter.~~

~~(v) An aliquot of the clear filtrate is transferred into an Erlenmeyer flask and two drops of phenolphthalein are added. Sodium hydroxide is added dropwise until the aliquot takes on a faint red colour. The aliquot then diluted with water to approximately 100 ml.~~

~~(vi) After addition of approximately 1 ml potassium chromate solution, the diluted aliquot is titrated under constant stirring, with silver nitrate solution. End point is indicated by a faint, but distinct, change in colour. This faint reddish brown colour should persist after brisk shaking.~~

~~To recognize the colour change, it is advisable to carry out the titration against a white background.~~

~~(vii) Blank titration of reagents used should be done.~~

~~(viii) End-point determination can also be made by using instruments like potentiometer or colorimeter.~~

4. Calculation of results

~~In the equation of the calculation of results the following symbols are used:~~

~~A=volume of aliquot (ml)~~

~~C=concentration of silver nitrate solution in N~~

~~V=volume of silver nitrate solution in ml used to reach end point and corrected for blank value~~

~~W=sample weight (g)~~

~~The salt content in the sample is calculated by using the equation:~~

$$\text{Salt concentration (\%)} = (V \times C \times 58.45 \times 250 \times 100) / (A \times W \times 1000)$$

~~Results should be reported with one figure after the decimal point.~~

5. Reference method

~~As reference method a method should be used which includes the complete ashing of the sample in a muffle furnace at 550 °C before chloride determination according to the method described above (leaving out steps (ii) and (iv)).~~

6. Comments

~~By using the given equation all chloride determined is calculated as sodium chloride. However it is impossible to estimate sodium by this methodology, because other chlorides of the alkali and earth alkali elements are present which form the counterparts of chlorides.~~

~~The presence of natural halogens other than chloride in fish and salt is negligible.~~

~~A step, in which proteins are precipitated (ii), is essential to avoid misleading results.~~

PART 3: DETERMINATION OF WATER CONTENT

Salted fish and dried salted fish of the *Gadidae* family of fishes

- i) Determination of % salt saturation as required by the standard, should be in accordance to AOAC 950.46.B (air-drying (a)).
- ii) Determination of water content in the whole fish, when needed in the commercial trade of klippfish and wet salted fish, the method of sampling the fish should be carried out according to the "Determination of water content in whole fish by cross section method" defined in the annex to this appendix.

Salted Atlantic herring and salted sprat

Determination of water content is performed according to AOAC 950.46B (air-drying).

Table 1. Method performance criteria for sodium chloride and for salt determined as chloride expressed as sodium chloride

Commodity	Provision	ML (%)	Min. appl. range (%)	LOD (%)	LOQ (%)	Precision (RSD _R) (%) no more than	Recovery (%)	Examples of applicable methods that meet the criteria	Principle
Boiled dried salted anchovies	Sodium chloride and salt determined as chloride expressed as sodium chloride	15 (NaCl) 9.1 (Cl ⁻)	13.8–16.2 8.3–9.9	1.5 0.91	3.0 1.8	5.3 5.7	98–102 98–102	NMKL 178 AOAC 971.27 AOAC 937.09	<u>Potentiometric titration Titrimetry (Potentiometric)</u> <u>Potentiometric titration Titrimetry (Potentiometric)</u> <u>Titration Titrimetry</u>
Fish sauce	<u>Sodium chloride and</u> Salt determined as chloride expressed as sodium chloride	20 (NaCl) Minimum limit <u>From 20 (NaCl)</u> <u>From 12 (Cl⁻)</u>	18 - 22 11 - 13	2.0 1.2	4.0 2.4	5.1 5.5	98–102 98–102	NMKL 178 AOAC 971.27 AOAC 976.18 AOAC 937.09	<u>Potentiometric titration Titrimetry (Potentiometric)</u> <u>Potentiometric titration Titrimetry (Potentiometric)</u> <u>Titration Titrimetry (Potentiometric)</u> <u>Titration Titrimetry</u>
<u>Salted Atlantic herring and salted sprat</u>	<u>Sodium chloride and</u> Salt determined as Chloride expressed as Sodium chloride	<u>From 1 to 20 (NaCl)</u> <u>From 0.6 to 12 (Cl⁻)</u>	<u>0.9 – 22</u> <u>0.5 - 13</u>	<u>0.1</u> <u>0.06</u>	<u>0.2</u> <u>0.12</u>	<u>8.0</u> <u>8.6</u>	<u>97-103</u>	<u>NMKL 178</u> <u>AOAC 971.27</u> <u>AOAC 976.18</u> <u>AOAC 937.09</u>	<u>Titrimetry (Potentiometric)</u> <u>Titrimetry (Potentiometric)</u> <u>Titrimetry (Potentiometric)</u> <u>Titrimetry</u>

Commodity	Provision	ML (%)	Min. appl. range (%)	LOD (%)	LOQ (%)	Precision (RSD _R) (%) no more than	Recovery (%)	Examples of applicable methods that meet the criteria	Principle
<u>Salted Fish and dried salted fish of Gadidae family of fishes</u>	<u>Sodium chloride and Salt determined as Chloride expressed as Sodium chloride</u>	<u>From 12 (NaCl)</u> <u>From 7.3 (Cl⁻)</u>	<u>11 – 13</u> <u>6.8 – 8.1</u>	<u>1.2</u> <u>0.8</u>	<u>2.4</u> <u>1.5</u>	<u>5.5</u> <u>5.9</u>	<u>98-102</u>	<u>NMKL 178</u> <u>AOAC 971.27</u> <u>AOAC 976.18</u> <u>AOAC 937.09</u>	<u>Titrimetry (Potentiometric)</u> <u>Titrimetry (Potentiometric)</u> <u>Titrimetry (Potentiometric)</u> <u>Titrimetry</u>
<u>Sturgeon Caviar</u>	<u>Sodium chloride and Salt determined as Chloride expressed as Sodium chloride</u>	<u>From 3 to 5 (NaCl)</u> <u>From 1.8 to 3.0 (Cl⁻)</u>	<u>2.7 -5.5</u> <u>1.7 – 3.4</u>	<u>0.3</u> <u>0.2</u>	<u>0.6</u> <u>0.4</u>	<u>6.8</u> <u>7.3</u>	<u>97-103</u>	<u>NMKL 178</u> <u>AOAC 971.27</u> <u>AOAC 976.18</u> <u>AOAC 937.09</u>	<u>Titrimetry (Potentiometric)</u> <u>Titrimetry (Potentiometric)</u> <u>Titrimetry (Potentiometric)</u> <u>Titrimetry</u>

1.3 FOODS FOR SPECIAL DIETARY USES

Foods for special dietary uses				
Commodity	Provision	Method	Principle	Type
<u>Follow-up formula</u>	<u>Vitamin A palmitate (retinyl palmitate), Vitamin A acetate (retinyl acetate)</u>	<u>AOAC 2012.10 / ISO 20633</u>	<u>HPLC-UV</u>	<u>II</u>
Follow-up formula	Vitamin A (<u>retinol isomers</u>)	AOAC 992.04	HPLC-UV	<u>II</u> <u>III</u>
Follow-up formula	Vitamin A (<u>retinol</u>) (<u>above 500 IU/l milk after reconstitution</u>)	AOAC 992.06	HPLC-UV	<u>III</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Vitamin A</u>	<u>AOAC 974.29</u>	<u>Colorimetry</u>	<u>IV</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Vitamin E</u>	<u>AOAC 2012.10 / ISO 20633</u>	<u>HPLC-UV</u>	<u>II</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Vitamin D</u>	<u>AOAC 2016.05 / ISO 20636</u>	<u>UHPLC-MS/MS</u>	<u>II</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Thiamine</u>	<u>AOAC 2015.14 / ISO 21470</u>	<u>Enzymatic digestion and UHPLC-MS/MS</u>	<u>II</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Riboflavin</u>	<u>AOAC 2015.14 / ISO 21470</u>	<u>Enzymatic digestion and UHPLC-MS/MS</u>	<u>II</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Niacin</u>	<u>AOAC 2015.14 / ISO 21470</u>	<u>Enzymatic digestion and UHPLC-MS/MS</u>	<u>II</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Vitamin B₆</u>	<u>AOAC 2015.14 / ISO 21470</u>	<u>Enzymatic digestion and UHPLC-MS/MS</u>	<u>II</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Vitamin B₁₂</u>	<u>AOAC 2011.10 / ISO 20634</u>	<u>HPLC-VIS</u>	<u>II</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Vitamin B₁₂</u>	<u>AOAC 2014.02</u>	<u>HPLC-UV</u>	<u>III</u>

Foods for special dietary uses				
Commodity	Provision	Method	Principle	Type
<u>Follow-up formula</u>	<u>Pantothenic acid</u>	<u>AOAC 2012.16 / ISO 20639</u>	<u>UHPLC-MS/MS</u>	<u>II</u>
Follow-up formula	Pantothenic acid	AOAC 992.07 Measures total pantothenate (free pantothenic acid + CoA + ACP-bound) and measured as D-pantothenic acid (or calcium D-pantothenate)	Microbioassay	<u>II</u> <u>III</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Folic Acid</u>	<u>AOAC 2011.06 / ISO 20631</u>	<u>HPLC-MS/MS</u>	<u>II</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Vitamin C</u>	<u>AOAC 2012.22 / ISO 20635</u>	<u>UHPLC-UV</u>	<u>II</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Biotin</u>	<u>AOAC 2016.02 / ISO 23305</u>	<u>HPLC-UV</u>	<u>II</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Iron</u>	<u>AOAC 2015.06 / ISO 21424 IDF 243</u>	<u>ICP-MS</u>	<u>II</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Iron</u>	<u>AOAC 2011.14 / ISO 15151 IDF 229</u>	<u>ICP-OES</u>	<u>III</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Calcium</u>	<u>AOAC 2015.06 / ISO 21424 IDF 243</u>	<u>ICP-MS</u>	<u>II</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Calcium</u>	<u>AOAC 2011.14 / ISO 15151 IDF 229</u>	<u>ICP-OES</u>	<u>III</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Phosphorus</u>	<u>AOAC 2015.06 / ISO 21424 IDF 243</u>	<u>ICP-MS</u>	<u>II</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Phosphorus</u>	<u>AOAC 2011.14 / ISO 15151 IDF 229</u>	<u>ICP-OES</u>	<u>III</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Magnesium</u>	<u>AOAC 2015.06 / ISO 21424 IDF 243</u>	<u>ICP-MS</u>	<u>II</u>

Foods for special dietary uses				
Commodity	Provision	Method	Principle	Type
<u>Follow-up formula</u>	<u>Magnesium</u>	<u>AOAC 2011.14 / ISO 15151 IDF 229</u>	<u>ICP-OES</u>	<u>III</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Sodium</u>	<u>AOAC 2015.06 / ISO 21424 IDF 243</u>	<u>ICP-MS</u>	<u>II</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Sodium</u>	<u>AOAC 2011.14 / ISO 15151 IDF 229</u>	<u>ICP-OES</u>	<u>III</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Chloride</u>	<u>AOAC 2016.03 / ISO 21422 IDF 242</u>	<u>Potentiometry</u>	<u>II</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Potassium</u>	<u>AOAC 2015.06 / ISO 21424 IDF 243</u>	<u>ICP-MS</u>	<u>II</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Potassium</u>	<u>AOAC 2011.14 / ISO 15151 IDF 229</u>	<u>ICP-OES</u>	<u>III</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Manganese</u>	<u>AOAC 2015.06 / ISO 21424 IDF 243</u>	<u>ICP-MS</u>	<u>II</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Manganese</u>	<u>AOAC 2011.14 / ISO 15151 IDF 229</u>	<u>ICP-OES</u>	<u>III</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Iodine</u>	<u>AOAC 2012.15 / ISO 20647 IDF 234</u>	<u>ICP-MS</u>	<u>II</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Iodine (milk-based formula)</u>	<u>AOAC 992.24</u>	<u>Ion-selective potentiometry</u>	<u>II</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Selenium</u>	<u>AOAC 2011.19 / ISO 20649 IDF 235</u>	<u>ICP-MS</u>	<u>II</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Copper</u>	<u>AOAC 2015.06 / ISO 21424 IDF 243</u>	<u>ICP-MS</u>	<u>II</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Copper</u>	<u>AOAC 2011.14 / ISO 15151 IDF 229</u>	<u>ICP-OES</u>	<u>III</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Zinc</u>	<u>AOAC 2015.06 / ISO 21424 IDF 243</u>	<u>ICP-MS</u>	<u>II</u>

Foods for special dietary uses				
Commodity	Provision	Method	Principle	Type
<u>Follow-up formula</u>	<u>Zinc</u>	<u>AOAC 2011.14 / ISO 15151 IDF 229</u>	<u>ICP-OES</u>	<u>III</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Total nucleotides</u>	<u>AOAC 2011.20 / ISO 20638</u>	<u>LC SPE -HPLC-UV</u>	<u>II</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Choline</u>	<u>AOAC 2015.10 / ISO 21468</u>	<u>UHPLC-MS/MS</u>	<u>II</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Myo-inositol</u>	<u>AOAC 2011.18 / ISO 20637</u>	<u>HPLC-PAD</u>	<u>II</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>L-carnitine</u>	<u>AOAC 2015.10 / ISO 21468</u>	<u>UHPLC-MS/MS</u>	<u>II</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Total amino acids (excluding taurine and tryptophan) for use according to section 3.1.3 (a) notes 2) and 3) of CXS 156-1987</u>	<u>AOAC 2018.06 / ISO 4214 IDF 254 / AACC 07-50.01</u>	<u>UHPLC-UV</u>	<u>II</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Tryptophan For use according to Section 3.1.3 (a) notes 2 and 3 of CXS 156-1987</u>	<u>AOAC 2017.03</u>	<u>HPLC-FLD</u>	<u>II</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Total fatty acids</u>	<u>AOAC 2012.13 / ISO 16958 IDF 231</u>	<u>GC-FID</u>	<u>II</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Total fatty acids</u>	<u>AOAC 996.06</u>	<u>GC</u>	<u>III</u>
<u>Follow-up formula</u>	<u>Crude protein</u>	<u>ISO 8968-1 IDF 20-1</u>	<u>Titrimetry (Kjeldahl digestion)</u>	<u>I</u>
Infant formula	Folic acid	AOAC 2011.06 / <u>ISO 20631</u>	<u>UHPLC-MS/MS</u>	<u>II</u>

Table 2. Methods of analysis for dietary fibre: *Guidelines for use of nutrition and health claims* (CXG 23-1997): Table of conditions for claims

Standard	Provisions	Method	Principle	Type
General methods that measure both the higher (monomeric units > 9) and the lower molecular weight fraction (monomeric units <=9)⁽²⁾				
<u>All foods</u> <u>(1)</u>	<u>Method applicable for determining the content of insoluble and soluble dietary fibres of higher and lower molecular weight.</u> <u>The method is applicable in food that may, or may not, contain resistant starches</u>	<u>AOAC 2022.01/</u> <u>AACC 32-61.01/</u> <u>ICC Standard No. 191**</u>	<u>Enzymatic-gravimetry and HPLC</u>	<u>Type I</u>
<u>All foods</u> <u>(1)</u>	<u>Method applicable for determining the content of insoluble and soluble dietary fibres of higher and lower molecular weight.</u> <u>The method is applicable in food that may, or may not, contain resistant starches</u>	<u>AACC Intl 32-50.01</u> <u>AOAC 2011.25</u>	<u>Enzymatic gravimetry High Pressure Liquid Chromatography</u>	<u>Type I</u>

**** Isolated, purified, and/or synthetic fibres captured by AOAC 2022.01/ICC Standard 191/AACC 32-61.01 that do not meet the Codex definition of dietary fibre in the *Guidelines on nutrition labelling* (CXG 2-1985) should be subtracted from the final measurement, where deemed appropriate by competent authorities.**

1.4 FRUIT JUICES AND NECTARS

Fruit juices and nectars				
Commodity	Provision	Method	Principle	Type
Fruit juices and nectars	Ascorbic acid-L (additives)	IFUMA 17Aa	HPLC	II
Fruit juices and nectars	Ascorbic acid-L (additives)	AOAC 967.21 / IFUMA 17 ISO 6557-2	Indophenol method	III
Fruit juices and nectars	Ascorbic acid-L (additives)	IFUMA 17b	Indophenol Iodine method	III
Fruit juices and nectars	Ascorbic acid-L (additives)	ISO 6557-1	Fluorescence spectrometry	IV
Fruit juices and nectars	Carbon-dioxide (additives and processing aids)	IFUMA 42	Titrimetry (back-titration after precipitation)	IV
Fruit juices and nectars	Citric acid ^{xviii} (additives)	AOAC 986.13	HPLC	II
Fruit juices and nectars	High Fructose Corn Syrup HFCS and Hydrolyzed Inulin Syrup HIS in apple juice (permitted ingredients)	Determination of HFCS and HIS by Capillary GC method JAOAC 84-486 (2001) / IFU recommendation No. 4	CAP GC method	IV
Fruit juices and nectars	Malic acid-L	EN 1138	Enzymatic determination	II
Fruit juices and nectars	Malic acid-L	IFUMA 21	Enzymatic determination	II
Fruit juices and nectars	Saccharin	NMKL 122	Liquid chromatography-HPLC	II
Fruit juices and nectars	Soluble solids	AOAC 983.17 / EN 12143 / IFUMA 8 / ISO 2173	Indirect by refractometry	I

^{xviii} All juices except citrus based juices.

Fruit juices and nectars				
Commodity	Provision	Method	Principle	Type
Fruit juices and nectars	Sucrose (permitted ingredients)	EN 12146 / IFUMA 56	Enzymatic determination	III
Fruit juices and nectars	Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005 Phosphorus / phosphate	Determination of phosphorus/phosphate EN 1136 / IFUMA No 50	Photometric determination	II

1.5 MILK AND MILK PRODUCTS

Milk and milk products				
Commodity	Provision	Method	Principle	Type
<u>Butter</u>	<u>Salt (Determined as chloride expressed as NaCl)</u>	<u>AOAC 2016.03 / ISO 21422 IDF 242</u>	<u>Titrimetry (Potentiometric)</u>	<u>III</u>
Butter	Salt (<u>Determined as chloride expressed as NaCl</u>)	ISO 15648 IDF 179	<u>Potentiometry (determination of chloride, expressed as sodium chloride)</u> <u>Titrimetry (Potentiometric)</u>	II
<u>Cheese</u>	<u>Sodium Chloride (Determined as chloride, expressed as NaCl)</u>	<u>AOAC 2016.03 / ISO 21422 IDF 242</u>	<u>Titrimetry (Potentiometric)</u>	<u>III</u>
Cheese	Sodium chloride (<u>Determined as chloride expressed as NaCl</u>)	ISO 5943 IDF 88	<u>Potentiometry (determination of chloride, expressed as sodium chloride)</u> <u>Titrimetry (Potentiometric)</u>	II
<u>Whey powders</u>	<u>Water^{xlii} (moisture)***</u>	<u>Described in Appendix XI</u>	<u>Gravimetry (drying at 102°C)</u>	<u>IV</u>

^{xlii} Water content excluding the crystallized water bound to lactose (generally known as moisture content).

*** Due to accessibility to equipment and calibration of the method ISO 5537 | IDF 26, the method as described in Appendix XI is listed as Type IV. In a dispute situation, the Type I method shall be used. This 102°C method is less precise, and results may not be consistent with results obtained with ISO 5537 | IDF 26, in particular for powders with high natural lactose such as whey powders.

APPENDIX XI

DETERMINATION OF MOISTURE IN POWDERED MILK, POWDERED CREAM, WHEY POWDER AND BLEND OF SKIMMED MILK POWDER WITH VEGETABLE FAT**TEST MOISTURE METHOD AT NORMAL PRESSURE (102 ± 2)°C IN POWDERED MILK, POWDERED CREAM, WHEY POWDER AND BLEND OF SKIMMED MILK POWDER WITH VEGETABLE FAT****DESCRIPTION OF THE METHOD: DETERMINATION OF MOISTURE****1. SCOPE**

This **standard description** specifies a method for the determination of moisture content for all types of powdered milk, powdered cream and mixtures of powdered skimmed milk with vegetable fat, as well as whey powders.

Table 3: Numeric performance criteria for methods of analysis for copper and iron in milk fat products

(Note: the numeric performance criteria are not for adoption or revocation. The only changes in underlined and/or ~~strikethrough~~ font are amendments / removal of example methods / principles)

Commodity	Provision	ML (mg/kg)	LOD (mg/kg)	LOQ (mg/kg)	RSDR (%)	Recovery	Minimum applicable range		Examples of applicable methods that meet the criteria	Principle
							Minimum	Maximum		
Milk fat products	Copper	0.05	0.010	0.020	44.0	60–115%	0.028	0.072	AOAC 2015.06 / ISO 21424 IDF 243	ICP-MS mass spectrometry
									ISO 5738 IDF 76	Photometry, (diethyldithiocarbamate)
									AOAC 960.40	Photometry, (diethyldithiocarbamate)
Milk fat products	Iron	0.2	0.020	0.040	40.8	80–110%	0.08	0.32	AOAC 2015.06 / ISO 21424 IDF 243	ICP-MS mass spectrometry

1.6 MISCELLANEOUS PRODUCTS

Miscellaneous products				
Commodity	Provision	Method	Principle	Type
<u>Dried meat</u>	<u>Chloride as sodium chloride</u>	<u>AOAC 935.47 and AOAC 937.09B</u>	<u>Titrimetry (Volhard method)</u>	<u>III</u>
<u>Food-grade Food grade salt</u>	Iodine	WHO/UNICEF/ICCIDD method ^{xlv} Only applicable to a product which has been fortified with iodate	Titrimetry using sodium thiosulphate	IV
<u>Food grade salt</u>	<u>Sodium chloride</u>	<u>See Appendix * Part A</u>	<u>Calculation</u>	<u>I</u>

PART B – METHODS OF SAMPLING BY COMMODITY CATEGORIES AND NAMES

Commodity categories	Method of sampling	Notes
Miscellaneous products		
<u>Food grade salt</u>	<u>See Appendix * Part B</u>	

^{xlv} Assessment of iodine deficiency disorders and monitoring their elimination. A guide for programme managers. Third edition, Annex 1: Titration method for determining salt iodate and salt iodine content. World Health Organization, Geneva, 2007. The report is available from http://www.who.int/nutrition/publications/micronutrients/iodine_deficiency/WHO_NHD_01.1/en/index.html <https://www.who.int/publications/i/item/9789241595827>

APPENDIX ***DETERMINATION OF SODIUM CHLORIDE AND RELATED
SAMPLING METHOD FOR FOOD GRADE SALT****Part A. DETERMINATION OF SODIUM CHLORIDE CONTENT**

This method allows the calculation of sodium chloride content, as provided for in CXS 150 Section 3.1, on the basis of the results of the determinations of sulphate, calcium and magnesium, potassium and loss on drying. Convert sulphate to CaSO_4 and unused calcium to CaCl_2 , unless sulphate in sample exceeds the amount necessary to combine with calcium, in which case convert calcium to CaSO_4 and unused sulphate first to MgSO_4 and any remaining sulphate to Na_2SO_4 . Convert unused magnesium to MgCl_2 . Convert potassium to KCl. Convert unused halogens to NaCl. Report the NaCl content on a dry matter basis, multiplying the percentage NaCl by 100/100-P, where P is the percentage loss on drying.

**Part B. SAMPLING: METHOD FOR THE SAMPLING OF FOOD GRADE SALT FOR THE DETERMINATION
OF SODIUM CHLORIDE****1. SCOPE**

This method specifies the sampling procedure to be applied when determining the main component in order to assess the food grade quality of sodium chloride (salt) as provided for in the Codex Standard for Food Grade Salt, Section 3: "Essential Composition and Quality Factors".

The criterion to be used for acceptance or rejection of a lot or consignment on the basis of this sample is also provided.

2. FIELD OF APPLICATION

This method is applicable to the sampling of any type of salt intended for use as food, either prepacked or in bulk.

3. PRINCIPLE

This method represents a variables sampling procedure for mean quality: blended bulk sample analysis.

A blended bulk sample is produced in such a way that it is representative of the lot or consignment. It is composed of a proportion of items drawn from the lot or consignment to be analyzed.

Acceptance criterion is on the basis that the mean value obtained from analyses of those blended bulk samples must comply with the provision in the Standard.

4. DEFINITIONS

The terms used in this sampling method refer to those in the "General Guidelines on Sampling" (CXG 50-2004) unless stated otherwise.

5. EQUIPMENT

The sampling equipment used should be adapted to the nature of the tests to be carried out (for example: sampling by borer, sampling equipment made of chemically inert material, etc.). The containers used for collecting the samples should be made of a chemically inert material and should be air-tight.

6. PROCEDURE**6.1 PREPACKED SALT**

Sampling may be carried out by "random sampling" or by "systematic sampling". The choice of the method to be used depends on the nature of the lot (for example: if the packages are marked with successive numbers, systematic sampling may be suitable).

6.1.1 Random sampling

Draw the n items from the lot in such a way that each item in the lot has the same chance of being selected.

6.1.2 Systematic sampling

If the N units in the lot have been classified and can be numbered from 1 to N, the 1-in-k systematic sampling of n items can be obtained as follows:

- a) Determine the k value as $k = N/n$. (If k is not an integer, then round to the nearest integer).

- b) From the first k items in the lot take one at random and then take every kth item thereafter.

6.2 SALT IN BULK

Here, the lot is fictitiously divided into items (strata); a lot with a total mass of m kg is considered to be composed of m/100 items. In this case, it is necessary to draw up a "stratified sampling" plan appropriate to the lot dimension. The samples are selected from all the strata in proportion to the stratum sizes.

Note: Stratified sampling of a population which can be divided into different subpopulations (called strata) is carried out in such a way that specified proportions of the sample are drawn from the different strata.

6.3 CONSTITUTION OF THE SAMPLE

6.3.1 The size and the number of the items forming the sample depend on the type of salt and the lot magnitude. The minimum size to be taken into account should be in accordance with one of the following specifications according to the circumstances:

- 250 g of salt in bulk or prepacked in more than 1 kg packages;
- one package for prepacked salt in 500 g or 1 kg packages.

The appropriate number of samples to be drawn from the lot, shall be determined in accordance with "General Guidelines on Sampling" (CXG 50-2004).

6.3.2 Combine and mix well the different items drawn from the lot. This blended bulk sample constitutes the laboratory sample. More than one laboratory sample may be composed in such a manner.

7. ACCEPTANCE CRITERION

7.1 Determine the NaCl content (%) of at least two test portions of the laboratory sample.

7.2 Calculate the average of the results obtained for the n test portions of the laboratory sample using:

$$\bar{x} = \frac{\sum x}{n} \quad (n \geq 2)$$

7.3 In accordance with the provision for the relevant NaCl content (%), a lot or a consignment shall be considered acceptable if the following condition is verified:

$\bar{x} \geq$ minimum level specified.

8. SAMPLING REPORT

The sampling report should contain the following information:

- a) type and origin of the salt;
- b) alterations of state of the salt (e.g. presence of foreign matter);
- c) date of sampling;
- d) lot or consignment number;
- e) method of packing;
- f) total mass of lot or consignment
- g) number, unit mass of packages and whether the mass is given net or gross;
- h) number of items sampled;
- i) number, nature and initial position of sampled items;
- j) number, composition and mass of the bulk sample(s) and the method used to obtain and conserve it (them);
- k) names and signatures of the people who carried out the sampling.

METHODS OF ANALYSIS WHICH REMAIN UNCHANGED IN CXS 234 AS A RESULT OF DECISIONS BY CCMAS44**2.1 CEREALS, PULSES AND LEGUMES AND DERIVED PRODUCTS**

Cereals, pulses and legumes and derived products				
Commodity	Provision	Method	Principle	Type
Quinoa	Protein	ISO 1871	Titrimetry (Kjeldahl digestion)	IV

2.2 FRUIT JUICES AND NECTARS

Fruit juices and nectars				
Commodity	Provision	Method	Principle	Type
Fruit juices and nectars	Malic acid (additives)	AOAC 993.05	Enzymatic determination and HPLC	III
Fruit juices and nectars	Preservatives in fruit juices (sorbic acid and its salts)	ISO 5519	Spectrometry	III

2.3 MILK AND MILK PRODUCTS

Milk and milk products				
Commodity	Provision	Method	Principle	Type
Whey powders	Water ^{xlii} (moisture)	ISO 5537 IDF 26	Gravimetry (drying at 87°C)	I

2.4 MISCELLANEOUS PRODUCTS

Miscellaneous products				
Commodity	Provision	Method	Principle	Type
Dried meat	Chloride as sodium chloride ($\geq 1.0\%$)	ISO 1841-1	Titrimetry (Volhard method)	III
Dried meat	Chloride as sodium chloride ($\geq 0.25\%$)	ISO 1841-2	Titrimetry (potentiometry)	II

^{xlii} Water content excluding the crystallized water bound to lactose (generally known as moisture content).

METHODS OF ANALYSIS FOR FURTHER CONSIDERATION

3.1 COCOA PRODUCTS AND CHOCOLATE (For further consideration by the EWG on cocoa products and chocolate)

Note: Text indicated in strikethrough, or **bold** and underlined font indicate changes and/or additions discussed in relation to the method of analysis as it currently appears in CXS 234-1999.

Cocoa products and chocolate				
Commodity	Provision	Method	Principle	Type
Chocolate and chocolate products	Cocoa butter <u>(determined as fat)</u>	ICA No. 26 / AOAC 977.10 and AOAC 963.15 / ICA IOCCC 14	Calculation from moisture (Determined as Water) and Gravimetry (Soxhlet extraction)	I
Chocolate and chocolate products	Milk fat	IOCCC ICA No. 5 AOAC 945.34; 925.41B; 920.80	Titrimetry/Distillation	I IV
Chocolate and chocolate products	Moisture	IOCCC 26 or AOAC 977.10 (Karl Fischer method); or AOAC 931.04 or IOCCC ICA No. 1	Gravimetry - <u>drying at 100-102°C</u>	I IV
<u>Chocolate and chocolate products</u>	<u>Moisture (Determined as Water)</u>	<u>ICA No. 26 / AOAC 977.10</u>	<u>Titrimetry - Karl Fischer</u>	II
Chocolate and chocolate products	Non-cocoa butter vegetable fat	AOCS Ce 10/02 <u>and described in the standard</u>	<u>Described in the standard GC-MS</u>	I IV
Cocoa (cacao) mass or cocoa/ chocolate liquor, and cocoa cake	Fat	ICA No. 26 / AOAC 977.10 and AOAC 963.15 / or IOCCC ICA No. 14	Calculation from moisture (Determined as Water) and Gravimetry (Soxhlet extraction)	I
Cocoa butter	Free fatty acids	ISO 660 <u>or /</u> AOCS Cd 3d-63	Titrimetry	I
Cocoa butter	Unsaponifiable matter	ISO 3596 <u>or /</u> ISO 18609 <u>or /</u> AOCS Ca 6b-53	Titrimetry after extraction with diethyl ether	I
Cocoa powders (cocoa) and dry cocoa-sugar mixtures	Moisture <u>(Determined as Water)</u>	IOCCC ICA No. 26 <u>or /</u> AOAC 977.10 (<u>Karl Fischer method</u>)	Gravimetry Titrimetry - Karl Fischer	I II

Cocoa products and chocolate				
Commodity	Provision	Method	Principle	Type
<u>Chocolate and chocolate products</u>	<u>Cocoa butter equivalents in cocoa butter and plain chocolate</u>	<u>ISO 23275-1 and ISO 23275-2 / AOCS Ce 11-05</u>	<u>GC-FID</u>	!
<u>Chocolate and chocolate products</u>	<u>Cocoa Butter Equivalents in Milk Chocolate</u>	<u>ISO 11053 / AOCS Ce 11a-07</u>	<u>GC-FID</u>	!
<u>Chocolate and chocolate products</u>	<u>Determination of centre and coating of filled chocolate</u>	<u>See Appendix **</u>		
<u>Cocoa powders (cocoas) and dry mixtures of cocoa and sugars</u>	<u>Determination of full-fat cocoa powder, fat-reduced cocoa powder and highly fat-reduced cocoa powder</u>	<u>AOAC 977.04 or IOCCC 26 (1988)-Karl Fisher Method</u>		
<u>Cocoa powders (cocoas) and dry mixtures of cocoa and sugars</u>	<u>Determination of cocoa butter</u>	<u>To be developed</u>		

APPENDIX **: DETERMINATION OF CENTRE AND COATING OF FILLED CHOCOLATE IN CHOCOLATE AND CHOCOLATE PRODUCTS

All methods approved for the chocolate type used for the coating and those approved for the type of centre concerned.

3.2 FOODS FOR SPECIAL DIETARY USES (For CCNFSDU's consideration)

Foods for special dietary uses				
Commodity	Provision	Method	Principle	Type
Follow-up formula	Vitamin A	EN 12823-1 (all-trans-retinol and 13-cis-retinol) Vitamin A (both natural + supplemental ester forms) aggregated and quantified as individual retinol isomers (13-cis and all-trans)	HPLC-UV or FL	III
Follow-up formula	Vitamin E	EN 12822 (Measures vitamin E (both natural + supplemental ester forms) aggregated and quantified as individual tocopherol congeners (α , β , γ , δ)	HPLC-UV or FL	III
Follow-up formula	Vitamin E	AOAC 992.03 Measures all rac-vitamin E (both natural + supplemental ester forms) aggregated and quantified as α -congeners	HPLC-UV	III
Follow-up formula	Vitamin D	EN 12821 / NMKL 167 (D2 and/or D3 measured as single components. Hydroxylated forms not measured)	HPLC-UV	III
Follow-up formula	Vitamin D	AOAC 995.05 D2 and D3 measured	HPLC-UV	III
Follow-up formula	Thiamine	AOAC 986.27***	Fluorimetry	III
Follow-up formula	Thiamine	EN 14122 (Measures all vitamin B1 forms (natural and added free, bound and phosphorylated) following extraction and conversion to thiamine)	HPLC-FL (with pre-or post-column derivatization to thiochrome)	III
Follow-up formula	Riboflavin	EN 14152 (Measures natural and supplemental forms, free, bound and phosphorylated (FMN and FAD) aggregated and measured as riboflavin)	HPLC-FL	III

*** Care should be taken in the application of the method due to spectral interference.

Foods for special dietary uses				
Commodity	Provision	Method	Principle	Type
Follow-up formula	Riboflavin	AOAC 985.31****	Fluorimetry	III
Follow-up formula	Niacin	EN 15652 (Free and bound and phosphorylated forms measured either as aggregate of nicotinic acid + nicotinamide, or as individual forms)	HPLC-FL (with post-column photochemical derivatization)	III
Follow-up formula	Niacin	AOAC 985.34 (niacin (preformed) and nicotinamide)	Microbioassay and turbidimetry	III
Follow-up formula	Vitamin B ₆	EN 14166 (Aggregates free and bound pyridoxal, pyridoxine and pyridoxamine and measures as pyridoxine)	Microbioassay	III
Follow-up formula	Vitamin B ₆	AOAC 985.32	Microbioassay	III
Follow-up formula	Vitamin B ₆	AOAC 2004.07 / EN 14164 (Free and bound phosphorylated forms (pyridoxal, pyridoxine and pyridoxamine) converted and measured as pyridoxine)	HPLC-FL	III
Follow-up formula	Vitamin B ₁₂	AOAC 986.23 (Measures total vitamin B12 as cyanocobalamin)	Turbidimetry	III
Follow-up formula	Folic acid	EN 14131 (Total folate (free + bound), aggregated and measured as folic acid)	Microbioassay	III
Follow-up formula	Folic acid	AOAC 992.05 (Measures free folic acid + free, unbound natural folates, aggregated, and measured as folic acid)	Microbioassay	III
Follow-up formula	Biotin	EN 15607 (d-biotin) (Measures total D-biotin [free + D-biocytin])	HPLC- FLD (post-column derivatization)	III

**** Care should be taken in the application of the method due to spectral interference.

Foods for special dietary uses				
Commodity	Provision	Method	Principle	Type
Follow-up formula	Iron	AOAC 985.35	FAAS	III
Follow-up formula	Iron	AOAC 999.11 NMKL 139	FAAS	III
Follow-up formula	Calcium	ISO 8070 IDF 119	FAAS	III
Follow-up formula	Calcium	AOAC 985.35	FAAS	III
Follow-up formula	Phosphorus	AOAC 986.24	Spectrophotometry	III
Follow-up formula	Magnesium	ISO 8070 IDF 119	FAAS	III
Follow-up formula	Magnesium	AOAC 985.35	FAAS	III
Follow-up formula	Sodium	ISO 8070 IDF 119	FAAS	III
Follow-up formula	Chloride	AOAC 986.26	Potentiometry	III
Follow-up formula	Potassium	ISO 8070 IDF 119	FAAS	III
Follow-up formula	Manganese	AOAC 985.35	FAAS	III
Follow-up formula	Selenium	AOAC 2006.03	ICP-OES	III
Follow-up formula	Selenium	EN 14627	HGAAS	III
Follow-up formula	Selenium	AOAC 996.16	Fluorimetry	III
Follow-up formula	Selenium	AOAC 996.17	HGAAS	III

Foods for special dietary uses				
Commodity	Provision	Method	Principle	Type
Follow-up formula	Copper	AOAC 985.35	FAAS	III
Follow-up formula	Zinc	AOAC 985.35	FAAS	III
Follow-up formula	Choline	AOAC 999.14	Enzymatic colorimetric method with limitations on applicability due to choline and ascorbate concentration	III

3.3 FRUIT JUICES AND NECTARS (For further consideration by the Expert Group)

Note: Text indicated in ~~strikethrough~~, or **bold** and underlined font indicate changes and/or additions discussed in relation to the method of analysis as it currently appears in CXS 234-1999.

Fruit juices and nectars				
Commodity	Provision	Method	Principle	Type
Fruit juices and nectars	Ascorbic acid-L (additives)	ISO 6557-2: <u>1995</u>	Indophenol method A) <u>Titrimetry</u> B) <u>(for strongly coloured)</u> <u>Spectrometry</u>	<u>III</u> <u>IV</u>
Fruit juices and nectars	Citric acid ^{xviii} (additives)	AOAC 986.13 (<u>1996</u>)	HPLC	II
Fruit Apple juices and nectars	Malic acid-D in apple juice	AOAC 995.06 (<u>1998</u>)	HPLC	II
Fruit juices and nectars	Quinic, malic and citric acid in cranberry juice cocktail and apple juice (permitted ingredients and additives)	Determination of quinic, malic and citric acid in cranberry juice cocktail and apple juice AOAC 986.13 (<u>1986</u>)	HPLC	III
Fruit juices and nectars	Sucrose (permitted ingredients)	EN 12630 IFUMA 67 (<u>2005</u>) / NMKL 148 (<u>1993</u>)	HPLC	II
Fruit juices and nectars	Cellobiose	IFUMA Recommendation No. 4 October 2000	Capillary <u>gas chromatography GC</u>	IV
Fruit juices and nectars	Citric acid ^{xxix} (additives)	EN 1137 IFUMA 22 (<u>2005</u>)	Enzymatic determination	III
Fruit juices and nectars	Glucose-D and fructose-D (permitted ingredients)	EN 1140 IFUMA 55 (<u>2005</u>)	Enzymatic determination	II
Fruit juices and nectars	Malic acid-D	EN 12138 IFUMA 64 (<u>2005</u>)	Enzymatic determination	II
Fruit juices and nectars	Pectin (additives)	IFUMA 26 (<u>2012</u>)	Precipitation/photometry	I

^{xviii} All juices except citrus based juices.

^{xxix} All juices except citrus based juices.

Fruit juices and nectars				
Commodity	Provision	Method	Principle	Type
Fruit juices and nectars	Benzoic acid and its salts; sorbic acid and its salts	IFUMA 63 (2005) NMKL 124 (1997)	HPLC	II
Fruit juices and nectars	Benzoic acid and its salts	ISO 5518:2011, ISO 6560:1983	Spectrometry	III
Fruit juices and nectars	Sulphur dioxide (additives)	Optimized Monier-Williams AOAC 990.28 (2005) IFUMA 7A (2018) NMKL 132 (1989)	Titrimetry after distillation	II
Fruit juices and nectars	Sulphur dioxide (additives)	NMKL 135 (1990)	Enzymatic determination	III
Fruit juices and nectars	Sulphur dioxide (additives)	ISO 5522:1995, ISO 5523:1995	Titrimetry after distillation	III
Fruit juices and nectars	Tartaric acid in grape juice (additives)	EN 12137 IFUMA 65 (2005)	HPLC	II
Fruit juices and nectars	Total nitrogen	EN 12135 IFUMA 28 (2005)	Digestion/titration	I
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Acetic acid (acetate)</u>	<u>Determination of acetic acid</u> EN 12632; IFUMA 66 (2019)	Enzymatic determination	II
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Alcohol (ethanol)</u>	<u>Determination of alcohol (ethanol)</u> IFUMA 52 (2005)	Enzymatic determination	II

^{xx} 3.4 Verification of composition, quality and authenticity

Fruit juices and nectars should be subject to testing for authenticity, composition and quality where applicable and where required. The analytical methods used should be those found in Section 9 (Methods of analysis and sampling).

The verification of a sample's authenticity/quality can be assessed by comparison of data for the sample, generated using appropriate methods included in the standard, with that produced for fruit of the same type and from the same region, allowing for natural variations, seasonal changes and for variations occurring due to processing.

Fruit juices and nectars				
Commodity	Provision	Method	Principle	Type
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Anthocyanins</u>	Detection of anthocyanins IFUMA 71 (2023)	HPLC	I
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Ash</u>	Determination of ash in fruit products AOAC 940.26 (1940): 525°C; EN-1135; IFUMA 9 (2005): 500-550°C	Gravimetry	I
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Beet sugar</u>	Detection of beet sugar in fruit juices AOAC 995.17 (1998)	Deuterium SNIF-NMR	II
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Benzoic acid</u>	Determination of benzoic acid as a marker in orange juice AOAC 994.11 (1964)	HPLC	III
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>C¹³/C¹² ratio of ethanol derived from fruit juices</u>	Determination of C¹³/C¹² ratio of ethanol derived from fruit juices JAOAC 79, No. 1, 1996, 62-72	Stable isotope mass spectrometry	II
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Carbon stable isotope ratio</u>	Determination of carbon stable isotope ratio of apple juice AOAC 981.09 (1997)– JAOAC 64, 85 (1981)	Stable isotope mass spectrometry	II
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Carbon stable isotope ratio</u>	Determination of carbon stable isotope ratio of orange juice AOAC 982.21 (1997)	Stable isotope mass spectrometry	II
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Carotenoid, total/individual groups</u>	Determination of carotenoid, total/individual groups EN 12136; IFUMA 59 (2008)	Spectrophotometry	I
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Centrifugable pulp</u>	Determination of centrifugable pulp EN 12134; IFUMA 60 (2005)	Centrifugation/% value	I

Fruit juices and nectars				
Commodity	Provision	Method	Principle	Type
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Chloride (expressed as sodium chloride)</u>	Determination of chloride (expressed as sodium chloride) EN 12133 IFUMA 37 (2005)	Electrochemical titrimetry	III
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Chloride</u>	Determination of chloride in vegetable juice AOAC 971.27 (1996) (Codex general method) ISO 3634:1995	Titration	II
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Essential oils</u>	Determination of essential oils (Scott titration) AOAC 968.20 (1969) – IFUMA 45 (2005) ^{xxi}	(Scott) distillation, titration	I
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Essential oils in citrus fruit</u>	Determination of essential oils (in citrus fruit) (volume determination) エラー! ブックマークが定義されていません。 ISO 1955:1995	Distillation and direct reading of the volume determination	I
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Fermentability</u>	Determination of fermentability IFUMA 18 (1998)	Microbiological method	I
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Formol number</u>	Determination of formol number EN 1133 IFUMA 30 (2005)	Potentiometric titration	I
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Free amino acids</u>	Determination of free amino acids EN 12742 IFUMA 57 (2005)	Liquid chromatography LC	II
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Fumaric acid</u>	Determination of fumaric acid IFUMA 72 (1998)	HPLC	II

^{xxi} Because there is no numerical value in the standard, duplicate Type I methods have been included which may lead to different results.

Fruit juices and nectars				
Commodity	Provision	Method	Principle	Type
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Glucose, fructose, saccharose</u>	Determination of glucose, fructose and saccharose EN 12630 IFUMA 67 (2005) NMKL 148 (1993)	HPLC	II or III
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Gluconic acid</u>	Determination of gluconic acid IFUMA 76 (2006)	Enzymatic determination	II
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Glycerol</u>	Determination of glycerol IFUMA 77 (2005)	Enzymatic determination	II
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Hesperidin and naringin</u>	Determination of hesperidin and naringin EN 12148 IFUMA 58 (2005)	HPLC	II
Fruit Apple juices and nectars	<u>High Fructose Corn Syrup and Hydrolyzed Inulin Syrup</u> <u>HFCS and HIS in apple juice (permitted ingredients)</u>	Determination of HFCS and HIS by Capillary GC method JAOAC 84, 486 (2001)	CAP GC method	IV
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Hydroxymethylfurfural</u>	Determination of hydroxymethylfurfural IFUMA 69 (2005)	HPLC	II
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Hydroxymethylfurfural</u>	Determination of hydroxymethylfurfural ISO 7466:1986	Spectrometry	III
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Isocitric acid-D</u>	Determination of isocitric acid-D IFUMA 54 (2005)	Enzymatic determination	II
Fruit juices and nectars	Isocitric acid-D	EN 1139 (1999)	Enzymatic determination	II

Fruit juices and nectars				
Commodity	Provision	Method	Principle	Type
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Lactic acid- D and L</u>	Determination of Lactic acid- D and L EN 12634 IFUMA 53 (2005)	Enzymatic determination	II
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>L-malic/total malic acid ratio – to detected added D-malic acid</u>	Determination of L-malic/total malic acid ratio in apple juice AOAC 993.05 (1997)	Enzymatic determination and HPLC	II
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Naringin and Neohespiridin</u>	Determination of naringin and neohespiridin in orange juice AOAC 999.05 (2002)	HPLC	III
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>pH - value</u>	Determination of pH value NMKL 179 (2005)	Potentiometry	II
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>pH - value</u>	EN 1132 IFUMA 11 (2015) ISO 1842:1995	Potentiometry	IV
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Proline</u>	Determination of proline by photometry – non-specific determination EN 1144 IFUMA 49 (2005)	Photometry	I
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Relative density</u>	Determination of relative density EN 1131 (1993); IFUMA 01 (2005) & IFU Method No General sheet (1971)	Pycnometry	II
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Relative density</u>	Determination of relative density IFUMA 01A (2005)	Densitometry	III
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Sodium, potassium, calcium, magnesium</u>	Determination of sodium, potassium, calcium, magnesium in fruit juices EN 1134-IFUMA 33 (2005)	Atomic absorption spectroscopy AAS	II

Fruit juices and nectars				
Commodity	Provision	Method	Principle	Type
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Sorbitol-D</u>	Determination of sorbitol-D IFUMA 62 (2005)	Enzymatic determination	II
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Stable carbon isotope ratio</u>	Determination of stable carbon isotope ratio in the pulp of fruit juices ENV 13070 Analytica Chimica Acta 340 (1997)	Stable isotope mass spectrometry	II
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Stable carbon isotope ratio of sugars from fruit juices</u>	Determination of stable carbon isotope ratio of sugars from fruit juices ENV 12140 Analytica Chimica Acta 271 (1993)	Stable isotope mass spectrometry	II
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u>	Determination of stable hydrogen isotope ratio of water from fruit juices ENV 12142	Stable isotope mass spectrometry	II
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u>	Determination of stable oxygen isotope ratio in fruit juice water ENV 12141	Stable isotope mass spectrometry	II
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Starch</u>	Detection of starch AOAC 925.38 (1925) IFUMA 73 (2000)	Colorimetric	I
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Sugar beet derived syrups in frozen concentrated orange juice</u>	Determination of sugar beet derived syrups in frozen concentrated orange juice $\delta^{18}\text{O}$ Measurements in water AOAC 992.09 (1997)	Oxygen isotope ratio analysis ($\delta^{18}\text{O}$ in water)	I
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Titratable acids</u>	Determination of titratable acids, total EN 12147 IFUMA 03 (2017) ISO 750:1998	Titrimetry	I

Fruit juices and nectars				
Commodity	Provision	Method	Principle	Type
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Total dry matter at 70°C</u>	Determination of total dry matter (vacuum oven drying at 70 °C)^{xxii} EN 12145 IFUMA 61 (2005)	Gravimetric determination	I
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Total solids (Microwave oven drying)</u>	Determination of total solids (microwave oven drying) エラー! ブックマークが定義されていません。 AOAC 985.26 (2001)	Gravimetric determination	I
Fruit juices and nectars	<u>Sections 3.2 Quality criteria and 3.3 Authenticity of CXS 247-2005^{xx}</u> <u>Vitamin C (dehydro-ascorbic acid and ascorbic acid)</u>	Determination of vitamin C (dehydro-ascorbic acid and ascorbic acid) AOAC 967.22 (1968)	Microfluorometry	III

^{xxii} Because there is no numerical value in the standard, duplicate Type I methods have been included which may lead to different results.

FACTEURS DE CONVERSION DE L'AZOTE EN PROTÉINES POUR LES PRODUITS APPROUVÉS PAR LES COMITÉS DE PRODUITS

**(Pour approbation par la Commission du Codex Alimentarius, lors de sa quarante-huitième session,
en vue de son inclusion, sous forme d'annexe, dans la norme CXS 234-1999)**

Source de protéines animales

Laits et produits laitiers – 6,38

Viande et produits carnés – 6,25

Préparations destinées aux nourrissons - Le calcul de la teneur en protéines des préparations destinées aux nourrissons prêtes pour la consommation directe devrait être basé sur N x 6,25, à moins qu'une justification scientifique ne soit fournie pour l'utilisation d'un facteur de conversion différent pour un produit particulier. La valeur de 6,38 est généralement établie en tant que facteur spécifique approprié pour la conversion de l'azote en protéine dans d'autres produits laitiers, et la valeur de 5,71 en tant que facteur spécifique pour la conversion de l'azote en protéine dans d'autres produits à base de soja.

Préparations de suite destinées aux nourrissons du deuxième âge et les produits destinés aux enfants en bas âge - Le calcul de la teneur en protéines du produit final prêt pour la consommation directe devrait être basé sur N x 6,25, à moins qu'une justification scientifique ne soit fournie pour l'utilisation d'un facteur de conversion différent pour un produit particulier. Les niveaux de protéines définis dans cette norme sont basés sur un facteur de conversion de l'azote de 6,25. À titre d'information, la valeur de 6,38 est généralement établie en tant que facteur spécifique approprié pour la conversion de l'azote en protéine dans d'autres normes du Codex pour les produits laitiers.

Conformément aux *Directives concernant l'étiquetage nutritionnel* (CXG 2-1985), le calcul des protéines aux fins de la déclaration des éléments nutritifs doit être basé sur un facteur de conversion de 6,25, à moins qu'un facteur différent ne soit spécifié dans la présente annexe.

Poissons et produits de la pêche

Croquettes de poisson de mer et d'eau douce, crustacés et mollusques – 6,25

Source de protéines végétales

Blé, produits à base de protéines de blé – 5,71

Maïs – 6,25

Quinoa – 6,25

Sorgho – 6,25

Millet (grains et farine) – 5,71

Gochujang – 6,25

Soja et produits à base de soja non fermenté – 5,71

Tempeh – 5,71

Natto – 5,71

Cheonggukjang – 5,71

Thua Nao – 5,71

Matières protéiques végétales (MPV): Produits obtenus par séparation de certains constituants non protéiques (amidon, autres glucides) à partir de grains et de farines de blé et de soja – 6,25

Produits à base de protéines de soja – 6,25

Annexe IV

Document d'information relatif aux *Directives générales sur l'échantillonnage (CXG 50-2004)**
(Pour publication sur le site web du Codex)

SOMMAIRE

1 Introduction	75
2 La conception des plans d'échantillonnage	78
2.1 Principes à la base de la conception des plans d'échantillonnage	78
2.1.1 Producteurs et consommateurs	78
2.1.2 Les risques des producteurs et des consommateurs	78
2.2 La conception des plans d'échantillonnage	79
2.2.1 Aperçu du processus de conception	79
2.2.2 Processus pour la conception des plans d'échantillonnage	79
2.2.3 L'utilisation du même plan d'échantillonnage par le producteur et par le consommateur	82
2.2.4 Confirmation des plans d'échantillonnage par le CCMAS	83
2.3 Applications pour la conception et l'évaluation des plans d'échantillonnage	84
2.3.1 Description des applications	84
3 Études de cas (exemples de scénarios spécifiques)	84
3.1 Exemples sur l'utilisation des plans par attributs	85
3.1.1 Exemple: Plans par attributs avec $c > 0$	85
3.1.2 Exemple: Plans par attributs avec $c=0$	866
3.1.3 Exemple: Plans par attributs basés sur un AQL de 6,5%	90
3.2 Exemples pour des plans aux mesures	93
3.2.1 Exemple: Plan aux mesures avec une incertitude de mesure (MU) négligeable	93
3.2.2 Exemple: Plan aux mesures avec une incertitude de mesure non négligeable, sans biais de laboratoire	98
3.2.3 Exemple: Plan aux mesures avec une incertitude de mesure (MU) non négligeable et avec un biais du laboratoire	101
3.2.4 Exemple: Plans de non conformité fractionnaire	10103
3.3 Lots composés de matériaux en vrac	104
3.3.1 Exemple: Plans d'échantillonnage pour les aflatoxines selon Whitaker (2006) et al.	104
3.3.2 Exemple: Plans basés sur la distribution bêta	105
3.4 D'autres plans d'échantillonnage	108
3.4.1 Exemple: plans d'échantillonnage ISO - AQL 6,5%	108
3.4.2 Plans ad hoc	111
4 Le contexte des plans d'échantillonnage pour acceptation	117
4.1 Plans par attributs	117
4.2 Plans aux mesures	118
4.2.1 La base pour les calculs dans l'App1	118
4.3 Le calcul de l'incertitude de mesure à partir d'estimations de précision	119
4.4 Plans par attributs - plans aux mesures combinés	120
4.5 Plans en plusieurs étapes	120
4.6 Lots composés de matériaux en vrac	121
4.6.1 Exemple: Plans aux mesures pour lots homogènes — MU négligeable	122

4.6.2	Exemple : Plan aux mesures avec MU non négligeable sans biais de laboratoire	123
4.6.3	Exemple : Plan aux mesures avec MU non négligeable avec biais de laboratoire	123
4.6.4	ISO 10725	123
4.6.5	Plans d'échantillonnage pour les aflatoxines	123
4.6.6	Plans généraux d'évaluation par rapport à des limites minimales ou maximales	131
4.7	Plans pour une évaluation microbiologique	131
4.7.1	Plans d'échantillonnage par attributs à trois classes	131
5	Appendice statistique	133
5.1	Contexte pour les plans d'échantillonnage principaux (plans par attributs et aux mesures)	133
5.1.1	Calcul des probabilités d'acceptation – plan par attributs	133
5.1.2	Dérivation des formules pour les plans aux mesures	134
5.1.3	Variabilité intra-élément	137
5.2	Comprendre les plans ISO	137
5.2.1	Plan par attributs conçus en termes de valeur de l'unité	137
5.2.2	Plans aux mesures conçues en fonction du risque du producteur	140
5.3	Échantillonnage pour acceptation contre évaluation de la conformité	141
5.3.1	Définitions	141
5.3.2	Prises de positions dans les normes ISO	141
5.3.3	Prises de positions dans la littérature	142
5.3.4	Débat	142
5.4	Le rôle de l'incertitude de mesure dans l'échantillonnage pour acceptation	142
5.4.1	Spécification du mesurande	143
5.4.2	L'incertitude d'échantillonnage contre l'échantillonnage pour acceptation (précision terminologique)	144
5.4.3	Les effets de l'incertitude analytique et d'échantillonnage dans l'échantillonnage pour acceptation (AS)	145
6.	Plans bayésiens	149
6.1	Distributions préalables	149
6.2	L'approche de probabilité de la conformité	150
6.3	Approche utilitaire	152
6.3.1	Définition	152
6.3.2	Le consommateur	153
6.3.3	Expression mathématique	153
6.3.4	Exemple	155
6.3.5	Le rôle de la distribution préalable	157
6.3.6	Courbes d'utilité	157
6.3.7	Plans normalisés	159
6.3.8	Vision plus large de l'utilité	エラ
一!	ブックマークが定義されていません。3	
	6.3.9 Approche contradictoire	エラ
一!	ブックマークが定義されていません。	
6.4	Plans bayésiens: glossaire des termes	164
7.	Bibliographie	165

1 Introduction

L'objectif de ce document est de fournir des informations supplémentaires sur les plans d'échantillonnage mentionnés dans les directives CXG 50, y compris le contexte et des exemples pour chacun des principaux types de plans d'échantillonnage. Un lien vers l'application App1 pour la conception et l'évaluation de ces plans d'échantillonnage est inclus. Des liens pour des nouvelles applications seront inclus lorsqu'elles seront disponibles.

Il convient de noter que les directives CXG 50 n'exigent pas de plan d'échantillonnage spécifique. Pour les quarantaines d'importation ou d'exportation, il est important qu'un gouvernement choisisse un plan d'échantillonnage adapté aux combinaisons produit/disposition, en tenant compte de la faisabilité, des informations scientifiques et des exigences administratives.

Le document est composé de trois parties:

La première partie comprend la section 2 et la section 3 et contient des informations générales relatives à la conception des plans d'échantillonnage, ainsi que des exemples:

La section 2.1 traite des principes qui sous-tendent l'approche «classique» des plans d'échantillonnage basée sur la spécification des risques du producteur et du consommateur, pour gérer tout niveau non conforme dans un lot.

La section 2.2 contient des informations sur le processus de conception, y compris des suggestions sur l'utilisation de plans d'échantillonnage prédéfinis, tels que les plans ISO, ainsi que des spécifications de risques admissibles, comme point de départ.

La section 2.3 décrit les différentes applications fournies avec le progiciel original et propose un lien vers une application en ligne pour la conception de plans d'échantillonnage par attributs et aux mesures lorsque l'incertitude de mesure est négligeable. Une version Excel de cette application est également fournie.

La section 3 contient des études de cas montrant les principaux types de plans d'échantillonnage mentionnés dans les directives CXG 50, y compris certains dans lesquels l'incertitude de mesure n'est pas négligeable.

Les sections 3.1 et 3.2 traitent de divers types de plans par attributs et aux mesures, y compris une explication de la base qui sous-tend les plans dans les normes ISO2859 et ISO3951.

La section 3.3 traite de l'échantillonnage des matériaux en vrac avec un accent particulier sur les plans pour les mycotoxines décrits dans la *Norme générale sur les contaminants et les toxines présents dans les produits de consommation humaine et animale* (CXS 193-1995).

La section 3.4 traite d'autres plans d'échantillonnage. Parmi les exemples, on peut citer les plans d'échantillonnage par attributs avec un NQA de 6,5 (norme ISO) et les plans ad hoc utilisant un petit nombre d'échantillons regroupés en échantillons composites pour les essais.

La deuxième partie comprend les sections 4 et 5 et contient plus d'informations générales sur les plans d'échantillonnage, y compris un appendice statistique:

La section 4 comprend la dérivation statistique des plans par attributs et aux mesures lorsque l'incertitude de mesure est négligeable et fait référence aux plans d'échantillonnage de la partie 1.

La section 4.3 traite de l'incertitude de mesure et de son rôle dans l'échantillonnage pour acceptation.

La section 4.6.5 couvre la base des plans d'échantillonnage pour les mycotoxines dérivés par Whitaker et al. qui sont des cas particuliers de plans pour les matériaux en vrac et décrit la complexité statistique du développement futur des plans d'échantillonnage pour les matériaux en vrac.

La section 4.7 contient des informations sur d'autres plans d'échantillonnage, y compris les plans par attributs à trois classes, utilisés pour les évaluations microbiologiques.

La troisième partie comprend la section 6 et fournit des informations sur les plans d'échantillonnage bayésiens.

La section 6.2 présente les plans bayésiens basés sur une approche fondée sur les risques. Plus précisément, ces plans s'appuient sur les concepts de risque du consommateur spécifique et de probabilité de conformité du JCGM 106. Une présentation des risques bayésiens est également fournie. Cette approche, développée par l'ISO TC 69 SC 5 WG 10, est décrite dans un rapport technique ainsi que dans une publication distincte.

La section 6.3 présente les plans bayésiens basés sur une approche pratique. Des plans standard sont fournis au praticien. Cette approche a été développée par l'ISO TC 69 SC 5 WG 10 et est décrite dans un rapport technique ainsi que dans une publication distincte.

Note:

Certaines formules Excel dans le texte (et le fichier Excel fourni) utilisent le style anglais, avec des points décimaux et des séparateurs par virgules.

PREMIÈRE PARTIE

**Informations générales relatives à la conception des
plans d'échantillonnage**

Exemples et études de cas

2 La conception des plans d'échantillonnage

2.1 Principes à la base de la conception des plans d'échantillonnage

2.1.1 Producteurs et consommateurs

En fonction de la nature de la transaction, un producteur peut inclure l'un ou l'autre des éléments suivants:

- Le fabricant, le fournisseur ou le vendeur d'un produit alimentaire ou de ses ingrédients, ou
- Un organisme de réglementation qui fournit une assurance pour les produits exportés à un organisme du pays importateur.

et un consommateur pourrait inclure:

- Un client qui achète le produit alimentaire ou l'ingrédient pour la fabrication d'autres produits alimentaires, ou
- Un organisme de réglementation d'un pays importateur cherchant à donner des garanties aux consommateurs individuels vivant dans ce pays, ou
- Un organisme de réglementation d'un pays exportateur fournissant une assurance officielle à un organisme du pays importateur agissant au nom du pays importateur, ou
- Un particulier qui achète un produit alimentaire, bien que des particuliers ne soient normalement pas en mesure d'effectuer des contrôles de denrées alimentaires par lot, ou
- Un fabricant qui achète des ingrédients pour la production d'un produit alimentaire.

2.1.2 Les risques des producteurs et des consommateurs

Les plans d'échantillonnage pour acceptation comportent toujours des risques intrinsèques qu'un lot de mauvaise qualité soit accepté à tort ou qu'un lot de bonne qualité soit rejeté à tort. Ces deux risques sont généralement appelés respectivement le risque du consommateur et le risque du producteur.

Cependant, en suivant les principes statistiques, des plans d'échantillonnage peuvent être conçus pour contrôler ces risques à des niveaux admissibles. Ceci est réalisé en spécifiant un niveau de qualité particulier du risque du producteur, la PRQ, et un niveau de qualité particulier du risque du consommateur, la CRQ, ainsi que le risque correspondant du producteur (PR), soit la probabilité de rejeter un lot dont le niveau de qualité est égal à la PRQ, et le risque du consommateur (CR), soit la probabilité d'accepter un lot dont le niveau de qualité est égal à la CRQ, respectivement. Une fois que ces quatre paramètres, la PRQ, la CRQ, le PR et le CR, sont spécifiés, le plan d'échantillonnage est déterminé de manière unique et la probabilité d'acceptation et donc les risques du producteur et du consommateur peuvent être calculés à n'importe quel niveau de qualité.

Le risque du producteur est souvent spécifié à 5 pour cent, ce qui signifie que la probabilité de rejeter un lot avec une PRQ est d'au plus 5 pour cent. De même, le risque du consommateur est généralement choisi à 10 pour cent, ce qui signifie que la probabilité d'accepter un lot avec une CRQ est d'au plus 10 pour cent. Au cas où n'importe quel de ces quatre paramètres est modifié, la maîtrise des risques du producteur et du consommateur sera modifiée.

Les *Principes régissant l'application des procédures d'échantillonnage et d'essai dans le commerce international des denrées alimentaires* (CXG 83-2013) recommande que, dans un cas idéal, les producteurs et les consommateurs se mettent d'accord sur un plan d'échantillonnage avant de l'utiliser. Toutefois, il n'est pas toujours possible d'obtenir une collaboration/négociation directe entre les producteurs et les consommateurs sur le plan d'échantillonnage à utiliser ou sur la manière dont il sera utilisé.

Il s'agit de l'approche traditionnelle de la conception des plans d'échantillonnage, dans laquelle les risques sont calculés sur la base d'un niveau de qualité connu, par exemple «si un lot contient X pour cent d'éléments non conformes, la probabilité d'acceptation est de "P"».

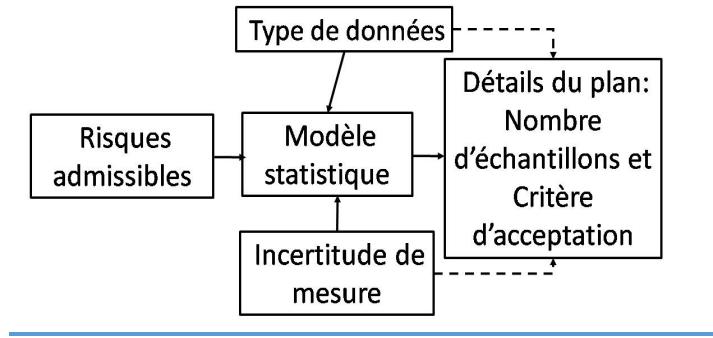
Cependant, il est également possible d'introduire un cadre bayésien qui rend possible d'autres définitions du risque, employant une distribution préalable basée par exemple sur des contrôles historiques d'une caractéristique d'un produit. Les méthodes bayésiennes peuvent éventuellement permettre de réduire sensiblement la taille des échantillons.

2.2 La conception des plans d'échantillonnage

2.2.1 Aperçu du processus de conception

Figure 1: Processus de conception des plans d'échantillonnage

Processus de conception des plans d'échantillonnage



Ce diagramme présente une vue d'ensemble du processus de conception, montrant ses éléments fondamentaux tels qu'ils sont reflétés dans le flux de travail figurant dans les *Directives générales sur l'échantillonnage* (CXG 50-2004).

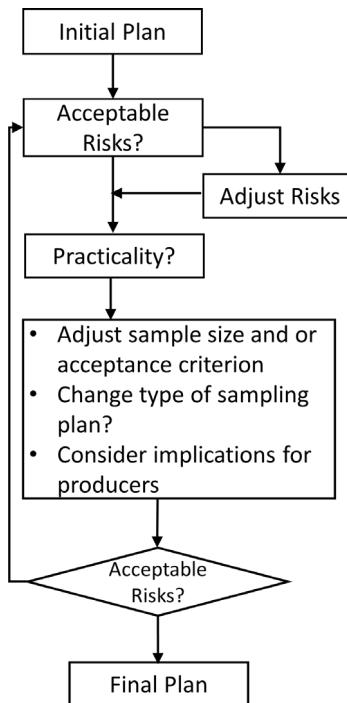
La spécification des risques admissibles est un élément clé. Le risque du producteur et le risque du consommateur peuvent être spécifiés tous les deux ou seulement l'un d'entre eux. Dans les plans ISO, seul le risque du consommateur serait spécifié pour le contrôle de lots isolés de marchandises entrantes, alors que des plans basés uniquement sur le risque du producteur pourraient être utilisés dans le contexte d'un contrat d'approvisionnement à long terme entre un fabricant et un client.

Le type de données et l'incertitude de mesure non négligeable détermineront le modèle statistique utilisé pour élaborer les détails du plan d'échantillonnage. Par exemple, si l'on dispose de données d'attributs, le modèle statistique est basé sur la distribution binomiale, alors que si l'on dispose de données de variables, le modèle pourrait être basé sur la distribution normale ou, dans le cas d'une proportion liée à la composition, sur la distribution bêta, ou éventuellement sur une autre distribution (non traitée dans les directives CXG 50-2004).

Le type de données et la présence d'une incertitude de mesure non négligeable déterminent également la forme du critère d'acceptation; dans le cas le plus simple où l'incertitude de mesure est négligeable, un plan par attributs est spécifié par le nombre d'échantillons n et le critère d'acceptation c , mais un plan aux mesures est spécifié par le nombre d'échantillons n et la constante d'acceptabilité k . La forme du critère d'acceptation pourrait être plus complexe pour les plans aux mesures dont l'incertitude de mesure n'est pas négligeable.

2.2.2 Processus pour la conception des plans d'échantillonnage

Ce diagramme présente un processus qui pourrait être utilisé pour concevoir un plan d'échantillonnage.

Figure 2 Processus pour la conception d'un plan d'échantillonnage

Initial Plan=Plan initial

Acceptable risks?=Risques admissibles?

Adjust risks=Ajuster les risques

Practicality?=Aspect pratique?

Adjust sample size and or acceptance criterion=Ajuster la taille de l'échantillon et / ou le critère d'acceptation

Change type of sampling plan?=Modifier le type du plan d'échantillonnage?

Consider implications for producers=Examiner les implications pour les producteurs

Acceptable risks?=Risques admissibles?

Final plan=Plan final

Étape 1 Sélectionner un plan initial comme point de départ:

La conception des plans d'échantillonnage nécessite la spécification des risques admissibles pour le consommateur et le producteur, après quoi les plans d'échantillonnage sont conçus à l'aide d'une méthodologie statistique.

Cependant, il est souvent difficile pour les concepteurs de plans de décider des niveaux appropriés de risques admissibles [qui devraient éventuellement être décidés conjointement par le producteur et le consommateur], de sorte que le processus suivant est suggéré comme la manière de procéder.

Le point de départ pourrait être un plan de la norme ISO 2859-1 ou ISO 3951-1, selon que l'on dispose de données d'attributs ou de variables. Dans l'Appendice 1 des directives CXG 50-2004, des plans avec des niveaux PRQ et CRQ sélectionnés ont été utilisés comme points de départ.

Les plans suivants, basés sur ces normes ISO, peuvent être utilisés comme points de départ pour la conception de plans. Dans ces plans, le risque du producteur (PR) est de 5 pour cent et le risque du consommateur (CR) est de 10 pour cent.

Tableau: Plans par attributs sur la base de la norme ISO 2859-1 avec une PRQ = 6,5 %

PRQ	c	n	CRQ
6,5 %	0	2	68,4 %
6,5 %	0	3	53,6 %
6,5 %	1	5	58,4 %
6,5 %	1	8	40,6 %

PRQ	c	n	CRQ
6,5 %	2	13	36,0 %
6,5 %	3	20	30,4 %
6,5 %	5	32	27,1 %
6,5 %	7	50	22,4 %

Tableau: Plans par attributs sur la base de la norme ISO 2859-1 avec une PRQ = 1,5 %

PRQ	c	n	CRQ
1,5 %	0	8	25,0 %
1,5 %	0	13	16,2 %
1,5 %	1	20	18,1 %
1,5 %	1	32	11,6 %
1,5 %	2	50	10,3 %

Tableau: Plans aux mesures sur la base de la norme ISO 3951-1 avec une PRQ = 2,5 % (σ -méthode)

PRQ	k	n	CRQ
2,5 %	1,115	3	35,4 %
2,5 %	1,240	6	23,7 %
2,5 %	1,419	8	16,7 %
2,5 %	1,366	8	18,1 %
2,5 %	1,370	12	15,9 %
2,5 %	1,439	16	13,2 %
2,5 %	1,456	21	12,0 %
2,5 %	1,533	29	9,76 %
2,5 %	1,606	42	7,95 %

Étape 2 Examiner la courbe d'efficacité (OC):

Un plan tiré directement d'une norme ne serait pas nécessairement adapté à une application particulière, car il peut être trop strict ou pas assez. Les utilisateurs doivent se demander si la probabilité d'acceptation, c'est-à-dire la proportion de lots qui seront acceptés à long terme par le plan, est acceptable aux différents niveaux de non-conformité susceptibles de se produire, par exemple:

- La probabilité d'acceptation de lots contenant 10 pour cent (ou 5 pour cent ou 20 pour cent) de produits non conformes est-elle admissible?

Étape 3 Ajuster les risques aux niveaux souhaités.

Étape 4 Examinez le caractère pratique du plan d'échantillonnage proposé:

Un facteur clé est le nombre d'échantillons qui devront être prélevés et testés pour chaque lot contrôlé, ainsi que le nombre prévu de lots qui seront contrôlés au cours d'une année.

En général, les nombres d'échantillons peuvent être économisés:

- en augmentant la CRQ ou en diminuant la PRQ, ou les deux
- en augmentant les risques PR et CR du producteur et/ou du consommateur (les deux peuvent être augmentés)
- par l'utilisation de plans de qualité indifférente pour les caractéristiques des produits (voir CXG 50-2004 3.2.2)
- en exigeant une rigueur moindre au niveau des lots individuels en faveur d'une assurance à plus long terme.

Les moyens spécifiques pour économiser le nombre d'échantillons comprennent:

- Ne pas évaluer la conformité du lot sur une base individuelle, mais traiter le produit dans le lot comme un matériau en vrac et contrôler le lot dans son ensemble plutôt que de se concentrer sur la conformité des éléments individuels.
- Utilisation des plans aux mesures au lieu des plans par attributs, le cas échéant

- Utilisation des écarts types des lots, s'ils sont connus
- Utilisation de plans basés sur la distribution bêta pour les caractéristiques de composition
- Utilisation de compensations (y compris des compensations pour tenir compte des biais de laboratoire non négligeables) (voir CXG 50-2004 3.2.3)
- Les plans bayésiens peuvent être un autre moyen de réduire le nombre d'échantillons.

Étape 5 Examiner la courbe d'efficacité (OC) pour vérifier que les risques sont acceptables.

Étape 6 Adopter le plan d'échantillonnage ou revenir à l'étape 3 et répéter le processus.

L'incertitude de mesure doit également être prise en compte si elle n'est pas négligeable.

Le plan qui en résulte doit être revu pour garantir qu'il répondra aux attentes des utilisateurs et, le cas échéant, pour garantir qu'il est équitable envers les producteurs – le choix d'un plan d'échantillonnage approprié doit être axé sur la maîtrise des risques et le coût total, en particulier les coûts d'une acceptation ou d'un rejet à tort des lots, plutôt que sur le seul coût de l'échantillonnage et de l'essai.

Cependant, si plusieurs caractéristiques sont contrôlées lors de l'évaluation de la conformité à une norme, il peut arriver que le risque pour le producteur d'un rejet à tort augmentera avec le nombre de caractéristiques contrôlées. Ce risque peut être atténué en réduisant le risque du producteur pour chacun des plans d'échantillonnage individuels, de sorte que le risque global du producteur ne soit pas excessif. Cette mesure ne doit être appliquée qu'aux caractéristiques «similaires», telles que les caractéristiques de composition.

Dans un souci d'équité, les concepteurs de plans devraient également prendre en compte les mesures que le producteur pourrait devoir prendre pour assurer la conformité, en rappelant que dans le Codex, les directives CXG 50-2004 s'appliquent principalement aux caractéristiques de composition et aux défauts des produits (voir CXG 50-2004 3.2.2 Équité).

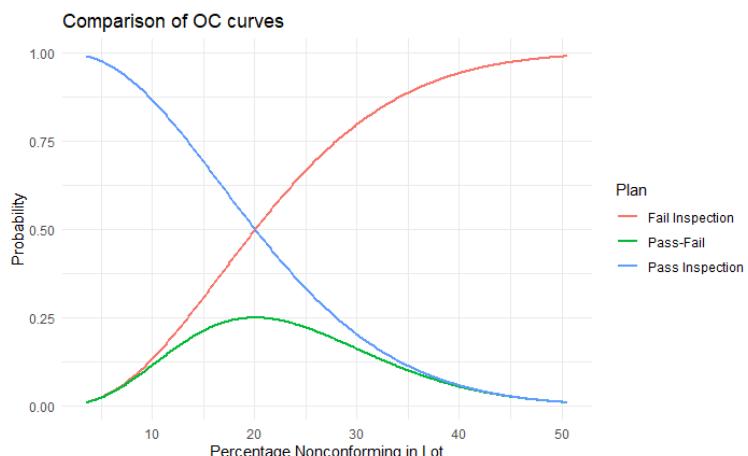
2.2.3 L'utilisation du même plan d'échantillonnage par le producteur et par le consommateur

Il n'est pas toujours approprié pour un producteur d'utiliser le même plan d'échantillonnage que celui utilisé par un consommateur, en particulier si le consommateur contrôlera également le lot.

Le graphique suivant montre la probabilité d'acceptation d'un lot pour un plan de contrôle donné [en bleu] et la probabilité de rejet en utilisant le même plan [en rouge]. La ligne verte indique la probabilité qu'un lot soit accepté lors du contrôle par le producteur, puis rejeté lors du contrôle par le consommateur. La probabilité maximale qu'un lot soit accepté lors d'un premier contrôle puis rejeté lors d'un contrôle ultérieur tout en utilisant le même plan est de 25 pour cent lorsque la probabilité d'acceptation par le plan est de 50 pour cent.

Cela montre que les producteurs sont potentiellement désavantagés dans les situations d'échantillonnage contradictoire, où le producteur et le consommateur testent tous les deux le produit; cela devrait être pris en compte dans la conception des plans pour garantir l'équité.

Figure 3 Courbes d'efficacité dans l'échantillonnage contradictoire



Comparison of OC curves = Comparaison des courbes d'efficacité (courbes OC)

Probability = Probabilité

Plan; Fail inspection; Pass-Fail; Pass inspection = Plan; Contrôle échoué; Réussi-échoué; Contrôle réussi

Percentage Nonconforming in Lot = Pourcentage de non conformité dans le lot

Les courbes d'efficacité sur le graphique ont été calculées comme suit

- La probabilité d'acceptation (ligne bleue) est le calcul habituel, décrit à la section 3.1 pour les plans par attributs et à la section 3.2 pour les plans par mesure, lorsque l'incertitude de mesure est négligeable. Si l'incertitude de mesure est non négligeable, il est nécessaire d'utiliser l'application.
- La probabilité de rejet (ligne rouge) est facilement calculée puisqu'un lot est soit accepté, soit rejeté:

$$\text{Probabilité de rejet} = 1 - \text{Probabilité d'acceptation}$$

- La probabilité d'acceptation d'un lot et de rejet ultérieur lors d'un contrôle répété (la ligne verte) est le produit des deux probabilités:

$$\text{Probabilité (accepté - rejeté)} = \text{Probabilité d'acceptation} \times \text{Probabilité de rejet}$$

Les mesures d'atténuation évidentes comprennent les suivantes:

- le producteur utilise un plan qui réduit le risque de rejet si le lot est contrôlé par un consommateur
- le producteur devra opérer à un niveau de qualité qui garantit un taux de rejet plus faible si le lot est contrôlé par le consommateur
- les consommateurs pourraient se fier aux contrôles du producteur plutôt que de contrôler eux-mêmes les lots.

2.2.4 Confirmation des plans d'échantillonnage par le CCMAS

Les comités de produits peuvent proposer des plans d'échantillonnage pour les dispositions ou proposer des résultats pour les plans d'échantillonnage en termes de risques maximaux admissibles pour le producteur et le consommateur lors du contrôle d'une disposition. Cela signifie qu'il existe souvent plus d'une option pour le plan d'échantillonnage qui pourrait être utilisé. Cette dernière approche, qui consiste à spécifier le résultat, est nécessaire lorsque l'incertitude de mesure n'est pas négligeable, car le plan dépendra de l'écart-type du lot, qui variera d'un producteur à l'autre.

La recommandation internationale OIML R087¹ relative au système de quantité moyenne dans les produits préemballés est un exemple dans lequel les risques maximaux admissibles pour le producteur et le consommateur sont spécifiés:

Risque du producteur

La probabilité de rejeter un lot dont le poids moyen réel est égal ou supérieur au poids indiqué sur l'étiquette de quantité doit être d'au plus 0,5 pour cent.

Risque du consommateur

La probabilité d'accepter un lot dont le poids moyen réel est inférieur au poids indiqué sur l'étiquette, c'est-à-dire le poids, en quantité supérieure à une quantité spécifique (non indiquée ici) devrait être d'au plus 10 pour cent.

Ces spécifications de risque sont utilisées de deux manières pour concevoir des plans de contrôle des quantités par le poids, dans un plan aux mesures pour vérifier la conformité du poids moyen et dans un plan par attributs pour vérifier qu'il n'y a pas une proportion excessive d'emballages défectueux dans le lot, pesant moins que le poids indiqué sur l'étiquette dans une mesure supérieure à une certaine quantité.

¹ Recommandation OIML (OIML R 87): Quantité de produit dans les préemballages, Organisation internationale de métrologie légale, Paris (2016)

2.3 Applications pour la conception et l'évaluation des plans d'échantillonnage

Cette section contient une brève description de chacune des trois applications fournies avec le progiciel CXG 50-2004, ainsi que les liens à l'aide desquels elles peuvent être utilisées. Des références aux sections pertinentes du document CXG 50-2004 sont fournies et de plus amples informations peuvent être trouvées dans ce document.

Les applications suivent toutes le même format général et ont été conçues pour:

- "*Plan Evaluation*", l'évaluation du plan d'échantillonnage spécifié pour calculer la probabilité d'acceptation en termes de pourcentage de non-conformité² dans un lot et pour montrer la courbe d'efficacité (OC), et pour calculer les niveaux de qualité du producteur et du consommateur PRQ et CRQ correspondant aux risques spécifiés du producteur et du consommateur (avec des valeurs par défaut de 5 pour cent et 10 pour cent respectivement)
- "*Plan Design*", la conception d'un plan d'échantillonnage, le calcul du nombre d'échantillons et du critère d'acceptation, le nombre d'acceptation «c» ou la constante d'acceptabilité «k», à partir des spécifications des niveaux de qualité de risque du producteur et du consommateur et de leurs probabilités associées de rejet et d'acceptation, respectivement.

2.3.1 Description des applications

App1 concerne la conception et l'évaluation des plans d'échantillonnage par attributs et aux mesure pour les caractéristiques normalement distribuées, y compris les situations où l'incertitude de mesure est également normalement distribuée. Cette application peut être utilisée pour examiner et comparer les risques du producteur et du consommateur et les courbes d'efficacité OC pour des options différentes de plans d'échantillonnage.

Dans le plan d'échantillonnage par attributs, l'application peut évaluer le plan d'échantillonnage, spécifié par une taille d'échantillon "n" et un critère d'acceptation "c" ou bien elle peut concevoir un plan sur la base des valeurs spécifiques PRQ et CRQ, le risque du producteur et le risque du consommateur. Les courbes d'efficacité OC et les risques du producteur et du consommateur sont présentés pour les deux plans.

Les plans d'échantillonnage aux mesures sont similaires, sauf qu'ils comprennent une constante *k* au lieu d'un critère d'acceptation. Il y a également un paramètre supplémentaire, qui est de savoir si l'écart-type est connu ou inconnu. L'application prend également en compte l'incertitude de mesure avec les valeurs des composantes de l'incertitude de mesure et l'écart-type du lot lorsque ces valeurs ont été spécifiées.

Cette application est disponible sur le serveur shinyapps.io:
<https://codex-testing.shinyapps.io/codex-testing-SamplingPlan/>

Les liens vers les applications suivantes seront inclus dès qu'ils seront disponibles.

L'App2 concerne les plans de non-conformité fractionnaires et permet aux utilisateurs d'évaluer un plan spécifié, déterminé par le nombre d'échantillons et la valeur maximale autorisée des valeurs FNC des échantillons individuels pour l'acceptation du lot, ou de concevoir un plan d'échantillonnage à partir des spécifications des risques du consommateur et du producteur.

Voir la section 3.2.4 pour plus de détails

L'App3 concerne les plans d'évaluation des lots pour leurs caractéristiques de composition. Ces plans sont basés sur la distribution bêta, ce qui permet de les appliquer à partir d'un seul essai sur un échantillon composite constitué d'un nombre spécifique de prélèvements. L'application permet d'évaluer un plan spécifique ou de concevoir un plan basé sur des risques spécifiques. Voir la section 3.3.3 pour plus de détails.

3 Études de cas (exemples de scénarios spécifiques)

Ces exemples suivent le processus de conception étape par étape décrit dans l'appendice 1 des directives CXG 50-2004 et illustrent l'utilisation des applications.

² Proportion d'éléments non conformes, exprimée en pourcentage. Également appelée «proportion de non-conformités» dans les normes ISO 2859 et 3951.

3.1 Exemples sur l'utilisation des plans par attributs

3.1.1 Exemple: Plans par attributs avec $c > 0$

En général, si les risques du consommateur et ceux du producteur sont spécifiés dès la conception du plan, comme cela pourrait être le cas pour des caractéristiques non liées à la sécurité sanitaire des aliments, telles que les défauts des produits, où il est peu probable que les valeurs d'acceptation (c) soient nulles. Il convient de noter que des échantillons de taille relativement importante (et des critères d'acceptation élevés) peuvent être nécessaires pour les plans dont le taux d'exploitation (CRQ/PRQ) est faible.

Exemple: Brunissement dans le lait en poudre

- Un client a constaté des niveaux de brunissement (décoloration) plus élevés que d'habitude dans un lot de lait entier en poudre. Le client a indiqué qu'il pouvait accepter la poudre à condition qu'il n'y ait pas plus de 20 pour cent de poudre non conforme, car ainsi elle serait encore utilisable.
- Le fabricant souhaitait contrôler le risque de rejet d'un produit éventuellement encore utilisable, afin que le produit soit accepté [la plupart du temps] s'il y avait 10 pour cent de produits non-conformes dans le lot.

Étapes clés du processus de conception étape par étape

1. Données d'attributs ou de variables?

Le brunissement excessif est un exemple de données d'attributs. Les échantillons sont classés soit comme RÉUSSI soit comme ÉCHOUÉ par rapport à une poudre de référence.

2. L'erreur de contrôle est-elle négligeable ou non négligeable?

Pour cet exemple on suppose que l'erreur de contrôle est négligeable.

3. Fixer le niveau de qualité du risque du consommateur (CRQ):

Le client a indiqué que la poudre était encore utilisable même si le niveau de non-conformité était de 20 pour cent, de sorte que, aux fins du contrôle, le niveau de risque de qualité du consommateur pourrait être fixé à 20 pour cent.

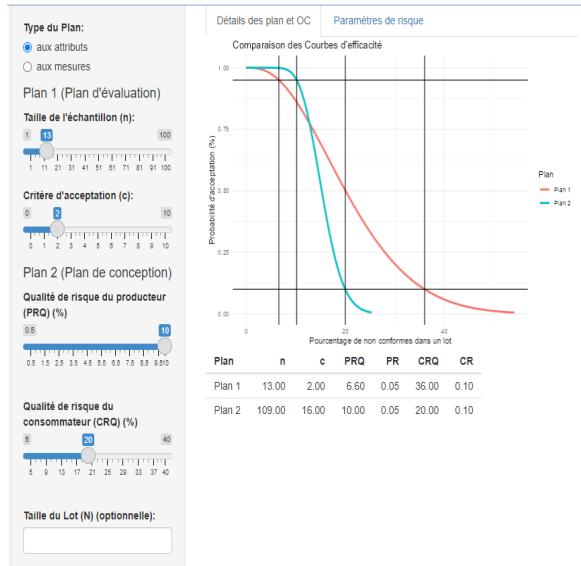
4. Fixer le niveau de qualité du risque du producteur (PRQ):

La PRQ peut être réglée n'importe où en dessous de la CRQ, en notant que plus le rapport d'efficacité $\frac{CRC}{CRP}$ est petit, plus le nombre d'échantillons à prélever est important.

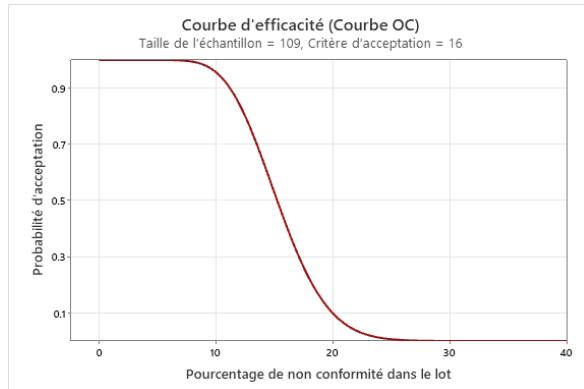
Différentes valeurs de PRQ peuvent être essayées pour évaluer la taille de l'échantillon nécessaire. Certaines options possibles sont les suivantes:

PRQ	CRQ	n	c
5 %	20 %	38	4
10 %	20 %	109	16
15 %	20 %	500	88

Pour les besoins de cet exemple, un niveau de qualité du risque du producteur de 10 pour cent a été utilisé; une PRQ de 5 pour cent est trop stricte si l'on considère que la poudre est encore utilisable si le lot est non conforme jusqu'à 20 pour cent, et que 500 échantillons sont trop nombreux pour être prélevés et évalués.

Figure 4 Conception d'un plan pour résoudre un litige

Le plan d'échantillonnage requis pour contrôler le risque pour le consommateur et le producteur aux niveaux spécifiés est ($n = 109$, $c=16$), c'est-à-dire que $n=109$ échantillons sont prélevés et le lot est accepté à condition qu'il n'y ait pas plus de 16 échantillons non conformes.

Figure 5 Courbe d'efficacité d'un plan sélectionné - résolution des litiges

La courbe d'efficacité démontre qu'il y a 95 pour cent de chances d'accepter le lot lorsque le niveau de non-conformité est de 10 pour cent (c'est-à-dire la PRQ), 50 pour cent de chances environ d'accepter le lot lorsque le niveau de non-conformité est de 15 pour cent et 10 pour cent de chances d'accepter le lot lorsque le niveau de non-conformité est de 20 pour cent (la CRQ).

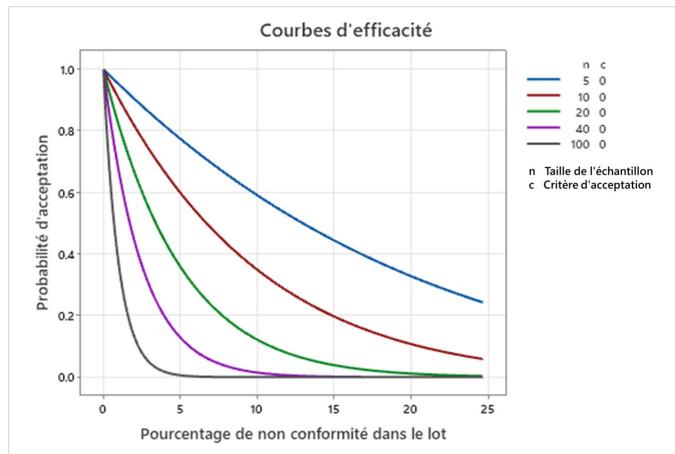
3.1.2 Exemple: Plans par attributs avec $c=0$

Reportez-vous à la norme CXG 50-2004 4.2.5 Plans à critères d'acceptation zéro.

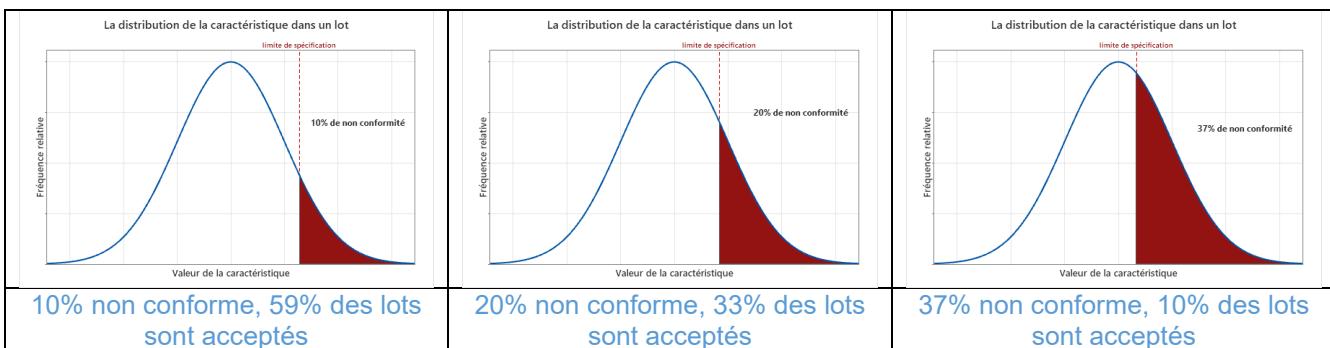
Les plans à critères d'acceptation zéro (ZAN) sont un cas particulier de plans à deux classes dans lesquels les critères d'acceptation sont fixés à $c = 0$. Ces plans sont utilisés dans des situations plus critiques, comme pour les agents pathogènes ou les corps étrangers, où seul le CR est directement pris en compte et l'acceptation des lots exige qu'on ne trouve pas d'éléments non conformes lors du contrôle.

Les plans ZAN sont couramment utilisés, apparemment basés sur la philosophie du zéro défaut et la perception que si $c>0$, les lots contenant des produits non conformes sont acceptés.

Ce qui suit montre les courbes d'efficacité de plusieurs plans ZAN:

Figure 6 Courbes d'efficacité pour des plans ZAN

Cependant, les plans ZAN ne peuvent garantir que les lots ayant passé le contrôle ne contiennent pas d'éléments non conformes; quel que soit le plan utilisé, il existe toujours un risque d'accepter un lot contenant un certain niveau de produit non conforme. Le tableau suivant illustre la probabilité d'accepter un lot présentant différents niveaux de non-conformité, selon le plan d'échantillonnage ($n = 5, c = 0$).

Figure 7 Risques avec des plans $n=5, c=0$ 

Le nombre d'échantillons n peut être calculé directement à l'aide de la formule:

$$CR = (1 - CRQ)^n \text{ or } n = \log(CR) / \log(1 - CRQ)$$

Les résultats typiques qui sont souvent exprimés en termes de qualité du lot sont les suivants:

- Si nous sélectionnons 60 articles, pris au hasard dans un «lot», et que nous ne trouvons aucun de ces articles non conforme, nous pouvons alors affirmer avec une confiance de 95 pour cent que pas plus de 5 pour cent de TOUS les articles du lot sont non conformes.
- Si nous sélectionnons 150 articles, pris au hasard dans un «lot», et que nous ne trouvons aucun de ces articles non conforme, nous pouvons alors affirmer avec une confiance de 95 pour cent que pas plus de 2 pour cent de TOUS les articles du lot ne sont pas conformes.
- Si nous sélectionnons 300 articles, pris au hasard dans un «lot», et que nous ne trouvons aucun de ces articles non conforme, nous pouvons alors affirmer avec une confiance de 95 pour cent que pas plus de 1 pour cent de TOUS les articles du lot ne sont pas conformes.

Si un ou plusieurs éléments non conformes ont été trouvés, il est toujours possible de faire une déclaration sur le niveau de qualité au sein du lot.

Le fichier Excel [pexact.xlsx](#) inclus dans le package peut être utilisé pour calculer les intervalles de confiance à 95 pour cent pour le niveau de non-conformité dans un lot, ou le nombre total de défauts dans un lot, pour tout nombre d'éléments non conformes ou de défauts trouvés dans l'échantillon, en notant qu'un élément individuel peut avoir plus d'un seul défaut:

- La feuille Binomial calcule des intervalles de confiance à 95 pour cent pour le niveau des éléments individuels conformes dans l'ensemble du lot.

- La feuille Poisson calcule des intervalles de confiance à 95 pour cent pour le nombre total de défauts du lot. Ces limites peuvent être converties en taux en les divisant par le nombre d'éléments examinés.

Les formules Excel pour le calcul des limites de confiance inférieure et supérieure à 95 pour cent pour les deux cas figurent dans la section 4.1.1.

Exemples:

Le cas Binomial

Si $n = 60$ éléments ont été examinés et que $c = 2$ de ces 60 éléments ont été jugés non conformes, alors le pourcentage estimé d'éléments non conformes dans le lot est de $2/60 = 3,33\%$ et, avec un niveau de confiance de 95 pour cent, le niveau de non-conformité dans le lot se situe entre 0,41 pour cent et 11,53 pour cent.

Le cas Poisson

Si 60 éléments ont été examinés et que cinq défauts ont été constatés, avec la possibilité de plusieurs défauts sur un même élément, alors, avec un degré de confiance de 95 pour cent, le nombre de défauts dans le lot se situe entre 1,62 et 11,67. De manière équivalente, ces chiffres pourraient être exprimés sous forme de taux de défauts de $1,62 * 100 / 60 = 2,7$ à $11,67 * 100 / 60 = 19,45$ défauts pour 100 éléments.

Exemple: Contrôle de matières étrangères

On soupçonne qu'un lot est contaminé par des matières étrangères, mais que cette contamination n'est pas considérée comme un problème de sécurité sanitaire des aliments. Toutefois, on sait que le client visé n'acceptera pas un produit dans lequel des matières étrangères ont été trouvées, de sorte qu'il convient d'utiliser un plan d'échantillonnage à critère d'acceptation zéro (ZAN).

Puisque la contamination ne constitue pas un problème de sécurité sanitaire des aliments, il a été décidé de concevoir un plan basé sur un risque du consommateur (CR) de 5 pour cent, à un niveau de qualité du risque du consommateur (CRQ) de 3 pour cent.

Le nombre d'échantillons n peut être calculé directement à l'aide de la formule figurant à la section 2.5.1:

$$RC = (1 - CRQ)^n \text{ ou bien } \log(CR) / \log(1 - CRQ)$$

En utilisant notre deuxième formule:

$$n = \frac{\log (CR)}{\log (1 - CRQ)} = \frac{\log (0,05)}{\log (0,97)} = \frac{-2,9957}{-0,0305} = 98$$

Par conséquent, le lot est accepté à condition qu'aucun des 98 échantillons contrôlés ne contienne de contamination par des matières étrangères. Dans la pratique, on peut utiliser $n=100$ pour des raisons de simplicité.

3.1.2.1. Plans d'échantillonnage ($n=1, c=0$)

Ces plans d'échantillonnage, souvent utilisés en classant les données de variables comme attributs, sont couramment utilisés pour le contrôle des contaminants et plus largement, avec ou sans prise en compte de l'incertitude de mesure (IM).

Pour les contaminants, ces plans reposent sur une hypothèse d'homogénéité et, éventuellement, sur les écarts généralement importants entre les limites de décision utilisées et les niveaux de sécurité sanitaire des aliments, de sorte qu'il n'est pas forcément nécessaire de tenir compte de l'incertitude de mesure. Cependant, le risque d'accepter à tort un lot non conforme si celui-ci n'était pas homogène est considérable.

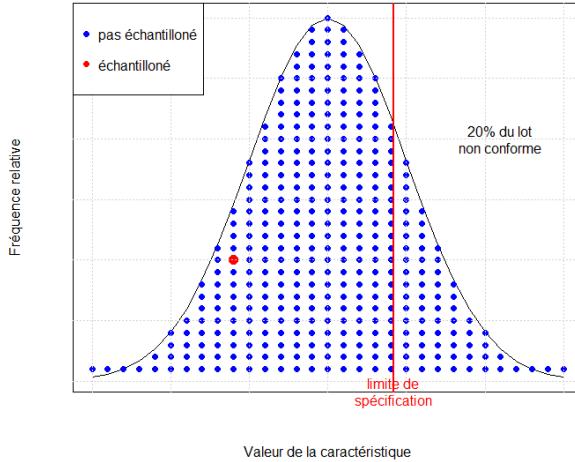
Pour d'autres caractéristiques ($n = 1, c = 0$), des plans sont souvent utilisés, mais ils peuvent ne pas offrir le niveau de garantie souhaité aux consommateurs. Cela pourrait être dû à

- tenter de minimiser le coût des tests
- ignorer les principes d'échantillonnage
- effectuer un contrôle ponctuel de la conformité du lot, ce qui est potentiellement injuste pour les producteurs, sans aucune intention de protéger le risque du consommateur; cette pratique conduit souvent à

des plaintes, car il existe une perception répandue selon laquelle si des éléments/échantillons non conformes sont trouvés lors du contrôle, alors l'ensemble du lot est non conforme.

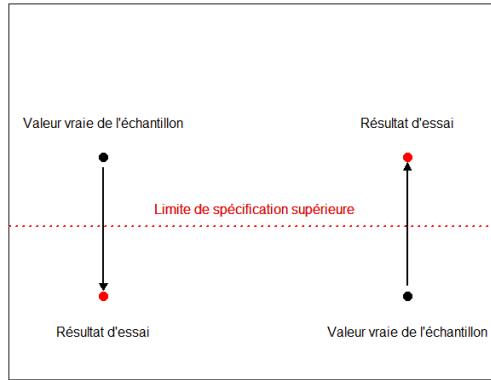
Le problème fondamental des plans ($n=1, c=0$) est que les décisions d'acceptation ou de rejet ne sont pas nécessairement liées à la qualité des lots (voir CXG 50-2004, section 2.2). Les diagrammes suivants illustrent les risques potentiels liés à l'utilisation de plans d'échantillonnage ($n=1, c=0$). Le premier graphique illustre le risque de prendre une décision erronée en raison d'une erreur d'échantillonnage. Lorsque 20 pour cent du lot est non conforme, la probabilité de ne pas trouver d'échantillon non conforme est de 80 pour cent si un seul échantillon est prélevé, en supposant que l'incertitude de mesure soit négligeable.

Figure 8 Risque dû à l'incertitude d'échantillonnage dans les plans n=1



Le deuxième graphique montre le risque de prendre une décision incorrecte en raison de l'incertitude de mesure analytique.

Figure 9 Risque dû à l'incertitude de mesure dans les plans n=1



Les plans ($n=1, c=0$) ont été étendus pour inclure une allocation pour MU [Voir CXG 54-2004 Figure 1 où les intervalles d'incertitude MU sont inclus pour montrer le processus de décision.].

Ces plans ne peuvent toutefois pas être simplement étendus au contrôle des lots en incluant des éléments d'échantillonnage dans l'unité de mesure tout en permettant de contrôler les PR et les CR à des niveaux spécifiés. De plus, étant donné qu'un seul résultat est une estimation de la moyenne d'un lot, cet ajustement revient à évaluer la conformité du niveau moyen du lot en le comparant à une limite maximale ou minimale pour

l'ensemble de la distribution. Cette comparaison reste inappropriée, indépendamment de ce que l'incertitude d'échantillonnage soit prise en compte ou non.

Parfois, des bandes de garde sont appliquées, mais leur utilisation peut être injuste pour les producteurs.

Si la caractéristique est une proportion de composition, alors à condition que l'incertitude de mesure soit négligeable, il est possible de concevoir un plan d'échantillonnage qui peut contrôler les risques du producteur et du consommateur, mais qui ne nécessite qu'un seul test d'un échantillon composite à effectuer.

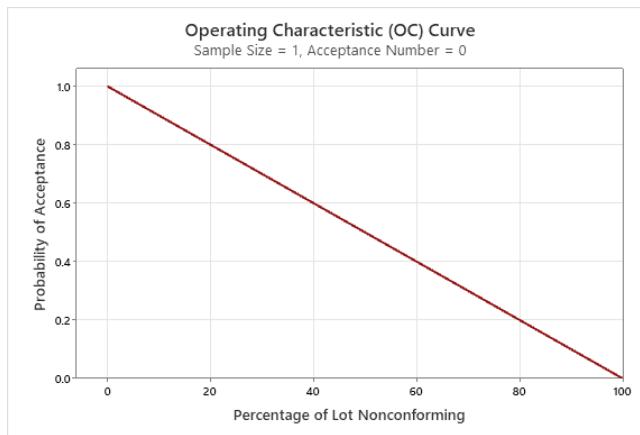
Reportez-vous à l'exemple de la section 3.3.2.

La section 5.5 traite des plans d'échantillonnage bayésiens qui permettent de concevoir des plans contrôlant les risques du producteur et du consommateur tout en ne nécessitant que des échantillons de petite taille.

Plan d'échantillonnage ($n = 1, c = 0$) avec courbe d'efficacité

La courbe d'efficacité idéale, c'est-à-dire où l'incertitude de mesure analytique est négligeable, est présentée ci-dessous pour ce plan. Elle indique essentiellement qu'au cas où un pourcentage P du produit dans un lot est non conforme, alors la probabilité d'acceptation, $p. acc = 1 - P$.

Figure 10 Courbe OC pour le plan ($n=1, c=0$), MU négligeable



Operating Characteristic (OC) Curve = Courbe d'efficacité (Courbe OC)

Sample size = Taille de l'échantillon

Acceptance number = Critère d'acceptation

Probability of acceptance = Probabilité d'acceptation

Percentage of Lot Nonconforming = Pourcentage de non conformité dans le lot

Ceci, ainsi que les points précédents, montrent qu'il existe un risque élevé d'une évaluation erronée d'un lot en utilisant ces plans, et même en utilisant tout autre plan basé sur un petit nombre d'échantillons. Cela suggère qu'un échantillonnage de confirmation et des tests utilisant un plan d'échantillonnage plus discriminatoire devraient être effectués avant d'entamer un cas de litige.

3.1.3 Exemple: Plans par attributs basés sur un NQA de 6,5%

La norme CXS 3-1981 pour le saumon en conserve comprend trois dispositions basées sur l'échantillonnage qui doivent être respectées pour l'acceptation d'un lot.

La section 8 définit les unités d'échantillonnage défectueuses (boîtes) en termes de matières étrangères, d'odeur et de saveur, de texture, de décoloration dépassant 5 pour cent du contenu net et de matières indésirables.

Un lot est accepté au cas où:

1. le nombre total de produits défectueux classés conformément à la section 8 ne dépasse pas le critère d'acceptation (c) d'un plan d'échantillonnage approprié avec un NQA de 6,5 pour cent;

2. le nombre total d'unités d'échantillonnage ne répondant pas à la forme de présentation définie à l'article 2.3 ne dépasse pas le critère d'acceptation (c) d'un plan d'échantillonnage approprié avec un NQA de 6,5 pour cent;

3. le poids net moyen et le poids égoutté moyen, le cas échéant, de toutes les unités d'échantillonnage examinées ne sont pas inférieurs au poids déclaré ou au poids égoutté, selon le cas, et à condition qu'il n'y ait pas de manque déraisonnable d'éléments dans aucun récipient individuel.

Dans cette norme, la section 7.1 contient les informations suivantes:

ÉCHANTILLONNAGE

- (i) L'échantillonnage des lots pour l'examen du produit final, tel que prescrit à la section 3.3, doit être effectué conformément à un plan d'échantillonnage approprié avec un NQA de 6,5 pour cent.
- (ii) L'échantillonnage des lots pour l'examen du poids net doit être effectué conformément à un plan d'échantillonnage approprié répondant aux critères établis par la Commission du Codex Alimentarius.

Les options suivantes pour les plans d'échantillonnage sont tirées de la norme ISO2859-21999, CXG 50-2004 Annexe II PLANS DE CONTRÔLE ISO INDEXÉS PAR RISQUE DU PRODUCTEUR de la norme ISO 2859-1 Plans indexés par NQA

En utilisant le tableau, pour un lot de taille $N = 500$ canettes, un échantillon de $n = 50$ canettes serait requis au niveau de contrôle normal, le lot étant rejeté si plus de sept de ces canettes étaient non conformes, c'est-à-dire si elles contenaient des matières étrangères, des matières indésirables, une odeur ou une saveur atypique, une texture anormale ou une décoloration dépassant 5 pour cent du contenu net.

Vraisemblablement, dans ce plan, chacune des 50 canettes est examinée pour chacun des défauts répertoriés, une canette étant classée comme non conforme si le critère n'est pas respecté pour l'un d'entre eux.

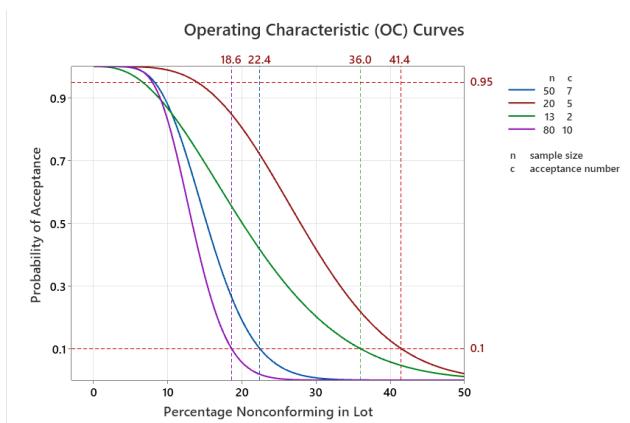
Le niveau de risque du consommateur (CRQ) pour ce plan ($n = 50, c = 7$) est de 22,4 pour cent, ce qui signifie qu'il y a 10 pour cent de risque d'accepter un lot dont 22,4 pour cent des canettes sont non conformes. Il convient de déterminer si ce niveau de risque est acceptable avant d'utiliser ce plan.

Ce nombre d'échantillons pourrait être considéré comme excessif, notamment en termes de taille globale du lot, bien que, comme indiqué dans les directives CXG 50, la fraction d'échantillonnage ne joue pas de rôle dans la conception des plans d'échantillonnage, sauf peut-être pour des lots assez petits.

Si l'on décidait d'utiliser le plan de contrôle réduit ($n = 20, c = 5$), le niveau de qualité du risque du consommateur augmenterait à CRQ = 41,4 %. Si la relation entre la taille de l'échantillon et la taille du lot était ignorée et si le plan ($n = 13, c = 2$) était appliqué, le CRQ augmenterait à 36 pour cent. D'autre part, si le plan ($n = 80, c = 10$) était utilisé, le niveau de quantité de risque du consommateur CRQ diminuerait à 18,6 pour cent.

Les courbes d'efficacité pour les quatre options sont les suivantes:

Figure 11 Courbes d'efficacité pour les plans par attributs ISO



Operating Characteristic (OC) Curves = Courbes d'efficacité (Courbes OC)

Probability of acceptance = Probabilité d'acceptation

Sample size = Taille de l'échantillon

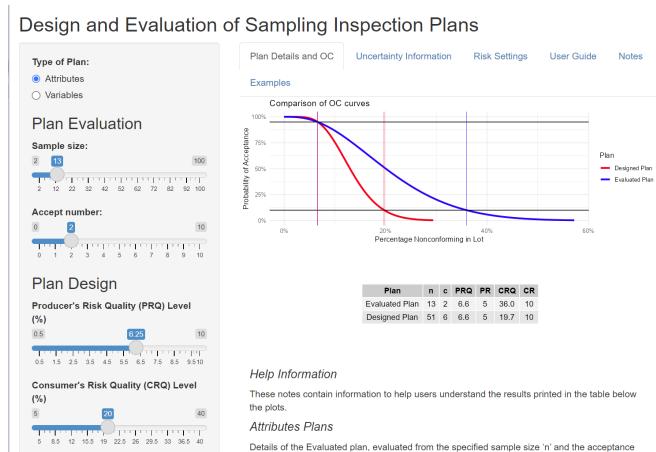
Acceptance number = Critère d'acceptation

Percentage of Nonconforming in Lot = Pourcentage de non-conformité dans le lot

Extension

Supposons que nous souhaitions modifier ce plan afin d'offrir aux consommateurs une meilleure garantie contre l'acceptation de lots contenant des niveaux élevés de produits non conformes, et que nous soyons satisfaits de maintenir le niveau de PRQ à 6,5 pour cent tout en fixant le CRQ à 20 pour cent. Cette opération est facilement réalisable grâce à l'application qui indique que le plan requis est ($n = 50$, $c = 6$). Le résultat de l'application est présenté ci-dessous. Notez que, contrairement aux tables ISO, le plan ne dépend pas de la taille du lot.

Figure 12 Courbe d'efficacité pour un plan modifié basé sur le plan ISO



Design and Evaluation of Sampling Inspection Plans = Conception et évaluation des plans de contrôle par échantillonnage

Type of Plan = Type du Plan

Attributes = aux attributs

Variables = aux mesures

Plan Evaluation = Plan d'évaluation

Sample size = Taille de l'échantillon

Accept number = Critère d'acceptation

Plan Design = Plan de conception

Producer's Risk Quality (PRQ) Level (%) = Niveau de la qualité du risque du producteur (PRQ) (%)

Consumer's Risk Quality (CRQ) Level (%) = Niveau de la qualité du risque du consommateur (CRQ) (%)

Plan details and OC = Détails du plan et OC

Uncertainty information = Information sur l'incertitude

Risk settings = Réglage des risques

User guide; Notes; Examples = Guide d'utilisateur; Notes; Exemples

Comparison of OC Curves = Comparaison des courbes d'efficacité

Probability of Acceptance = Probabilité d'acceptation

Plan; Designed Plan; Evaluated Plan = Plan; Plan conçu; 'Plan évalué

Percentage Nonconforming in Lot = Pourcentage de non conformité dans le lot

Help information; These notes contain information to help users understand the results printed in the table below the plots = Informations de support; Ces notes contiennent des informations pour aider l'utilisateur à comprendre les résultats imprimés dans le tableau sous les graphiques.

Attributes Plans; Details of the evaluated plan, evaluated from the specified sample size 'n' and the acceptance number = Plans aux attributs; Détails du plan évalué à partir de la taille spécifique de l'échantillon "n" et du critère d'acceptation

3.2 Exemples pour des plans aux mesures

3.2.1 Exemple: Plan aux mesures avec une incertitude de mesure (MU) négligeable

Matières grasses dans le lait entier en poudre

Les exemples pour des plans aux mesures s'appuient sur la disposition relative à la teneur en matières grasses du lait entier en poudre de la norme Codex CXS 207-1999. Cette disposition stipule que la teneur en matières grasses du lait doit être supérieure à 26 pour cent.

Conformément à la norme du Codex CXS 234, la méthode d'analyse de la matière grasse dans le lait entier en poudre est la méthode Röse-Gottlieb (ISO 23318/FIL 249). Cette méthode présente les données de précision suivantes:

La limite de répétabilité est de 0,2 % (0,2 point de pourcentage).
 La limite de reproductibilité est de 0,3 % (0,3 point de pourcentage).

À l'aide de ces valeurs, l'écart-type de répétabilité est calculé comme suit :

$$\sigma_r = 0,2 / (1,96 \cdot \sqrt{2}) = 0,2 / 2,77 = 0,072 \text{ (points de pourcentage)}$$

Avec un calcul similaire pour l'écart-type de reproductibilité :

$$\sigma_R = 0,3 / (1,96 \cdot \sqrt{2}) = 0,3 / 2,77 = 0,108 \text{ (points de pourcentage)}$$

À l'aide de ces valeurs, l'écart-type « interlaboratoire » est calculé comme suit :

$$\sigma_L = \sqrt{\sigma_R^2 - \sigma_r^2} = \sqrt{0,108^2 - 0,072^2} = 0,081 \text{ (points de pourcentage)}$$

Pour de plus amples informations sur la répétabilité et la reproductibilité, consultez les directives sur la terminologie analytique CXG 72-2009.

Étapes clés du processus de conception étape par étape

Le processus de conception implique de trouver le nombre d'échantillons n et la constante d'acceptabilité k , afin que les risques de décisions incorrectes puissent être contrôlés aux niveaux spécifiés par le risque du producteur (PR) et le risque du consommateur (CR) respectivement, à leurs niveaux de qualité PRQ et CRQ correspondants.

Dans ce contexte, la fonction d'évaluation du plan de l'application peut ne pas être pertinente, mais peut néanmoins être utile pour comparer le plan conçu avec d'autres options.

1. Données d'attributs ou de variables?

La matière grasse est une caractéristique mesurée, il s'agit donc d'un exemple de données de variables.

2. La disposition porte-t-elle sur la valeur moyenne, ou sur la distribution toute entière, c'est-à-dire sur un niveau maximal ou minimal autorisé pour la caractéristique du lot?

La disposition spécifie une limite minimale et s'applique donc à l'ensemble de la distribution - «la plupart» des produits du lot doivent être conformes.

3. La distribution de la caractéristique suit-elle une distribution normale ou une autre distribution?

Pour les besoins de cet exemple, nous supposons que le lot contient 1 000 boîtes de lait en poudre et que la teneur en matière grasse laitière des boîtes du lot est distribuée normalement. Cette hypothèse est raisonnable si les boîtes sont produites à partir de poudre issue d'un procédé de fabrication sous contrôle statistique.

4. L'incertitude de mesure est-elle négligeable ou non négligeable?

Si l'écart-type représentant la variation de la caractéristique dans le lot était $\sigma = 0,3$, alors le rapport erreur-variance serait de $(0,072/0,3)^2 = 0,058$, donc inférieur à 10 pour cent, ce qui signifie qu'il ne serait pas nécessaire de tenir compte de l'incertitude de mesure dans la conception de ce plan.

5. Spécifier la rigueur exigée du plan d'échantillonnage.

Qualité du risque du consommateur (CRQ)

Quel pourcentage de non-conformités autoriseriez-vous dans les lots que vous voudriez rejeter la plupart du temps ?

Risque du consommateur (CR):

À quelle fréquence voudriez-vous accepter de tels lots? (Normalement 10 pour cent)

Qualité du risque du producteur (PRQ)

Quel pourcentage de non-conformités autoriseriez-vous dans les lots que vous voudriez accepter la plupart du temps?

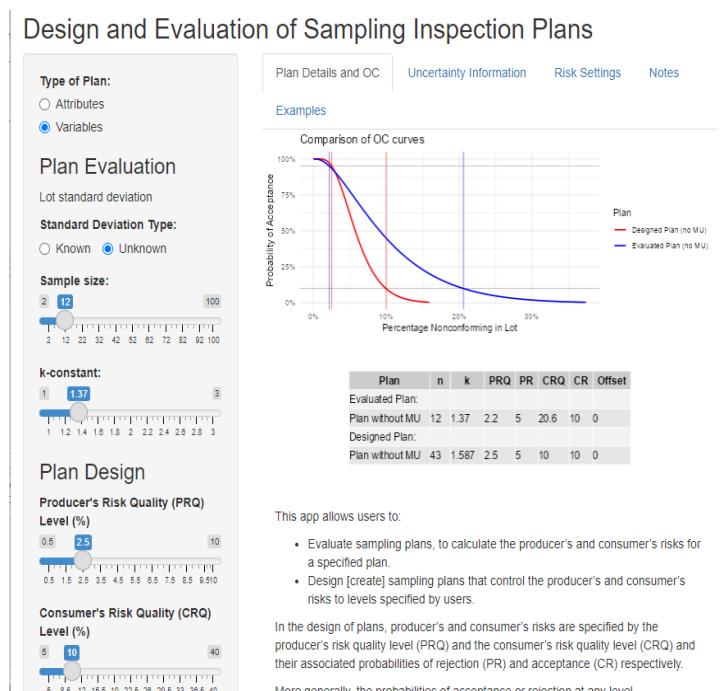
Risque du consommateur (CR):

À quelle fréquence voudriez-vous rejeter de tels lots? (Normalement 5 pour cent)

Dans cet exemple, la CRQ a été fixée à 10 pour cent et la PRQ à 2,5 pour cent, le CR et le PR restant inchangés. Cela signifie que le plan aura:

- Une probabilité de 10 pour cent d'accepter un lot dans lequel 10 pour cent du produit n'est pas conforme,
- Une probabilité de 5 pour cent de rejeter un lot dans lequel 2,5 pour cent du produit n'est pas conforme,

Figure 13 Courbe d'efficacité pour des plans aux mesures - incertitude de mesure négligeable



Design and Evaluation of Sampling Inspection Plans = Conception et évaluation des plans de contrôle par échantillonnage

Type of Plan = Type du Plan

Attributes = aux attributs

Variables = aux mesures

Plan Evaluation = Plan d'évaluation

Standard deviation type = Type de l'écart-type

known; unknown = connu; inconnu

Sample size = Taille de l'échantillon

k-constant: = constante-k:

Plan Design = Plan de conception

Producer's Risk Quality (PRQ) Level (%) = Niveau de la qualité du risque du producteur (PRQ) (%)

Consumer's Risk Quality (CRQ) Level (%) = Niveau de la qualité du risque du consommateur (CRQ) (%)

Plan details and OC = Détails du plan et OC

Uncertainty information = Information sur l'incertitude

Risk settings; Notes; Examples = Réglage des risques; Notes; Exemples

Comparison of OC Curves = Comparaison des courbes d'efficacité

Probability of Acceptance = Probabilité d'acceptation

Plan ; Designed Plan ; Evaluated Plan = Plan; Plan conçu (sans MU); Plan évalué (sans MU)

Percentage Nonconforming in Lot = Pourcentage de non conformité dans le lot

Plan; Offset = Plan; Compensation

Evaluated Plan; Plan without MU = Plan évalué ; Plan sans MU

Designed Plan; Plan without MU = Plan conçu; Plan sans MU

This App allows users to: Evaluate sampling plans to calculate producer's and consumer's risks for a specified plan = Cette application permet aux utilisateurs: d'évaluer les plans d'échantillonnage pour calculer les risques du producteur et du consommateur pour un plan spécifié

Design (create) sampling plans that control the producer's and consumer's risks to levels specified by users = de concevoir (créer) des plans d'échantillonnage qui contrôlent les risques du producteur et du consommateur à des niveaux spécifiés par les utilisateurs

In the design of plans, producer's and consumer's risks are specified by the producer's risk quality level (PRQ) and the consumer's risk quality level (CRQ) and their associated probabilities of rejection (PR) and acceptance (CR) respectively = Dans la conception des plans, les risques du producteur et du consommateur sont spécifiés par le niveau de la qualité du risque du producteur (PRQ) et le niveau de la qualité du risque du consommateur (CRQ) et leurs probabilités associées de rejet (PR) et d'acceptation (CR) respectivement.

Le plan requis pour maîtriser les risques aux niveaux spécifiés est ($n=43$, $k=1,59$), c'est-à-dire que 43 échantillons doivent être prélevés et testés dans le lot. Le lot est accepté à condition que la moyenne et l'écart-type des résultats répondent au critère d'acceptation:

$$\bar{x} - k \times s \geq 26$$

où

- \bar{x} est la moyenne des 43 résultats individuels et «s» leur écart-type,
- k est la constante d'acceptabilité, $k=1,59$ dans cet exemple.
- On suppose que les mesures sont exprimées en pourcentage, par exemple, une teneur en eau de 5 pour cent sur une base de poids/poids.

Notez que le plan ISO pour un PRQ de 2,5 pour cent pour un lot de taille $N = 1\ 000$ (code d'échantillon J, niveau de contrôle II) est ($n = 12$, $k = 1,370$) si l'écart-type du lot est connu et ($n = 46$, $k = 1,482$) s'il est inconnu. Les deux plans ont un PRQ réel d'environ 3,4 pour cent et un CRQ d'environ 11,3 pour cent.

Incertitude de mesure négligeable

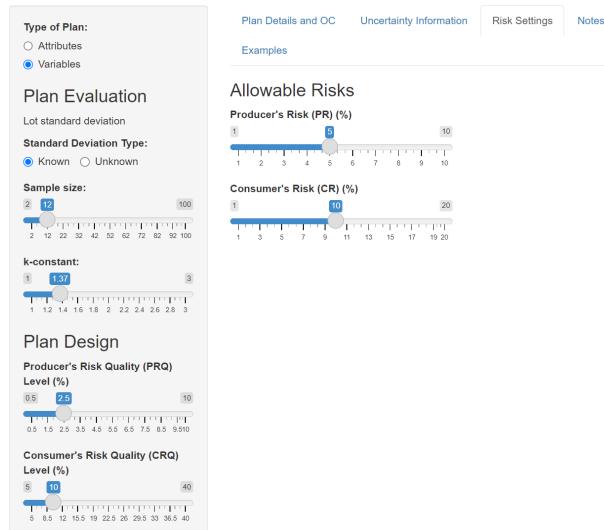
La validité de l'hypothèse d'une incertitude de mesure négligeable peut être vérifiée à l'aide de l'application, comme suit.

Étape 1

Ouvrez l'application et sélectionnez «Variables» comme type de plan.

Étape 2

Dans la section «Conception du plan» de l'onglet «Détails du plan» et «OC», définissez le niveau de qualité du risque producteur (PRQ) à 2,5 pour cent et le niveau de qualité du risque consommateur (CRQ) à 10 pour cent. Il n'est pas nécessaire de modifier les valeurs par défaut des risques producteur et consommateur, qui sont respectivement de 5 pour cent et 10 pour cent, du moins dans cet exemple.

Figure 14 Exemple de MU négligeable - définition des risques admissibles

Type of Plan = Type du Plan

Attributes = aux attributs

Variables = aux mesures

Plan Evaluation = Plan d'évaluation

Standard deviation type = Type de l'écart-type

known; unknown = connu ; inconnu

Sample size = Taille de l'échantillon

k-constant: = constante-k:

Plan Design = Plan de conception

Producer's Risk Quality (PRQ) Level (%) = Niveau de la qualité du risque du producteur (PRQ) (%)

Consumer's Risk Quality (CRQ) Level (%) = Niveau de la qualité du risque du consommateur (CRQ) (%)

Plan details and OC = Détails du plan et OC

Uncertainty information = Information sur l'incertitude

Risk settings; Notes; Examples = Réglage des risques; Notes; Exemples

Allowable Risks = Risques admissibles

Producer's Risk (PR) (%) = Risque du producteur (PR) (%)

Consumer's Risk (CR) (%) = Risque du consommateur (CR) (%)

Étape 3

Accédez à l'onglet Informations sur l'incertitude

Sélectionnez « Type d'écart-type du lot » sur « Inconnu »

Dans la même fenêtre, définissez la valeur typique de l'écart-type observé sur 0,30 à l'aide du bouton rotatif () ou en saisissant directement la valeur et l'écart-type de répétabilité sur $\sigma_r=0,07$ de la même manière.

Notez que l'application a été conçue de telle sorte que si l'écart-type du lot est connu, cette valeur est utilisée, mais si elle est inconnue, une valeur typique de l'écart-type total observé, y compris l'erreur de répétabilité, est saisie.

Figure 15 Exemple de plan aux mesures - définir les informations d'incertitude

The screenshot shows the 'Plan Details and OC' tab selected. It includes fields for 'Lot Standard Deviation Type' (radio buttons for 'Known' and 'Unknown'), 'Enter Typical Observed Standard Deviation' (text input: 0.3), 'Analytical Measurement Uncertainty' (text input: 0.07), 'Repeatability standard deviation' (text input: 0.07), and 'Between laboratory standard deviation' (text input: 0).

Plan details and OC = Détail du plan et OC

Uncertainty information; Examples = Information sur l'incertitude ; Exemples

Lot standard deviation type = Type de l'écart-type du lot

known; unknown = connu; inconnu

Enter typical observed standard deviation = Saisir l'écart-type standard observé

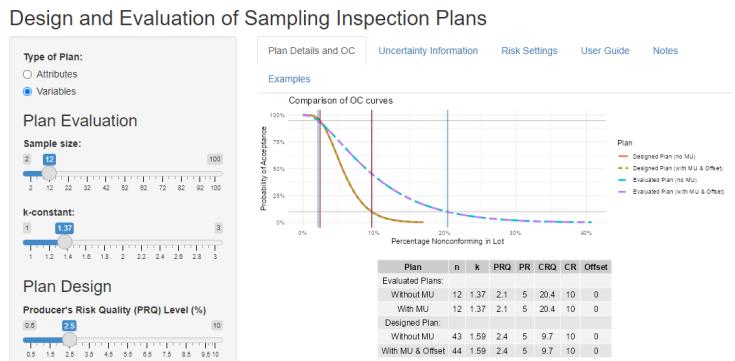
Analytical measurement uncertainty = Incertitude de mesure analytique

Repeatability standard deviation = Écart-type de répétabilité

Between laboratory standard deviation = Écart-type standard interlaboratoires

Étape 4

Retournez à l'onglet « Détails du plan et OC » pour consulter les détails du plan et la courbe OC. L'application affiche les courbes OC et les détails des plans, y compris les risques.

Figure 16 Exemple de plan aux mesures - résultat

Design and Evaluation of Sampling Inspection Plans = Conception et évaluation des plans de contrôle par échantillonnage

Type of Plan = Type du Plan

Attributes = aux attributs

Variables = aux mesures

Plan Evaluation = Plan d'évaluation

Sample size = Taille de l'échantillon

k-constant: = constante-k:

Plan Design = Plan de conception

Producer's Risk Quality (PRQ) Level (%) = Niveau de la qualité du risque du producteur (PRQ) (%)

Plan details and OC = Détails du plan et OC

Uncertainty information = Information sur l'incertitude

Risk settings = Réglage des risques

User guide; Notes; Examples = Guide d'utilisateur; Notes; Exemples

Comparison of OC Curves = Comparaison des courbes d'efficacité

Probability of Acceptance = Probabilité d'acceptation

Plan ; Designed Plan (No MU); Designed Plan (with MU and Offset) = Plan ; Plan conçu (sans MU) ; Plan conçu (avec MU et compensation)

Evaluated Plan (No MU); Evaluated Plan (with MU and Offset) = Plan évalué (sans MU); Plan évalué (avec MU et compensation)

Percentage Nonconforming in Lot = Pourcentage de non conformité dans le lot

Plan; Offset = Plan; Compensation

Evaluated plans: ; Without MU; With MU = Plans évalués: ; Sans MU; Avec MU

Designed Plan: ; Without MU; With MU and Offset = Plan conçu: ; Sans MU; Avec MU et Compensation

La dernière ligne du tableau montre que le plan conçu avec les risques spécifiés, compte tenu de l'incertitude de mesure spécifiée ($n = 44$, $k = 1,59$), est identique au plan sans incertitude de mesure indiqué à la ligne précédente. Ce résultat diffère légèrement du plan évalué avec les mêmes valeurs n et k , en raison de l'arrondi de la valeur k dans l'application.

Notez également que, bien qu'inférieur à 10 pour cent, le taux de variance d'erreur de 0,058 signifie que l'on s'attendrait à ce que le nombre d'échantillons augmente de 43 à $43 \times (1 + 0,058) = 45,5$, ce qui, une fois arrondi, donne $n = 46$. Cependant, pour le cas où l'écart-type du lot est inconnu, l'ajustement de Hahn (CXG 50 section 5.2.7) a été appliqué, ce qui signifie que, bien qu'il faille tenir compte de l'écart-type inconnu, il n'est pas nécessaire d'ajuster l'écart-type du lot pour tenir compte de l'incertitude de mesure. Quoi qu'il en soit, il y a peu de différence entre les plans en termes de nombre d'échantillons ou de risques et le plan «sans erreur» peut être utilisé.

Le lot est accepté à condition que la moyenne et l'écart-type des résultats répondent au critère d'acceptation.

$$\bar{x} - 1,59 \times s \geq 26$$

où

- \bar{x} est la moyenne des 43 résultats individuels et «s» leur écart-type.
- On suppose que les mesures sont exprimées en pourcentages, par exemple un taux de graisse de 26,5 pour cent sur une base poids/poids.

Bien que cela ne soit pas nécessaire dans cet exemple, les calculs supposent que l'ajustement de Hahn a été appliqué à l'écart-type total observé, calculé à partir des données de contrôle. L'écart-type ajusté peut être calculé à l'aide de la formule suivante:

$$s_{adj}^2 = s_{obs}^2 - \sigma_r^2$$

à condition que le côté droit soit supérieur à zéro, sinon la valeur de l'écart-type ajusté est considérée comme zéro.

3.2.2 Exemple: Plan aux mesures avec une incertitude de mesure non négligeable, sans biais

On suppose que les risques spécifiés pour le producteur et le consommateur sont fixés aux mêmes niveaux et que la composante interlaboratoire de l'incertitude de mesure analytique est négligeable. Cependant, dans cet exemple, l'écart-type du lot est supposé connu.

Si l'écart-type du lot était $\sigma = 0,2$, le rapport erreur-variance est $(0,072/0,2)^2 = 0,13$ et, étant supérieur à 10 pour cent, il suggère que pour tenir compte de l'incertitude de mesure, le nombre d'échantillons devrait être augmenté à $19 \times (1+0,13) = 21,5 = 22$ après arrondi.

L'application est utilisée de la même manière que dans l'exemple ci-dessus, sauf que la catégorie de l'écart-type du lot est défini comme connu (et évidemment, une valeur différente de l'écart-type du lot est saisie).

Figure 17 Exemple de plan aux mesures - MU non négligeable

Plan Details and OC Uncertainty Information

Lot Standard Deviation Type:
 Known Unknown

Enter Known Lot Standard Deviation:

Analytical Measurement Uncertainty

Repeatability standard deviation:

Between laboratory standard deviation:

Plan details and OC = Détails du plan et OC

Uncertainty information; Examples = Information sur l'incertitude; Exemples

Lot standard deviation type = Type de l'écart-type du lot

known; unknown = connu; inconnu

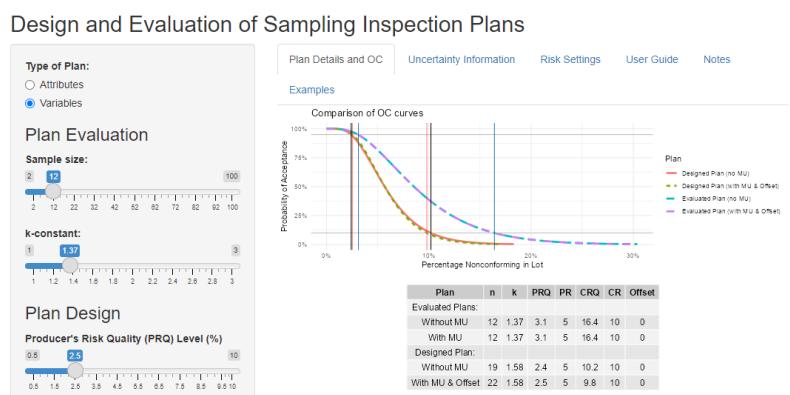
Enter known lot standard deviation = Saisir l'écart-type connu du lot

Analytical measurement uncertainty = Incertitude de mesure analytique

Repeatability standard deviation = Écart-type de répétabilité

Between laboratory standard deviation = Écart-type standard interlaboratoires

La dernière ligne du tableau sous les courbes OC confirme le calcul ci-dessus, à savoir qu'il y a une augmentation modeste de la taille de l'échantillon à $n = 22$.

Figure 18 Conception de plans aux mesures - MU non négligeable

Alternativement, dans le cas d'un écart-type connu, ou si le rapport de variance d'erreur y est connu, par exemple à partir d'une étude d'erreur de mesure, si l'écart-type du lot est inconnu, la constante d'acceptabilité k peut être réduite pour compenser l'augmentation de la variabilité sans qu'il soit nécessaire d'augmenter la taille de l'échantillon.

$$k^* = k / \sqrt{1 + \gamma}$$

où

k est la constante d'acceptabilité du plan original,

k^* est la constante d'acceptabilité du plan modifié.

Supposons que le plan d'échantillonnage aux mesures ($n=23$, $k=1,19$) soit utilisé pour évaluer la conformité d'une caractéristique particulière ayant une limite supérieure de $U = 10$ et que nous ayons obtenu les résultats d'essai suivants:

9.92, 9.85, 10, 9.62, 9.94, 10.02, 9.87, 9.8, 9.87, 9.95, 10.05, 10.03, 9.57, 9.83, 9.93, 9.93, 9.89, 9.79, 9.97, 9.96, 9.92, 9.83, 10.05

Une étude de mesure antérieure a montré que le rapport erreur-variance, c'est-à-dire le rapport entre la variance de la répétabilité et la variance de l'écart-type du lot, est de 0,25. Rappelons que les directives CXG 50-2004 indiquent que la variance est le carré de l'écart-type.

Si l'évaluation de la conformité se déroule de la manière habituelle, la valeur moyenne des résultats est $m=9,90$, l'écart-type $s = 0,12$, de sorte que le critère d'acceptation a une valeur de $9,90 + 1,19 \cdot 0,12 = 10,04$, et le lot ne doit pas être accepté.

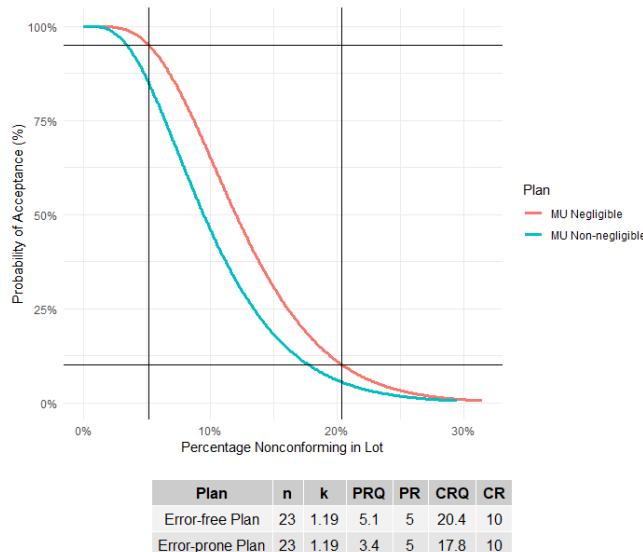
Cependant, il est possible que ce soit l'incertitude de mesure qui ait entraîné l'échec du contrôle du lot. L'ajustement de Hahn peut être appliqué pour ajuster l'écart-type observé pour l'incertitude de mesure en utilisant l'écart-type de répétabilité connu à partir de la validation de la méthode. Supposons que l'écart-type de répétabilité est $\sigma_e = 0,10$, l'écart-type ajusté observé de s_{adj} est calculé par la formule:

$$s_{adj}^2 = s_{obs}^2 - s_e^2 = 0,12^2 - 0,10^2 = 0,0044$$

de sorte que l'écart-type ajusté $s_{adj} = 0,066$ et la valeur actualisée du critère d'acceptation est de $9,90 + 1,19 \cdot 0,066 = 9,98$ et le lot peut être accepté.

Les courbes d'efficacité (OC) ci-dessous montrent que la probabilité d'acceptation pour un pourcentage donné de non conformité dans un lot sera plus faible en présence d'une incertitude de mesure de type répétabilité.

Figure 19 Courbes d'efficacité avec et sans incertitude de mesure (sans biais)



Probability of Acceptance = Probabilité d'acceptation

Plan; MU negligible; MU non-negligible = Plan; MU négligeable; MU non négligeable

Percentage Nonconforming in Lot = Pourcentage de non conformité dans le lot

Error-free Plan; Error-prone Plan = Plan sans erreur; Plan sujet à erreurs

Un autre moyen de surmonter l'incertitude de mesure non négligeable de type répétabilité est d'augmenter la taille de l'échantillon; la norme ISO3951-1:2013 propose la formule:

$$n^* = n(1 + \gamma)$$

où

n est la taille de l'échantillon pour le plan original dans lequel l'incertitude de mesure est négligeable,

n^* est la taille de l'échantillon pour le plan modifié, et

γ est le rapport erreur-variance.

Alternativement, si le rapport erreur-variance γ est connu, la constante d'acceptabilité k peut être réduite pour compenser la variabilité accrue sans qu'il soit nécessaire d'augmenter la taille de l'échantillon:

$$k^* = k / \sqrt{1 + \gamma}$$

où

k est la constante d'acceptabilité du plan initial,

k^* est la constante d'acceptabilité du plan modifié.

3.2.3 Exemple: Plan aux mesures avec une incertitude de mesure (MU) non négligeable et avec un biais du laboratoire

Dans cet exemple, on suppose que l'écart-type du lot de $\sigma = 0,2$ est connu et que la composante interlaboratoire de l'incertitude de mesure a un écart-type de $\sigma_L = 0,08$ comme dans l'exemple d'origine. (Section 3.2.1).

Figure 20 Saisie des informations d'incertitude - MU non négligeable (biais inclus)

Plan details and OC = Détails du plan et OC

Uncertainty information; Examples = Information sur l'incertitude ; Exemples

Lot standard deviation type = Type de l'écart-type du lot

known; unknown = connu; inconnu

Enter known lot standard deviation = Saisir l'écart-type connu du lot

Analytical measurement uncertainty = Incertitude de mesure analytique

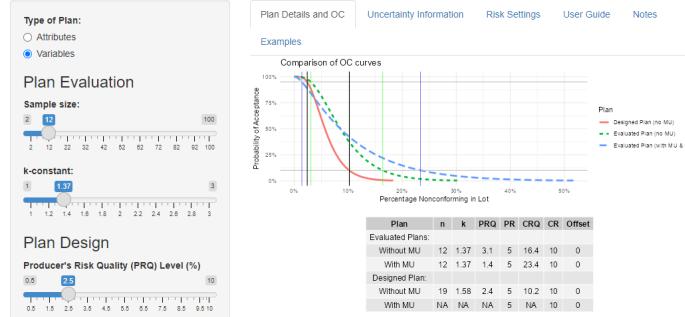
Repeatability standard deviation = Écart-type de répétabilité

Between laboratory standard deviation = Écart-type standard interlaboratoires

Les valeurs NA (non disponibles) dans la dernière ligne du tableau montrent qu'un plan permettant de contrôler les risques du producteur et du consommateur aux niveaux spécifiés ne peut être trouvé.

Figure 21 Résultat - Exemple d'une incertitude de mesure non négligeable

Design and Evaluation of Sampling Inspection Plans



Design and Evaluation of Sampling Inspection Plans = Conception et évaluation des plans de contrôle par échantillonnage

Type of Plan = Type du Plan

Attributes = aux attributs

Variables = aux mesures

Plan Evaluation = Plan d'évaluation

Sample size = Taille de l'échantillon

k-constant: = constante-k:

Plan Design = Plan de conception

Producer's Risk Quality (PRQ) Level (%) = Niveau de la qualité du risque du producteur (PRQ) (%)

Plan details and OC = Détails du plan et OC

Uncertainty information = Information sur l'incertitude

Risk settings = Réglage des risques

User guide; Notes; Examples = Guide d'utilisateur ; Notes ; Exemples

Comparison of OC Curves = Comparaison des courbes d'efficacité

Probability of Acceptance = Probabilité d'acceptation

Plan; Designed Plan (No MU) = Plan; Plan conçu (sans MU)

Evaluated Plan (No MU); Evaluated Plan (with MU and Offset) = Plan évalué (sans MU); Plan évalué (avec MU et compensation)

Percentage Nonconforming in Lot = Pourcentage de non conformité dans le lot

Plan; Offset = Plan; Compensation

Evaluated plans: ; Without MU; With MU= Plans évalués: ; Sans MU; Avec MU

Designed Plan: ; Without MU ; With MU = Plan conçu: ; Sans MU; Avec MU

Pour trouver un plan il faut introduire un "offset" (compensation)

Ouvrez la sous-fenêtre « Définir la compensation pour l'erreur systématique » et déplacez le curseur pour définir la valeur « q » jusqu'à ce qu'un plan soit trouvé. Par exemple, comme illustré ci-dessous, si le multiplicateur est défini sur $q = 0,75$, la compensation du critère d'acceptation est alors $q \cdot \sigma_L = 0,75 \cdot 0,08 = 0,06$. Ainsi, avec $n = 19$ et $k = 1,58$, le critère d'acceptation devient alors

$$\bar{x} + k \cdot \sigma + 0,06 \leq USL$$

Notez que si le niveau de qualité du risque du consommateur (CRQ) reste inchangé, la qualité du risque du producteur est considérablement réduite.

Figure 22 Détails du plan - exemple de MU non négligeable



Plan Design = Plan de conception

Producer's Risk Quality (PRQ) Level (%) = Niveau de la qualité du risque du producteur (PRQ) (%)

Consumer's Risk Quality (CRQ) Level (%) = Niveau de la qualité du risque du consommateur (CRQ) (%)

Set Offset for Systematic Error = Saisir une compensation pour des erreurs systématiques

Set Multiplier (q) = Saisir un multiplicateur (q):

Plan; Offset = Plan; Compensation

Evaluated plans: ; Without MU; With MU = Plans évalués: ; Sans MU; Avec MU

Designed Plan: ; Without MU; With MU and Offset = Plan conçu: ; Sans MU; Avec MU et compensation

Help information; These notes contain information to help users understand the results printed in the table below the plots. = Information de support; Ces notes contiennent des informations pour aider l'utilisateur à comprendre les résultats imprimés dans le tableau sous les graphiques.

Attributes Plans; Details of the evaluated plan, evaluated from the specified sample size 'n' and the acceptance number 'c' and the designed plan, based on the specified Producer's and Consumer's risks are shown. = Plans aux attributs; Les détails du plan évalué sont présentés à partir de la taille spécifique de l'échantillon "n" et du critère d'acceptation 'c' et du plan conçu, basé sur les risques spécifiques du producteur et du consommateur.

Variables plans; Details of the evaluated plan, evaluated from the specified sample size 'n' and the acceptance constant 'k' are shown. The OC curves for these plans are shown both without and with the effect of measurement uncertainty. = Plan aux mesures; Les détails du plan évalué sont présentés à partir de la taille spécifique de l'échantillon "n" et du constant d'acceptation 'k'. Pour ces plans les courbes OC sont présentées aussi bien sans et avec l'effet de l'incertitude de mesure.

Details of the Designed (plan). designed from the specified Producer's and Consumer's risks are shown. The OC = Les détails du plan conçu à partir des risques spécifiques du producteur et du consommateur sont présentés.

3.2.4 Exemple: Plans de non conformité fractionnaire

Supposons que nous ayons des mesures provenant de l'essai de 15 échantillons d'un lot pour évaluer si le lot est conforme à la limite inférieure de spécification de $L = 50$. Le processus de mesure est connu pour être normalement distribué, sans biais de laboratoire et avec un écart-type de $\sigma = 0,045$.

Les résultats suivants ont été obtenus:

50,01, 50,04, 50,07, 50,1, 50,15, 50,2, 50,29, 50,42, 50,45, 50,48, 50,55, 50,6, 50,8, 51,2, 51,3

Les valeurs de non-conformité fractionnaire pour chaque échantillon peuvent être calculées à l'aide d'Excel, en utilisant la formule:

$$fnc = NORMDIST(50, x, 0,045, TRUE)$$

où «x» représente un résultat d'essai unique. On obtient ainsi les valeurs de non conformité fractionnaire (FNC) suivantes:

0,4121, 0,187, 0,0599, 0,0131, 0,0004, 0, 0, 0, 0, 0, 0, 0, 0, 0, 0, 0, 0

La somme de ces valeurs est de 0,6725, de sorte que si la limite d'acceptation Ac était de 0,75, le lot serait accepté.

Cet exemple montre le principe du calcul, qui peut facilement être étendu pour prendre en compte des distributions de l'incertitude de mesure autres que la distribution normale.

Les courbes d'efficacité (OC) pour un plan aux mesures et pour un plan FNC, tous deux avec le même rapport erreur-variance, sont présentées ci-dessous.

Les plans de non-conformité fractionnaires sont un exemple de plans par attributs - aux mesures (attri-variables) où les mesures sont reclassées dans une autre «mesure» de conformité pour chaque échantillon, la décision d'acceptation du lot étant prise en utilisant la somme de ces nouvelles mesures.

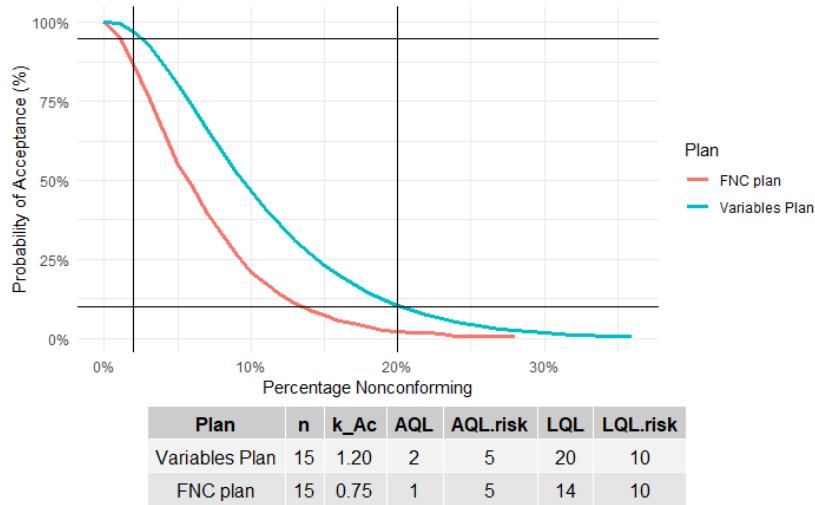
Les plans d'échantillonnage de l'ICMSF utilisés dans les évaluations microbiologiques pour les caractéristiques comptées sont un autre exemple de plans attri-variables, tout comme les plans par attributs utilisés avec des mesures classées comme réussies ou échouées par rapport à une limite.

Voir également la section 4.4.

L'application FNC utilise une procédure modifiée par rapport à celle décrite précédemment; les différences entre chaque observation et la moyenne de l'échantillon sont également prises en compte. Cette procédure est plus

rigoureuse et nécessite moins d'échantillons que la méthode non modifiée. Les deux méthodes sont décrites dans Govindaraju, K. et Jones, G. [31].

Figure 23 Plans de non-conformité fractionnaire



Probability of acceptance (%) = Probabilité d'acceptation (%)

FNC plan; Variables plan = Plan FNC; Plan aux mesures

Percentage non conforming = Pourcentage de non conformité

Plan; LQL.risk = Plan; risque LQL

Variables plan; FNC plan = Plan aux mesures; Plan FNC

3.3 Lots composés de matériaux en vrac

3.3.1 Exemple: Plans d'échantillonnage pour les aflatoxines selon Whitaker (2006) et al.

Se référer à 5.6.5 Plans d'échantillonnage des aflatoxines

Amandes décortiquées destinées à une transformation ultérieure

Supposons que la concentration moyenne d'aflatoxines dans le lot soit $C = 8 \mu\text{g/kg}$ et $ns = 20000, 20 \text{ kg} @ 1000$ fruits à coque décortiqués par kg ont été prélevés comme échantillon, puis cet échantillon a été broyé et un composite bien mélangé a été formé. Si un sous-échantillon de 50 g est prélevé et qu'une seule aliquote ($n_a=1$) est testée, l'écart-type S représentant l'incertitude du niveau moyen serait:

$$S^2 = \frac{7730 \times 5,759}{20 \times 1000} 8^{1,561} + \frac{100 \times 0,170}{50} 8^{1,646} + \frac{0,048}{1} 8^2 = 70,67$$

Avec le résultat $S = 8,41$. La première composante, qui représente la variation échantillon par échantillon, est beaucoup plus importante que les deux autres.

La limite maximale pour les fruits à coque décortiqués destinées à une transformation ultérieure est de $20 \mu\text{g/kg}$, sur la base d'un échantillon initial de 20 kg d'amandes décortiquées et d'une détermination en laboratoire.

Pour un niveau moyen de contamination de $C=8 \mu\text{g/kg}$, la variance est de $S^2 = 70,67$ et à partir de la formule ci-dessus, la valeur de k est calculée en utilisant la formule:

$$70,67 = 8 + 8 \times 8/k$$

à partir de quoi

$$k = \frac{64}{70,67 - 8} = 1,0212 \text{ et } \frac{k}{C + k} = \frac{1,0212}{8 + 1,0212} = 0,1132$$

La probabilité d'acceptation est calculée à l'aide d'Excel:

BETA.DIST($k/(C+k)$, k, maximum_Limit, TRUE) qui est équivalente à la distribution binomiale négative³.

$$\text{BETA.DIST}\left(\frac{k}{C + k}, k, \text{maximum.limit}, \text{TRUE}\right) = \text{BETA.DIST}(0,1132, 1,0212, 20, \text{TRUE}) = 0,906$$

ou 90,6 pour cent

Notez que la probabilité d'acceptation à la limite maximale C = 20µg/kg est de 0,622, ce qui montre une fois de plus que le principe des compensations a été utilisé dans la fixation des limites pour assurer la protection des consommateurs.

Les calculs des probabilités d'acceptation dans le guide «Mycotoxin S&T» semblent approximatifs, les calculs réels sont inconnus mais les différences avec les résultats calculés selon d'autres méthodes connues sont suffisamment faibles pour ne pas avoir d'importance.

Probabilités d'acceptation du maïs décortiqué ($n_s=3000$, $n_{ss}=50$, $n_a = 1$)

Concentrations (µg/g)	Variances	Guide Mycotoxine S&T (%)	Binomiale négative (R) (%)	Distribution bêta (R) (%)	Distribution bêta (Excel) (%)
0	0	100	100	100	100
5	72,76	94,07	94,29	94,29	94,29
10	148,01	84,9	85,3	85,3	85,3
20	302,74	61,53	62,23	62,23	62,23
30	461,41	38,87	39,8	39,8	39,80

3.3.2 Exemple: Plans basés sur la distribution bêta

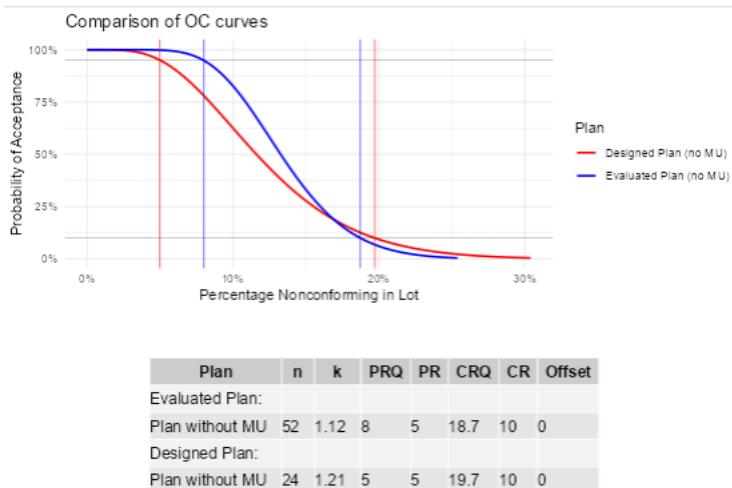
Plan pour la capsaïcine - basé sur la norme du Codex 294-2023

La norme Codex CXS 294-2023 pour le Gochujang contient une disposition pour la capsaïcine, selon laquelle les niveaux ne doivent pas être inférieurs à 10 mg/kg sur une base poids: poids (p/p) avec l'acceptation du lot décidée à l'aide d'un plan d'échantillonnage par attributs avec AQL = 6,5 %, où un récipient est classé comme non conforme si le résultat du test d'un échantillon prélevé dans ce récipient est inférieur à la limite.

Le nombre d'échantillons dépendra de la taille du lot, mais pourrait être considérable, par exemple n = 80 échantillons pour un lot de 1 000 conteneurs [emballages]. Cependant, la capsaïcine étant testée par la méthode CLHP, il n'est pas impossible de réaliser plus qu'un nombre relativement limité de tests par lot.

Comme indiqué ailleurs, l'utilisation de plans par attributs classant les mesures comme des attributs est inefficace et, pour une taille de lot de 1 000 conteneurs, le plan de variables correspondant de la norme ISO3951-1 (écart-type inconnu, incertitude de mesure négligeable) avec AQL = 6,5 % est n = 52, k = 1,120, qui a un AQL (PRQ) de 8 pour cent, avec PR = 5 %, et un LQL (CRQ) de 18,7 pour cent, avec CR = 10 %.

³ Bien que la fonction de distribution binomiale négative soit disponible dans Excel, elle ne se présente pas sous une forme adaptée à ces calculs.

Figure 24 Exemple de capsaïcine – plans ISO

Comparison of OC curves = Comparaison des courbes d'efficacité

Probability of acceptance = Probabilité d'acceptation

Plan; Designed plan (no MU); Evaluated plan (no MU) = Plan; Plan conçu (sans MU); Plan évalué (sans MU)

Percentage non conforming in Lot = Pourcentage de non-conformité dans le lot

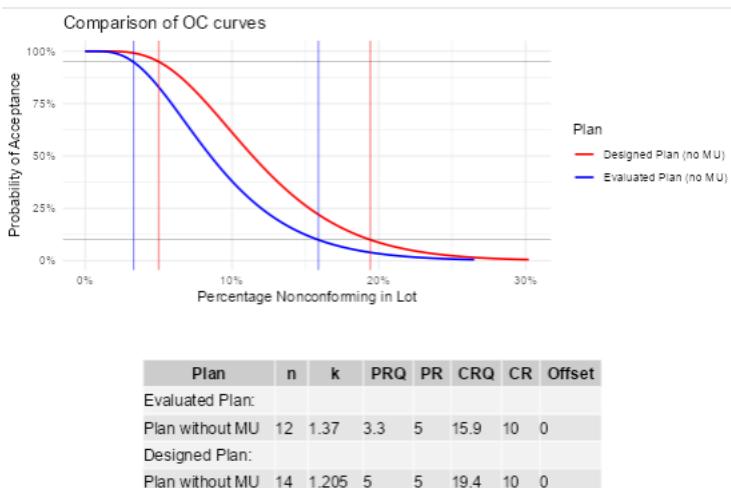
Plan; Offset = Plan; Compensation

Evaluated plan: Plan without MU = Plan évalué: Plan sans MU

Designed Plan: Plan without MU = Plan conçu: Plan sans MU

Une approche alternative consiste à considérer la conformité des niveaux de capsaïcine dans l'ensemble du lot plutôt qu'au niveau du conteneur individuel et, s'agissant d'une caractéristique mesurée, cela signifie que des plans aux mesures pourraient être utilisés.

En utilisant les mêmes risques pour le consommateur et le producteur que ceux pour les protéines et l'humidité mentionnés ci-dessus (risque pour le producteur de rejeter 5 pour cent des lots contenant 5 pour cent de produits non conformes et risque pour le consommateur de rejeter 10 pour cent des lots contenant 20 pour cent de produits non conformes), le plan aux mesures résultant est ($n = 14$, $k = 1,205$), en supposant que l'écart-type du lot est connu. Ce plan peut être modifié pour tenir compte d'une incertitude de mesure non négligeable.

Figure 25 Exemple de capsaïcine - Plan aux mesures

Comparison of OC curves = Comparaison des courbes d'efficacité

Probability of acceptance = Probabilité d'acceptation

Plan; Designed plan (no MU); Evaluated plan (no MU) = Plan; Plan conçu (sans MU); Plan évalué (sans MU)

Percentage non conforming in Lot = Pourcentage de non conformité dans le lot

Plan; Offset = Plan; Compensation

Evaluated plan: Plan without MU = Plan évalué: Plan sans MU

Designed Plan: Plan without MU = Plan conçu: Plan sans MU

De plus, la capsaïcine est une caractéristique de composition, de sorte que, si l'incertitude de mesure est négligeable, les plans basés sur la distribution bêta (voir CXG 50-2004, section 4.3.1) seraient applicables. L'utilisation de ces plans signifierait:

- (1) qu'un échantillon composite est formé à partir d'un nombre requis de sous-échantillons, ce nombre étant déterminé lors de la conception du plan sur la base des spécifications des risques admissibles.

L'acceptation du lot serait déterminée par un critère d'acceptation, comme suit:

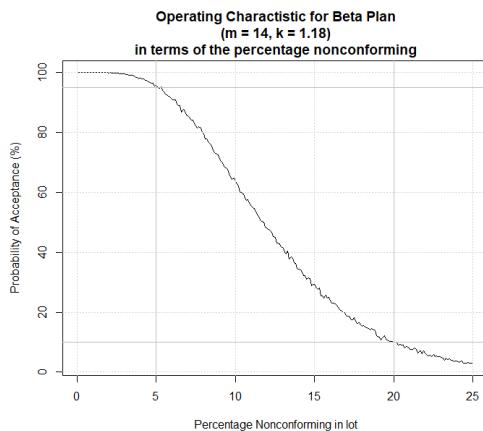
$P - k \times s \geq L$ où P est le résultat de l'essai ou le résultat moyen de l'essai et $s = \sqrt{P(1 - P)/\theta}$, L est la limite minimale (10 ppm) et k est la constante d'acceptabilité du plan.

Les données historiques doivent d'abord être analysées pour estimer le paramètre de précision θ , mais une valeur hypothétique du paramètre de précision de $\theta = 44 \times 10^6$ a été utilisée dans l'exemple suivant.

En utilisant ces mêmes risques du consommateur et du producteur, le plan résultant est ($m = 14$, $k = 1,18$), c'est-à-dire qu'un échantillon composite serait formé à partir de 14 sous-échantillons prélevés au hasard dans le lot, le composite étant testé une seule fois - le résultat du test serait alors l'estimation de « P »

La Courbe d'efficacité de ce plan est présentée ci-dessous.

Figure 26 Exemple de capsaïcine - Plan de distribution bêta



Operating Characteristic for Beta Plan in terms of the percentage non conforming = Courbe d'efficacité pour un plan bêta en termes de pourcentage de non conformité

Probability of acceptance = Probabilité d'acceptation

Percentage non conforming in Lot = Pourcentage de non conformité dans le lot

Si toutefois nous décidons que la capsaïcine est une caractéristique plus critique pour le produit, nous souhaiterons peut-être réduire le risque pour le consommateur – au lieu de diminuer les chances d'acceptation au niveau de la CRQ, nous pouvons réduire la CRQ elle-même à 10 pour cent, et également réduire la PRQ à 2,5 pour cent.

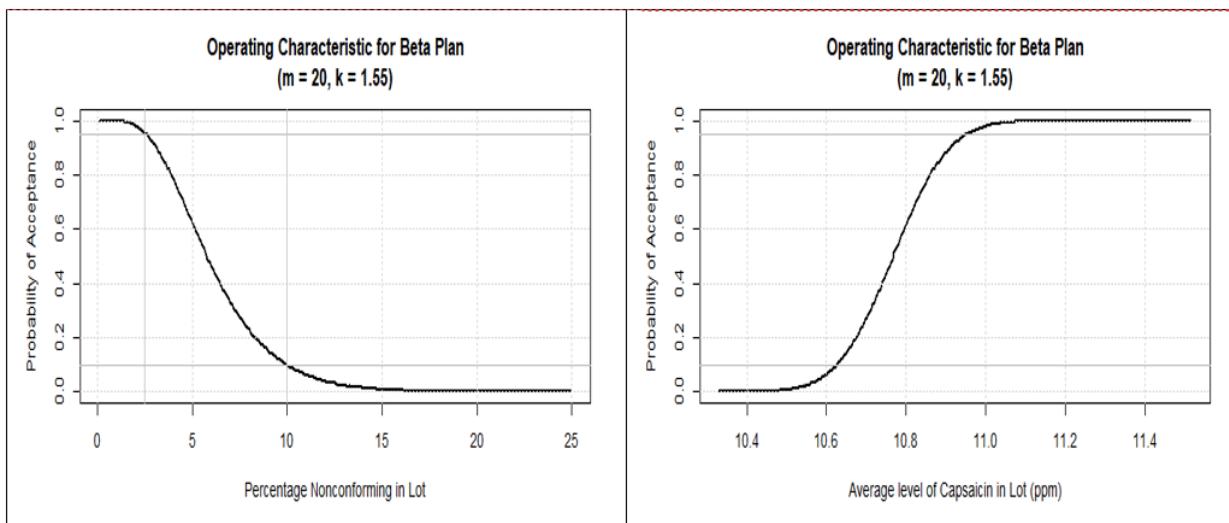
Niveau de qualité du risque du consommateur (CRQ)	
Quel pourcentage de non-conformités autoriseriez-vous dans les lots que vous voudriez rejeter la plupart du temps ?	10 %
À quelle fréquence voudriez-vous accepter de tels lots (par défaut = 10 %)?	10 %

Niveau de qualité du risque du producteur (PRQ) Quel pourcentage de non conformités devrait être présent dans les lots que vous souhaiteriez <u>accepter</u> la plupart du temps?	2,5 %
À quelle fréquence voudriez-vous <u>rejeter</u> de tels lots (par défaut = 5 %)?	5 %

Le plan d'échantillonnage correspondant est ($m=20$, $k=1,55$), c'est-à-dire qu'un échantillon composite sera formé à partir de 18 sous-échantillons prélevés aléatoirement dans le lot et le critère d'acceptation utilisera un multiplicateur de l'écart-type de $k=1,55$.

La courbe d'efficacité de ce plan est indiquée ci-dessous, en termes de pourcentage de non conformités et de teneur moyenne en capsaïcine dans un lot.

Figure 27 Courbes OC pour un plan basé sur la distribution bêta



Operating Characteristic for Beta Plan = Courbe d'efficacité pour un plan bêta

Probability of acceptance = Probabilité d'acceptation

Percentage non conforming in Lot = Pourcentage de non conformité dans le lot

Average level of Capsaicin in Lot = Niveau moyen de capsaïcine dans le lot

3.4 D'autres plans d'échantillonnage

3.4.1 Exemple: plans d'échantillonnage ISO - AQL 6,5%

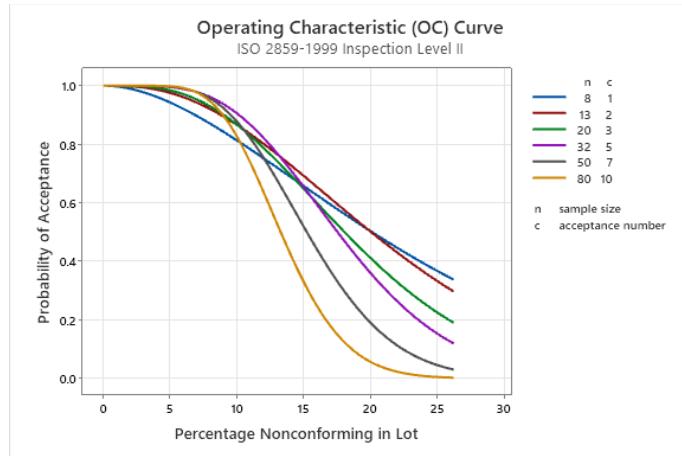
Se référer à 3.2.2 Conception des plans d'échantillonnage, Tableau: Plans par attributs de la norme ISO 2859-1 pour PRQ = 6,5 pour cent.

Plusieurs normes du Codex contiennent des plans d'échantillonnage issus de la norme ISO 2859⁴ avec un AQL de 6,5 pour cent, apparemment parce que ces plans ont été promulgués dans la norme CXS 233, désormais obsolète, intitulée *Plans d'échantillonnage Codex pour les denrées alimentaires préemballées (NQA 6,5) (CODEX STAN 233-1969)*. Bien que ces plans puissent convenir à certaines applications, les utilisateurs doivent d'abord vérifier qu'ils répondent aux attentes en matière de maîtrise des risques pour le producteur et le consommateur avant toute utilisation. Ces plans peuvent notamment présenter les problèmes suivants:

⁴ Norme internationale ISO 2859-1: Procédures d'échantillonnage pour le contrôle par attributs - Partie 1: Plans d'échantillonnage indexés par limite de qualité d'acceptation (NQA) pour le contrôle lot par lot

- Il pourrait y avoir un mauvais contrôle du risque du consommateur, qui variera en fonction de la taille du lot.
- Les plans ne doivent pas être utilisés en classant les données de variables comme des attributs, sauf en dernier recours, et ne doivent pas être utilisés dans les cas où l'incertitude de mesure n'est pas négligeable.
- Les plans ISO sont destinés à être utilisés avec des règles de commutation; sinon, il n'y aura aucune garantie contre la détérioration de la qualité, ni aucun avantage sous forme de contrôle réduit pour une bonne qualité.

Figure 28 Courbe OC des plans par attributs ISO 2859



Operating Characteristic (OC) Curve = Courbe d'efficacité (OC)

Inspection Level II = Niveau de contrôle II

Probability of acceptance = Probabilité d'acceptation

'n' sample size = 'n' taille de l'échantillon

'c' acceptance number = 'c' critère d'acceptation

Percentage non conforming in Lot = Pourcentage de non-conformité dans le lot

À partir de CXG 50 Appendice II PLANS DE CONTRÔLE ISO INDEXÉS PAR RISQUE DU PRODUCTEUR

Taille du lot (nombre d'emballage, chaque comprenant un ou plusieurs éléments)	AQL	Niveau de contrôle					
		réduit		normal		stricte	
		<i>n</i>	<i>c</i>	<i>n</i>	<i>c</i>	<i>n</i>	<i>c</i>
2–8	0,65%	8	0	8	0	8	0
	2,50%	2	0	5	0	8	0
	6,50%	2	0	2	0	3	0
9–15	0,65%	8	0	15	0	15	0
	2,50%	2	0	5	0	8	0
	6,50%	2	0	2	0	3	0
16–25	0,65%	8	0	20	0	25	0
	2,50%	2	0	5	0	8	0
	6,50%	5	1	8	1	13	1
26–50	0,65%	8	0	20	0	32	0
	2,50%	2	0	5	0	8	0
	6,50%	5	1	8	1	13	1
51–90	0,65%	8	0	20	0	32	0
	2,50%	13	1	20	1	32	1
	6,50%	5	1	13	2	13	1
91–150	0,65%	8	0	20	0	32	0
	2,50%	13	1	20	1	32	1
	6,50%	8	2	20	3	20	2
151–280	0,65%	8	0	20	0	32	0
	2,50%	13	1	32	2	32	1
	6,50%	13	3	32	5	32	3
281–500	0,65%	50	1	80	1	125	1
	2,50%	20	2	50	3	50	2
	6,50%	20	5	50	7	50	5
501–1 200	0,65%	50	1	80	1	125	1
	2,50%	32	3	80	5	80	3
	6,50%	32	6	80	10	80	8
1 201–3 200	0,65%	50	1	125	2	125	1
	2,50%	50	5	125	7	125	5
	6,50%	50	8	125	14	125	12
3 201–10 000	0,65%	80	2	200	3	200	2

Taille du lot	AQL	Niveau de contrôle					
		réduit		normal		stricte	
	2,50%	80	6	200	10	200	8
	6,50%	80	10	200	21	200	18
10 001–35 000	0,65%	125	3	315	5	315	3
	2,50%	125	8	315	14	315	12
	6,50%	80	10	200	21	200	18
35 001–150 000	0,65%	200	5	500	7	500	5
	2,50%	200	10	500	21	500	18
	6,50%	80	10	200	21	200	18
150 001–500 000	0,65%	315	6	800	10	800	8
	2,50%	200	10	500	21	500	18
	6,50%	80	10	200	21	200	18
500 001 et au-delà	0,65%	500	8	1250	14	1250	12
	2,50%	200	10	500	21	500	18
	6,50%	80	10	200	21	200	18

Niveaux de qualité des risques du producteur et du consommateur (PR = 5 %, CR = 10 %)

n	c	PRQ%	CRQ%
8	1	4,64	40,62
13	2	6,60	35,98
20	3	7,14	30,42
32	5	8,50	27,07
50	7	8,22	22,42
80	10	7,91	18,60

Conclusion

Bien que facilitant potentiellement les échanges commerciaux, les plans comportant un faible nombre d'échantillons n'offrent pas un niveau élevé de protection des consommateurs, qui varie selon la taille du lot.

Poids net

Il semble que le Codex n'ait fourni aucune directive sur les plans d'échantillonnage pour le poids net. Cependant, la nécessité de dispositions relatives au poids a peut-être été supplantée par l'introduction d'une législation sur le poids utilisant le Système de Quantité Moyenne, basé sur la Recommandation internationale R087 de l'OIML publiée par BIPM.

3.4.2 Plans ad hoc

Supposons, par exemple, que quatre à six échantillons soient prélevés, formés d'un échantillon composite et qu'un seul échantillon de laboratoire soit prélevé à partir du composite soigneusement mélangé pour l'analyse.

Il ne s'agit pas de l'approche statistique standard pour la conception des plans d'échantillonnage, car le plan n'est pas conçu à partir de spécifications de risques admissibles; par conséquent, nous devons l'évaluer pour vérifier qu'il contrôlera les risques de manière satisfaisante.

Quatre options ont été évaluées:

- (1) utilisation du résultat unique dans un plan d'échantillonnage ($n=1, c=0$) pour l'évaluation de la conformité à un niveau moyen (voir 3.4.2.1 Conformité de l'évaluation du scénario du niveau moyen),
- (2) utilisation dans un plan par attributs ($n=1, c=0$) (voir 3.4.2.2 Conformité de l'évaluation du scénario de niveau moyen),
- (3) utilisation dans un plan aux mesures (voir 3.4.2.3 Évaluation du scénario du plan aux mesures) et
- (4) utilisation dans un plan basé sur la distribution bêta si la caractéristique est une proportion de composition et que l'incertitude de mesure est négligeable (voir 3.4.2.4. Évaluation du scénario du plan de distribution bêta).

Notation:

U est la limite de spécification supérieure,

σ (sigma) la valeur connue supposée de l'écart-type du lot (plutôt qu'une estimation de σ).

Alternativement, le rapport erreur-variance doit être bien connu; dans ce cas, il fait référence au rapport entre la variance de reproductibilité et la variance du lot.

$$\text{Rapport erreur - variance} = \frac{u^2}{\sigma^2}$$

u est l'écart-type connu supposé représentant l'incertitude de mesure standard.

L'incertitude du niveau moyen \bar{x} de l'échantillon composite formé en prenant n échantillons sera σ/\sqrt{n} et la variance d'incertitude de la valeur mesurée sera $\sqrt{u^2 + \frac{\sigma^2}{n}}$

Les exemples suivants renforcent les directives de la norme ISO 2859 selon lesquelles les méthodes d'échantillonnage ad hoc ne sont pas recommandées car elles conduisent à des risques non calculés et souvent à des risques injustifiés; de plus, il n'existe aucune base logique pour l'acceptation ou le rejet du produit.

3.4.2.1 Conformité de l'évaluation du scénario du niveau moyen

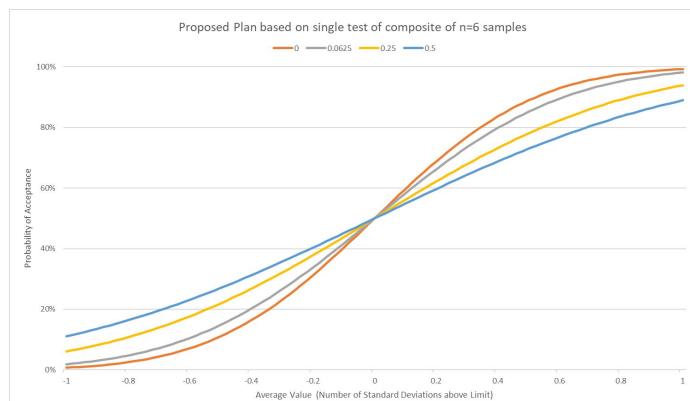
La probabilité d'acceptation, d'accepter un lot par rapport à une limite inférieure L en termes du niveau moyen réel μ dans le lot est donnée par

$$p. acc = NORMSDIST(k * sigma / SQRT(sigma^2/n + u^2))$$

En utilisant la notation de formule Excel, où :

$k * \sigma$ est la compensation par rapport à la limite

Figure 29 Courbes OC - plans ad hoc - conformité du niveau moyen



*Proposed Plan based on single test of composite of n=6 samples = Plan proposé basé sur un seul test d'un composite de n = 6 échantillons
 Probability of acceptance = Probabilité d'acceptation
 Average value (Number of standard deviations above Limit) = Valeur moyenne (Nombre d'écart types au-dessus de la limite)*

Les différentes lignes représentent les courbes OC pour différentes valeurs du rapport erreur-variance.

Conclusion

Cela montre que le plan proposé est inefficace pour évaluer la conformité d'un niveau moyen - par exemple, il existe toujours une forte probabilité d'acceptation lorsque le niveau moyen réel représente un nombre raisonnable d'écart types en dessous de la limite; par exemple, avec environ 20 pour cent de probabilité d'acceptation lorsque le niveau moyen est de 0,5 écart-type en dessous.

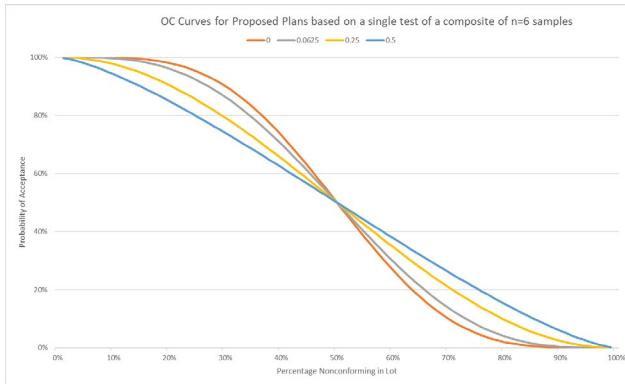
3.4.2.2. Plans par attributs

La probabilité qu'un seul résultat atteigne la limite supérieure est donnée par :

$$p.\text{acc} = \text{NORMSDIST}(NORMSINV(1 - NC) * \sigma / \sqrt{\sigma^2/n + u^2})$$

où NC est le pourcentage de non-conformité dans un lot.

Figure 30 Courbes OC - plans d'attributs ad hoc



OC Curves for Proposed Plans based on a single test of a composite of n=6 samples = Courbes OC pour des plans proposés basés sur un seul test d'un composite de n = 6 échantillons

Probability of acceptance = Probabilité d'acceptation

Percentage Nonconforming in Lot = Pourcentage de non-conformité dans le lot

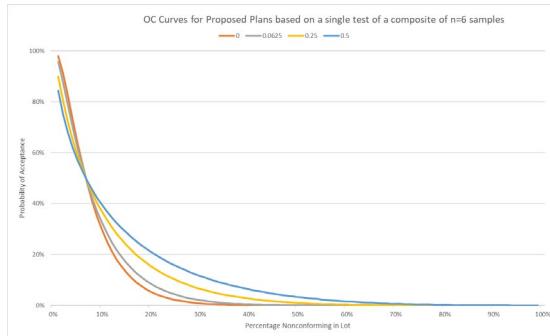
Conclusion

Ce plan semble également inefficace pour les évaluations par rapport aux limites supérieures ou inférieures; cela n'est pas surprenant puisqu'un échantillon composite représente le niveau moyen d'un lot. Il est à noter qu'un échantillon unique est également représentatif du niveau moyen d'un lot.

Voir la section 4.1.2 pour une discussion sur les plans d'échantillonnage ($n = 1, c = 0$).

3.4.2.3 Plans aux mesures

$$p.\text{acc} = \text{NORMSDIST}((NORMSINV(1 - NC) - k) * \sigma / \sqrt{\sigma^2/n + u^2})$$

Figure 31 Courbes OC - plans aux mesures ad hoc

OC Curves for Proposed Plans based on a single test of a composite of n=6 samples = Courbes OC pour des plans proposés basés sur un seul test d'un composite de n = 6 échantillons

Probability of acceptance = Probabilité d'acceptation

Percentage Nonconforming in Lot = Pourcentage de non-conformité dans le lot

Conclusion

En utilisant des plans aux mesures, on peut mieux contrôler les risques de non-conformité en faisant varier la valeur de k, la constante d'acceptabilité; le graphique montre les courbes OC pour k=1,5.

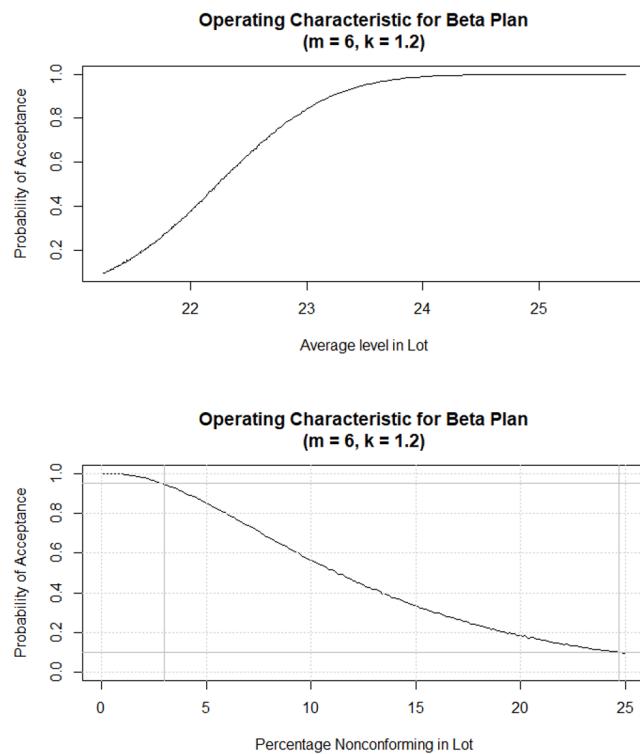
Cependant, l'utilisation par les consommateurs de valeurs k élevées pour simplifier ou réduire les coûts des tests ne semble pas être une pratique équitable, étant donné que la norme CXG 50 est destinée à s'appliquer principalement aux caractéristiques des produits telles que la composition des «défauts des produits» et devrait servir à faciliter le commerce.

3.4.2.4 Plans de distribution bêta

L'utilisation d'un échantillon composite ne permet pas l'utilisation de plans par attributs, et les plans aux mesures conventionnels ne seront pas très utiles à moins que l'on évalue la conformité par rapport à un niveau moyen (et peut-être pas utile même dans ce cas-là).

La seule solution classique possible semble être proposée par les plans basés sur la distribution bêta qui exige que la caractéristique soit une proportion compositionnelle et que l'incertitude de mesure soit négligeable.

Ces exemples sont basés sur une valeur du paramètre $\theta = 500$ et une limite minimale de $L = 20$ (certains travaux antérieurs ont montré que les valeurs θ pour les matières grasses, les protéines et l'humidité dans les poudres de lait étaient comprises entre 700 et 3 000).

Figure 32 Courbes OC pour le plan bêta ad hoc

Operating Characteristic for Beta Plan = Courbe d'efficacité pour un plan bêta

Probability of acceptance = Probabilité d'acceptation

Average level in Lot = Niveau moyen dans le lot

Percentage non conforming in Lot = Pourcentage de non conformité dans le lot

DEUXIÈME PARTIE

**Contexte des plans
d'échantillonnage**

Appendice statistique

4 Le contexte des plans d'échantillonnage pour acceptation

4.1 Plans par attributs

Les plans par attributs à deux classes sont basés sur la distribution binomiale; pour le plan (n, c), la probabilité d'acceptation est indiquée par la formule suivante:

$$\text{Probabilité d'acceptation} = \sum_{k=0}^c \binom{n}{k} p^k (1-p)^{n-k}$$

où p est le pourcentage non conforme dans le lot. Cette formule peut être utilisée pour calculer la probabilité d'acceptation pour tout niveau de non conformité p, afin de construire la courbe d'efficacité.

Cette expression peut être évaluée de manière pratique à l'aide de la fonction Excel BINOM.DIST().

Exemple: la probabilité d'accepter un lot dans lequel p= 10 % des éléments sont non conformes, en utilisant le plan d'échantillonnage (n=10, c=1) est indiquée par

$$\text{BINOM.DIST}(1,10,0,1,\text{TRUE}) = 0,736$$

ou bien par la formule:

$$p_{acc} = \binom{10}{0} 0,9^{10} + \binom{10}{1} 0,9^9 \times 0,1 = 0,9^{10} + 10 \times 0,9^9 \times 0,1 = 0,736$$

Cependant, si le niveau non conforme varie d'un lot à l'autre, cette courbe d'efficacité OC ne reflétera pas correctement la probabilité d'acceptation à long terme de ce plan; une solution proposée par Calvin [14] consiste à décrire la variation du niveau conforme par une distribution bêta, auquel cas la probabilité d'acceptation à long terme sera indiquée par une distribution Polya.

En général, si les risques du consommateur et du producteur sont spécifiés dans la conception du plan, comme cela pourrait être le cas pour des caractéristiques de sécurité sanitaire non alimentaires telles que les défauts de produits, il est peu probable que les critères d'acceptation, les valeurs c, soient égaux à zéro. Il convient de noter que des échantillons de taille relativement importante (et des critères d'acceptation élevés) peuvent être nécessaires pour les plans dont le rapport d'efficacité (CRQ/PRQ) est faible.

La section 2.4.2 comprend un fichier Excel qui permet de calculer les intervalles de confiance à 95 pour cent pour le pourcentage de non-conformité ou le nombre de défauts dans un lot lorsque des éléments non conformes ont été trouvés dans l'échantillon.

La limite de confiance inférieure à 95 pour cent (LCL) pour la proportion d'éléments non conformes dans le lot peut être calculée à l'aide de la formule Excel:

$$\text{LCL} = \text{BETAINV}(0,025, x, n-x+1),$$

et la limite de confiance supérieure à 95 pour cent à l'aide de la formule:

$$\text{UCL} = \text{BETAINV}(0,975, x+1, n-x)$$

où x est le nombre d'éléments non conformes observés dans l'échantillon et n est la taille totale de l'échantillon.

De même, la limite de confiance inférieure à 95 pour cent (LCL) pour le nombre de défauts dans le lot peut être calculée à l'aide de la formule:

$$\text{LCL} = 2 * \text{GAMMA.INV}(0,025, x, 0,5),$$

et l'intervalle de confiance supérieur à 95 pour cent à l'aide de la formule:

$$\text{UCL} = 2 * \text{GAMMA.INV}(0,975, x+1, 0,5)$$

4.2 Plans aux mesures

Dans le cas des plans aux mesures, une fois que PR, CR, PRQ et CRQ ont été spécifiés, la taille de l'échantillon n et le critère d'acceptation k peuvent être calculés, comme suit:

$$k = \frac{z_{1-RP} \cdot z_{1-CRC} - z_{1-CRP} \cdot z_{RC}}{z_{1-RP} - z_{RC}}$$

où $0 < p < 1$, z_p désigne le quantile unilatéral d'une distribution normale standard, c'est-à-dire

$$\mathcal{P}(X \leq z_p) = p$$

pour

$$X \sim \mathcal{N}(0,1)$$

Dans Excel, ces quantiles peuvent être calculés au moyen de la fonction NORM.S.INV(p).

Dans le cas où l'écart-type du lot est connu (méthode σ), la taille de l'échantillon peut être déterminée comme suit:

$$n = \left(\frac{z_{RC} - z_{1-RP}}{z_{1-CRC} - z_{1-CRP}} \right)^2$$

Dans le cas où l'écart-type du lot n'est pas connu (méthode s), l'expression ci-dessus pour n doit être multipliée par le facteur $1 + \frac{k^2}{2}$.

La dérivation de ce concept est très instructive et figure à la Section 5.1.2.

4.2.1 La base pour les calculs dans l'App1

Premièrement, lorsque l'incertitude de mesure est négligeable, les probabilités d'acceptation des plans d'échantillonnage aux mesures peuvent être calculées à l'aide des formules ci-dessus, présentées en termes de fonctions Excel comme suit:

Écart-type connu «sigma»

$$Prob. acc = NORMSDIST((NORMSINV(1 - theta) - k) * SQRT(n), TRUE)$$

Écart-type inconnu (sigma inconnu, estimé à partir des données de contrôle):

$$Prob. acc = NORMDIST((NORMSINV(1 - theta) - k) * SQRT(n) / SQRT(1 + k * k/2))$$

où

n est le nombre d'échantillons,

k est la constante d'acceptabilité,

θ est le niveau de non-conformité du lot auquel la probabilité d'acceptation doit être calculée,

NORMSDIST() est la fonction de distribution normale standard cumulative et

NORMSINV() est l'inverse de la fonction de distribution normale standard.

Il n'existe pas de solution exacte lorsque l'écart-type entre laboratoires est non négligeable; il faut donc recourir à une approximation. Wetherill [29] utilise la méthode suivante, basée sur une approximation normale, pour le cas d'incertitude de mesure négligeable.

$$p_{acc} = pr(\bar{x} + k \cdot s \leq U) = pr(\bar{x} + k \cdot s - \mu - k \cdot \sigma \leq U - \mu - k \cdot \sigma)$$

où k est la constante d'acceptabilité, U la limite supérieure de spécification et σ l'écart-type du lot

Effectuer la substitution pour $U - \mu = \sigma \cdot NORMSINV(1 - \theta)$, et normaliser à une variable aléatoire normale standard $Z \sim \mathcal{N}(0,1)$ en utilisant les approximations normales bien connues pour la valeur attendue et l'écart-type (incertitude) d'un écart-type:

$$E(s) = \sigma \text{ et } \text{var}(s) = \frac{\sigma^2}{2(n-1)} \approx \frac{\sigma^2}{2n}$$

nous obtenons:

$$p_{acc} = pr \left(Z \leq \frac{NORMSINV(1-\theta) - k}{\sqrt{\frac{\sigma^2}{n} + \frac{k^2}{2n}}} \right) = NORMSDIST \left(\frac{NORMSINV(1-\theta) - k}{\sqrt{\frac{\sigma^2}{n} + \frac{k^2}{2n}}} \right)$$

Cette expression peut être étendue pour tenir compte de l'incertitude de mesure et des compensations utilisées pour tenir compte d'une incertitude entre-laboratoires non-négligeable.

$$p_{acc} = pr \left(Z \leq \frac{NORMSINV(1-\theta) - k}{\sqrt{\sigma_b^2 + \frac{\sigma_r^2}{n} + \frac{\sigma^2}{n}}} \right) = NORMSDIST \left(\frac{NORMSINV(1-\theta) - k}{\sqrt{\sigma_b^2 + \frac{\sigma_r^2}{n} + \frac{\sigma^2}{n}}} \right)$$

Dans cette expression, l'incertitude de la valeur moyenne calculée dépend de l'écart-type de répétabilité σ_r et de l'écart-type entre laboratoires σ_b .

Si une compensation ($offset = q \cdot \sigma_b$) est appliquée pour tenir compte de l'incertitude de mesure entre les laboratoires, la probabilité d'acceptation devient

$$p_{acc} = pr \left(Z \leq \frac{NORMSINV(1-\theta) - k - q \cdot \sigma_b}{\sqrt{\sigma_b^2 + \frac{\sigma_r^2}{n} + \frac{\sigma^2}{n}}} \right) = NORMSDIST \left(\frac{NORMSINV(1-\theta) - k - q \cdot \sigma_b}{\sqrt{\sigma_b^2 + \frac{\sigma_r^2}{n} + \frac{\sigma^2}{n}}} \right)$$

où q est le multiplicateur de l'écart-type entre les laboratoires et la compensation. La prise en compte des biais de méthode peut être effectuée de la même manière, en soustrayant le biais de méthode du numérateur de l'équation.

4.3 Le calcul de l'incertitude de mesure à partir d'estimations de précision

Le calcul de la probabilité d'acceptation et la forme du critère d'acceptabilité doivent tenir compte de la manière dont les composantes d'échantillonnage et d'analyse de l'incertitude de mesure sont affectées par toute préparation d'un échantillon composite ou par tout calcul de moyenne des résultats effectués dans le cadre de l'ensemble des procédures d'échantillonnage, de sous-échantillonnage, de préparation des échantillons et d'analyse pour le plan.

Les exemples suivants illustrent les principes de base, où:

σ_r est l'écart-type de répétabilité.

σ_L est l'écart-type qui représente le biais du laboratoire.

σ_R est l'écart-type de reproductibilité.

u est l'incertitude de mesure normalisée

σ est l'écart-type du lot

Nous distinguons les cinq cas suivants:

1. Un échantillon (prélèvement) unique est prélevé du lot.

$$u = \sigma_R = \sqrt{\sigma_L^2 + \sigma_r^2}$$

Ceci est la composante analytique de l'incertitude de mesure.

2. Un échantillon unique est prélevé du lot qui interprète le résultat comme le niveau moyen du lot.

$$u = \sqrt{\sigma^2 + \sigma_L^2 + \sigma_r^2}$$

3. n échantillons sont prélevés sur le lot, ils sont testés et la moyenne de leurs résultats permet d'estimer le niveau moyen

$$u = \sqrt{\frac{\sigma^2}{n} + \sigma_L^2 + \frac{\sigma_r^2}{n}}$$

4. Un échantillon composite comprenant n sous-échantillons est testé une fois pour fournir une estimation du niveau moyen.

$$u = \sqrt{\frac{\sigma^2}{n} + \sigma_L^2 + \sigma_r^2}$$

5. n échantillons sont prélevés sur le lot, chacun est testé m fois et les résultats sont calculés en moyennes pour estimer le niveau moyen

$$u = \sqrt{\frac{\sigma^2}{nm} + \sigma_L^2 + \frac{\sigma_r^2}{nm}}$$

4.4 Plans par attributs-plans aux mesures combinés

Il est possible de modifier le critère d'acceptation des plans aux mesures en incluant une exigence supplémentaire pour les résultats analytiques individuels, à raison que, généralement aucun des résultats ne dépasse pas la limite de spécification. Cela conduit à un plan par attributs-plan aux mesures combiné.

Cette exigence supplémentaire réduira la probabilité d'acceptation, la diminution étant évidemment plus importante à des niveaux de non conformités plus élevés.

Voir également CXG 50-2004 Section 5.2.9 Plans de non-conformité fractionnaires qui sont un autre type de plans par attributs et aux mesures combinés.

4.5 Plans en plusieurs étapes

Dans les plans en plusieurs étapes, le contrôle est effectué en plusieurs étapes, le plus souvent en deux étapes. À chaque étape, un nombre déterminé d'échantillons est prélevé et testé, bien qu'en pratique, un plus grand nombre d'échantillons puisse être prélevé à la première étape au cas où ils devraient être testés à l'étape 2:

- si les résultats répondent au critère d'acceptation pour cette étape, le lot est accepté sans qu'aucun autre contrôle ne soit nécessaire.
- Si les résultats répondent au critère de rejet pour cette étape, le lot est rejeté.
- Si aucun des deux critères n'est rempli, l'échantillonnage passe à l'étape suivante [s'il y en a une].

L'exemple suivant illustre le fonctionnement d'un plan d'échantillonnage par attributs à deux étapes. Cet exemple est basé sur un risque pour le producteur de 5 pour cent à un niveau de qualité de 1 pour cent non conforme et un risque pour le consommateur de 10 pour cent à un niveau de qualité de 5 pour cent non-conforme.

Étape 1:

$n_1 = 88$ échantillons sont prélevés aléatoirement dans un lot.

- Si un seul élément non conforme a été trouvé, le lot est accepté.
- Si quatre éléments non conformes ou plus ont été trouvés, le lot est rejeté.
- Si deux ou trois éléments non conformes ont été trouvés, il faut passer à l'étape 2.

Étape 2:

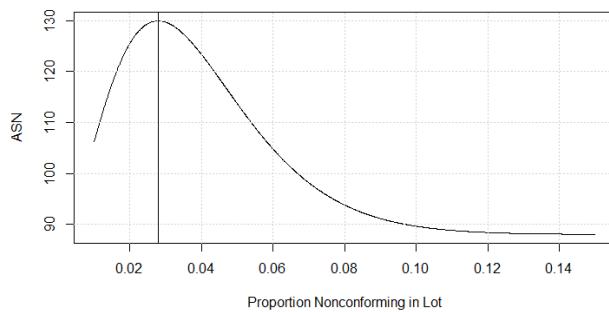
$n_2 = 88$ échantillons supplémentaires sont prélevés aléatoirement dans un lot.

- Si un maximum de quatre éléments non conformes ont été trouvés au cours des deux étapes, le lot est accepté.
- Si cinq éléments non conformes ou plus ont été trouvés au cours des deux étapes, le lot est rejeté.

Le principal avantage des plans en plusieurs étapes est la réduction de la taille moyenne globale de l'échantillon par rapport à la taille de l'échantillon d'un plan en une seule étape pour le même contrôle des risques du producteur et du consommateur; beaucoup de lots de très bonne qualité sont acceptés et beaucoup de lots de très mauvaise qualité sont rejetés à la première étape. Toutefois, les plans en plusieurs étapes présentent l'inconvénient d'augmenter les coûts administratifs et autres et de retarder la décision finale sur le sort des lots marginaux.

Le nombre moyen d'échantillons (ASN) maximum pour un plan d'échantillonnage à deux étapes est $n_1 + n_2 = 130$ environ, à un niveau de qualité d'environ 2,8 pour cent de non conformité, mais l'ASN est considérablement inférieur à d'autres niveaux de non conformité.

Figure 33: Plan en deux étapes – nombre moyen d'échantillons (ASN) attendu à un niveau non conforme



ASN = ASN

Percentage non conforming in Lot = Pourcentage de non-conformité dans le lot

Le plan d'échantillonnage unique correspondant est ($n=132$, $c=3$).

4.6 Lots composés de matériaux en vrac

Cette section fournit des informations sur la conception des plans pour les matériaux en vrac, en particulier en ce qui concerne les plans visant à évaluer la conformité du niveau moyen à une limite maximale ou minimale, qui sont souvent utilisés pour les contaminants chimiques. En particulier, cette section présente:

- La portée, une certaine compréhension, quelques propriétés de base des plans d'échantillonnage pour les matériaux en vrac et la «motivation» pour leur utilisation.
- Un examen de la norme ISO 10725, Plans d'échantillonnage pour acceptation et procédures pour le contrôle des matériaux en vrac, notamment pour l'évaluation du niveau moyen.
- L'échantillonnage en vue d'acceptation pour les aflatoxines, en particulier les plans décrits dans l'ouvrage de Whitaker, y compris l'explication des tableaux de la *Norme générale pour les contaminants et les toxines présents dans les produits de consommation humaine et animale* (CXS 193-1995).

Les sujets suivants ne font pas l'objet de conseils détaillés en raison de la complexité statistique qu'ils impliquent; il est recommandé aux utilisateurs de demander l'aide d'un statisticien:

- La caractérisation de l'hétérogénéité dans l'échantillonnage pour les matériaux en vrac, répartition de l'hétérogénéité totale en différentes composantes.
- La conception de plans d'échantillonnage pour les matériaux en vrac afin d'évaluer la conformité par rapport à des limites minimales ou maximales.

Note: les plans relatifs aux matériaux en vrac sont généralement ponctuels, c'est-à-dire applicables à une situation spécifique ou à une étendue limitée de situations, et ne sont donc pas nécessairement transférables à d'autres matrices ou caractéristiques.

Bicking (1970) définit le processus suivant pour la conception de plans d'échantillonnage pour les matériaux en vrac:

1. Indiquer le problème pour lequel une estimation de la valeur moyenne est nécessaire.
2. Recueillir des informations sur les propriétés pertinentes du matériau (moyennes et composantes de la variance des propriétés).
3. Identifier les éléments de variation dans le processus global d'échantillonnage et d'essai qui pourraient être pertinents pour les options du plan d'échantillonnage envisagé.
4. Estimer ces composantes à l'aide d'un modèle statistique approprié (on utilise souvent des modèles «hiérarchiques»).
5. Envisager différentes approches en tenant compte du coût, de la précision et des difficultés.
6. Évaluer ces plans en termes de coût de l'échantillonnage et des tests, de retard, de temps de supervision et de commodité.
7. Calculer les écarts types associés aux estimations des niveaux moyens pour ces plans et leur incertitude (degrés de liberté).
8. À titre provisoire, choisir un plan dans l'une de ces approches.
9. Réexaminer les étapes précédentes.

Le critère d'acceptation sera de la forme: $\bar{x} + k \cdot S \leq USL$ pour la limite supérieure de spécification USL pour le niveau moyen, où S est l'erreur type (écart-type) de l'estimation \bar{x} du niveau moyen et k est le multiplicateur⁵ de l'erreur type du critère d'acceptation. Il est à noter que ce multiplicateur est différent de la constante d'acceptabilité utilisée avec les plans variables servant à contrôler le pourcentage de non-conformités.

Si le coût associé à l'étape d'échantillonnage initiale était faible, le plan pourrait être économisé en prenant davantage de prélèvements pour améliorer la précision de l'estimation du niveau moyen.

4.6.1 Exemple: Plans aux mesures pour lots homogènes — MU négligeable

En guise d'alternative au plan d'échantillonnage décrit à la section 4.2.1, le contenu des boîtes du lot pourrait être considéré comme un matériau en vrac, de sorte que l'évaluation porte sur le contenu du lot dans son ensemble plutôt que sur la conformité au niveau de la boîte. Cette approche permettrait également d'utiliser des plans pour la distribution bêta, avec l'avantage potentiel de pouvoir réaliser un contrôle basé sur un seul essai d'un échantillon composite, si la caractéristique inspectée était une proportion de composition.

Si les risques du producteur et du consommateur sont spécifiés dans la conception du plan d'échantillonnage, le processus de conception est le même que dans la section 4.2.1, en notant que la taille de l'échantillon ne dépend pas de la taille du lot si les deux risques sont spécifiés.

Pour éviter les répétitions, les détails complets du plan de la section 4.2.1 ne sont pas répétés ici, mais en résumé, ce plan était basé sur les hypothèses suivantes:

Le CRQ a été fixé à 10 pour cent et le PRQ à 2,5 pour cent, tandis que le CR et le PR sont respectivement de 10 pour cent et 5 pour cent. Cela signifie que le plan comportera:

- Une probabilité de 10 pour cent d'accepter un lot dans lequel 10 pour cent du produit est non conforme.
- Une probabilité de 5 pour cent de rejeter un lot dans lequel 2,5 pour cent du produit est non conforme.

⁵ Le multiplicateur est basé sur la distribution T de Student pour laquelle le nombre de degrés de liberté doit être déterminé à l'aide d'une procédure statistique. Voir Schilling pour un exemple et le document d'information CXG 54 pour plus d'informations, mais les détails de cette procédure sont en dehors du cadre de ces directives.

L'écart-type du lot a été estimé à $\sigma = 0,3$ et l'incertitude de mesure a été considérée comme négligeable, ce qui a conduit au plan ($n = 43$, $k = 1,59$), c'est-à-dire que 43 échantillons doivent être prélevés sur le lot et testés, le lot étant accepté en ce qui concerne la matière grasse du lait à condition que la moyenne et l'écart-type des résultats répondent au critère d'acceptation.

$$\bar{x} - 1,59 \times s \geq 26$$

où

- \bar{x} est la moyenne des 43 résultats individuels et «s» leur écart-type,

4.6.2 Exemple: Plan aux mesures avec MU non négligeable sans biais de laboratoire

Se référer à la section 4.2.2 – le processus de conception du plan d'échantillonnage est le même

4.6.3 Exemple: Plan aux mesures avec MU non négligeable avec biais de laboratoire

Se référer à la section 4.2.3 – le processus de conception du plan d'échantillonnage est le même que celui décrit dans cette section

4.6.4 ISO 10725

Cette norme suit le travail de Schilling & Neubauer et elle est traitée dans leur livre[3] qui est disponible en ligne[5].

La norme ISO10725 décrit des procédures pour la conception de plans d'échantillonnage en vue de l'évaluation des niveaux moyens des lots, sur la base d'un modèle à trois composantes:

- Un certain nombre de prélèvements sont effectués sur le lot et combinés pour former des échantillons composites.
- Des prises d'essai sont prélevées sur chacun des échantillons composites bien mélangés.
- Chaque prise d'essai est testée plusieurs fois.

Outre la variation de chaque composante, la norme permet également de prendre en compte les coûts réels (ou relatifs) de chaque étape pour obtenir des plans optimaux en termes de coûts pour des niveaux spécifiés de risques pour le producteur et le consommateur.

On suppose que les écarts types et les coûts de chacune des étapes sont connus, mais la norme contient des procédures permettant de gérer les situations dans lesquelles les coûts ou les écarts types ne sont pas connus.

4.6.5 Plans d'échantillonnage pour les aflatoxines

Introduction

Les plans d'échantillonnage pour les mycotoxines élaborés par Whitaker et al. constituent des cas particuliers de plans pour les matériaux en vrac. Whitaker a utilisé 46 années de données de laboratoire, dont certaines provenant de lots contaminés, pour dériver des équations de type Horwitz pour les composantes d'échantillonnage, de sous-échantillonnage et d'analyse de la variation totale.

Cette méthode ne peut être appliquée à la conception de plans pour de nouvelles matrices ou de nouveaux contaminants pour lesquels les données historiques disponibles sont limitées, voire inadaptées. Dans ce cas, l'approche classique décrite par Schilling, qui sous-tend la norme ISO 10725, serait appliquée. La première étape consiste à quantifier les composantes de variation pertinentes pour la procédure d'échantillonnage prévue, à l'aide d'un plan expérimental adapté.

Cependant, des problèmes potentiels se posent: tous les lots ne seront pas contaminés et la contamination pourrait ne pas être détectée dans les lots réellement contaminés. De ce fait, un nombre considérable de lots pourrait être nécessaire pour cet exercice. Les approches bayésiennes pourraient constituer une solution.

Ensuite, un plan d'échantillonnage peut être élaboré en termes:

- du nombre de segments échantillonnés
- du nombre d'échantillons prélevés dans chaque segment
- de la composition et sous-échantillonnage ultérieur de ces échantillons

- de la composition des sous-échantillons
- du nombre d'échantillons de laboratoire prélevés pour les tests
- de l'incertitude de mesure analytique

L'approche habituelle consiste à expérimenter le nombre de segments échantillonnés, le nombre d'«échantillons» prélevés à chaque étape et le nombre de résultats obtenus, dont la moyenne est calculée. Ces nombres peuvent également être choisis en tenant compte du coût de chaque opération. L'objectif statistique du processus de conception est de trouver la constante d'acceptabilité K dans le critère d'acceptation:

$$\bar{X} + t \cdot S \leq U$$

où

U est le résultat moyen du test

\bar{X} est le résultat moyen du test, qui sera une estimation du niveau moyen global du lot

S est l'écart-type de l'estimation du niveau moyen, généralement appelé «erreur type»

t est le multiplicateur de l'erreur type du critère d'acceptation, un point de pourcentage sur la «distribution t », obtenu à l'aide d'une procédure statistique en tenant compte des incertitudes des composantes de la variation d'échantillonnage et de mesure.

Il peut y avoir d'autres considérations dans la conception des plans, non prises en compte dans les travaux de Whitaker, telles que:

- Si l'on peut utiliser une distribution supposée pour la caractéristique du lot, étant donné que le comportement des matériaux hétérogènes ne peut normalement être expliqué en termes d'un seul écart-type ou d'une seule distribution.
- Est-il nécessaire d'utiliser des distributions distinctes pour décrire ce comportement étant donné que l'échantillonnage composite entraînera un calcul de moyenne ?
- L'utilisation de l'échantillonnage en grappes doit-elle être autorisée?

D'autres questions:

Les concepteurs de plans doivent tenir compte des scénarios de contamination qu'ils souhaitent détecter, c'est-à-dire des probabilités requises de détection de «pics» de contamination contenant certains niveaux de contamination et d'une certaine durée.

Des stratégies de composition doivent être élaborées pour garantir que les pics de contamination «importants» ne soient pas réduits au point de ne plus pouvoir être détectés.

Plans d'échantillonnage pour les aflatoxines

Les équations de type Horwitz ont été dérivées pour trois composantes de variance (échantillon à échantillon, par sous-échantillonnage et par composantes analytiques de la variation) en termes de concentration moyenne d'aflatoxine.

La norme Codex 193 montre la répartition de la variation totale des aflatoxines dans les noix, par exemple, en termes de composantes S_s^2 , S_{sp}^2 et S_a^2 , en raison respectivement de l'échantillonnage, du sous-échantillonnage et des essais. Il est à noter que les dispositions pour les aflatoxines sont exprimées en termes de niveaux moyens dans un lot; ces plans emploient des compensations importantes entre les limites et les niveaux auxquels les aliments deviennent impropre à la consommation afin d'assurer la protection des consommateurs (voir CXG 50-2004 4.3.5 Plans pour le niveau moyen dans le lot).

Tableau 1. Variances associées à la procédure d'essai des aflatoxines pour chaque fruit à coque

Processus d'essai	Amandes	Noisettes	Pistaches	Noix du Brésil décortiquées
L'échantillonnage	$S_s^2 = (7\ 730/ns)5,759C^{1,561}$	$S_s^2 = (10\ 000/ns)4,291C^{1,609}$	$S_s^2 = (8\ 000/ns)7,913C^{1,475}$	$S_s^2 = (1\ 850/ns)4,862C^{1,889}$
Préparation de l'échantillon	$S_{sp}^2 = (100/nss)0,170C^{1,646}$	$S_{sp}^2 = (50/nss)0,021C^{1,545}$	$S_{sp}^2 = (25/nss)2,334C^{1,522}$	$S_{sp}^2 = (50/nss)0,0306C^{0,632}$

Analytique	$S_a^2 = (1/na)0,0041C^{1,966}$	$S_a^2 = (1/na)0,0028C^{1,990}$	$S_a^2 = (1/na)0,0368C^{1,598}$	$S_a^2 = (1/na)0,0164C^{1,117}$
Variance totale	$S_s^2 + S_{sp}^2 + S_a^2$			

Le plan d'échantillonnage est défini en termes de la taille de l'échantillon de laboratoire n_s , la taille de la prise d'essai n_{ss} et le nombre d'ali quotes n_a , le nombre d'échantillons analytiques prélevés sur chaque sous-échantillon. Les informations contenues dans ce tableau peuvent être utilisées pour calculer l'incertitude de la valeur moyenne estimée obtenue à l'aide de la procédure d'échantillonnage et donc la probabilité d'acceptation. Par exemple, la variance de l'estimation du niveau moyen pour les amandes est indiquée par:

$$S^2 = \frac{7730 \times 5,759}{n_s} C^{1,561} + \frac{100 \times 0,170}{n_{ss}} C^{1,646} + \frac{0,048}{n_a} C^2$$

Cette équation implique la procédure d'échantillonnage et d'essai suivante:

1. n_s d'échantillons sont prélevés sur le lot examiné.
2. Un échantillon composite est réalisé.
3. Un échantillon de laboratoire de la taille de n_{ss} grammes est prélevé de ce composite bien mélangé.
4. n_a des aliquotes sont prélevées sur ce sous-échantillon à des fins d'essai.

Dans les plans de la FAO relatifs aux mycotoxines, cette procédure peut être appliquée à plusieurs échantillons, mais les résultats des différents échantillons ne sont pas calculés en moyenne, mais comparés séparément à la limite.

Ce critère diffère du critère d'acceptation habituel pour l'évaluation de la conformité du niveau moyen pour les matières en vrac en général, qui serait de la forme suivante:

$$\bar{X} + t \times S \leq USL$$

où S est l'incertitude du niveau moyen, t est le multiplicateur de l'écart-type dans le critère et USL est la limite de spécification supérieure pour la moyenne.

Il s'agit d'un autre exemple d'utilisation des compensations qui, dans ce cas, permettent de simplifier le critère d'acceptation.

La norme CXS 193-1995 décrit les détails opérationnels de la procédure d'échantillonnage et d'essai:

1. Un échantillon de 20 kg est prélevé (1000 amandes [décotiquées] par kg) sur un lot ou une partie de lot (sous-lot), avec une limite de 25 tonnes pour la taille du lot. Ces échantillons doivent être constitués d'un grand nombre de prélèvements plus petits, chacun d'entre eux ne devant pas être inférieur à 200 g. La norme CXS 193-1995 donne des indications sur le nombre de prélèvements, en termes de taille d'échantillon.
2. L'ensemble de l'échantillon est broyé pour obtenir une taille de particule uniforme et un échantillon soigneusement mélangé.
3. Une prise d'essai d'au moins $n_{ss} = 50$ g est prélevée sur l'échantillon composite.
4. Un nombre (n_a) d'ali quotes est prélevé pour l'essai.
5. La moyenne des résultats de ces essais n_a est calculée. Cependant, il semble que la norme CXS 193-1995 suppose que seuls des essais uniques sont effectués ($n_a = 1$) et qu'habituellement un ou deux échantillons différents peuvent être testés et le lot est alors accepté à condition qu'aucun résultat ne dépasse la limite. Cela conduit à des probabilités d'acceptation différentes, en fonction du nombre d'échantillons prélevés.

Exemple – Amandes décortiquées destinées à une transformation ultérieure

Supposons que la concentration moyenne d'aflatoxines dans le lot soit $C = 8 \mu\text{g/kg}$ et que $n_s = 20000$, 20 kg @ 1000 fruits à coque décortiqués par kg ont été prélevés comme échantillon, puis cet échantillon a été broyé et un composite bien mélangé a été formé. Si un sous-échantillon de 50 g est prélevé et qu'une seule ali quote ($n_a=1$) est testée, l'écart-type S représentant l'incertitude du niveau moyen serait:

$$S^2 = \frac{7730 \times 5,759}{20 \times 1000} 8^{1,561} + \frac{100 \times 0,170}{50} 8^{1,646} + \frac{0,048}{1} 8^2 = 70,67$$

Avec le résultat $S = 8,41$. La première composante, qui représente la variation échantillon par échantillon, est beaucoup plus importante que les deux autres.

Observations

L'outil FAO sur les mycotoxines [2] pour l'évaluation des plans d'échantillonnage est disponible sur Internet à l'adresse suivante <http://tools.fstools.org/mycotoxins/>.

Cet outil ne tient compte que d'une seule composante de l'incertitude de mesure; il n'y a pas de prise en compte du biais lorsque des essais multiples sont effectués. L'outil permet aux utilisateurs de choisir si la variation «intra-laboratoire» ou «interlaboratoires» est utilisée, le chiffre de la variation interlaboratoires étant le double de celui de la variation intra-laboratoire. Les tableaux ci-dessous montrent la variance intra-laboratoire.

La composante échantillonnage est incluse à l'aide d'une distribution supposée, le plus souvent la binomiale négative, une distribution distincte permettant de modéliser la contamination au niveau de la particule individuelle (par exemple le grain) ou de l'échantillon - en raison des faibles pourcentages (généralement moins de 1 pour cent) de contamination et de la distribution extrême de la contamination intra-lots, des échantillons de très grande tailles sont nécessaires pour estimer la distribution.

La règle de décision pour les amandes destinées à une transformation ultérieure dans la norme CXS 193 est que le lot est accepté «si le résultat concernant les aflatoxines est inférieur à 15µg/kg dans les deux échantillons...», de sorte que chaque résultat individuel est classé comme satisfaisant ou non satisfaisant par rapport à la limite. Cependant, comme la composante analytique est faible par rapport à la composante d'échantillonnage, cela ne semble pas avoir d'importance.

Pour calculer les probabilités d'acceptation (et la courbe d'efficacité OC), nous devons connaître la distribution de la variation d'un échantillon à l'autre à l'intérieur d'un lot en vrac. Comme ci-dessus, Whitaker a supposé, la plupart du temps, que la variation d'un échantillon à l'autre suit une distribution binomiale négative.

La distribution binomiale négative est utilisée dans les situations où la variation est plus extrême que la distribution binomiale; elle est définie en termes de valeur moyenne et de variance.

$$\text{Moyenne} = \mu; \text{Variance} = S^2 = \mu + \frac{\mu^2}{k}$$

où k est le facteur de dispersion qui tient compte de la variation supplémentaire.

Pour calculer la probabilité théorique d'acceptation à une concentration C d'aflatoxine, Whitaker a utilisé la «méthode des moments», assimilant la concentration théorique C à la moyenne et l'estimation de S^2 à la variance, à savoir

$$\mu = C \text{ et } S^2 = C + \frac{C^2}{k}$$

La deuxième équation est résolue pour déterminer k et la probabilité d'acceptation est calculée. Ce processus doit être répété pour chaque valeur de C, car S^2 dépend de C.

Composantes de la variance des plans d'échantillonnage pour les aflatoxines

Study #	Mycotoxin	Commodity	References	Variance			Mycotoxin Test Procedure				Distribution Among Sample Test Results
				Sampling (S^2_{S})	Sample Preparation (S^2_{sp})	Analytical (Within Lab) (S^2_{a})	Laboratory Sample Size (ns)	Commminated Test Portion Size (nss)	Number of Aliquots (na)	Concentration (C)	
1	Aflatoxin	Shelled Peanuts	1, 2, 3, 34	(10,644/ns)9.19C ^{1.336}	(275/nss)0.294C ^{1.729}	(1/na)0.083C ^{1.664}	Number of shelled kernels (1,952ker/kg)	Mass (g) Dry Commination USDA mill powder	Number of aliquots quantified by HPLC from Ref 34	ng/g (ppb) aflatoxin total	Negative Binomial
2	Aflatoxin	Cottonseed	4, 5, 6, 34	(43,200/ns)6.776C ^{1.344}	(200/nss)0.180C ^{1.3508}	(1/na)0.086C ^{1.567}	Number of seed (Hull removed) (19,031ker/kg)	Mass (g) Dry Commination USDA mill powder	Number of aliquots quantified by HPLC from Ref 34	ng/g (ppb) aflatoxin either total or B1	Negative Binomial
3	Aflatoxin	Harvested Inshell Peanuts (Farmer's Stock)	7, 8, 9	(3713/ns)37.607C ^{1.161}	(100/nss)2.887C ^{1.401}	(1/na)0.083C ^{1.664}	Number of inshell pods (882pods/kg)	Mass (g) Dry Commination VCM Paste	Number of aliquots quantified by HPLC from Ref 34	ng/g (ppb) aflatoxin total	Negative Binomial
4	Aflatoxin	Shelled Corn	10, 11, 12	(3,390/ns)11.36C ^{0.98}	(50/nss)1.254C ^{1.27}	(1/na)0.143C ^{1.16}	Number of shelled kernels (3,000ker/kg)	Mass (g) Dry Commination Romer Powder	Number of aliquots quantified by HPLC	ng/g (ppb) aflatoxin total	Compound Gamma Used Negative Binomial
5	Aflatoxin	Shelled Almonds	13, 14, 15	(7,730/ns)5.759C ^{1.581}	(100/nss)0.170C ^{1.848}	(1/na)0.0041C ^{1.988}	Number of shelled kernels (773ker/kg)	Mass (g) Dry Commination VCM Paste	Number of aliquots quantified by HPLC	ng/g (ppb) aflatoxin either total or B1	Negative Binomial
6	Aflatoxin	Inshell Almonds	13, 14, 15	(7,730/ns)5.759C ^{1.581}	(100/nss)0.170C ^{1.848}	(1/na)0.0041C ^{1.988}	Number of Inshell Nuts (309nuts/kg) Shell/ker Ratio = 60/40	Mass (g) Dry Commination VCM Paste	Number of aliquots quantified by HPLC	ng/g (ppb) aflatoxin either total or B1	Negative Binomial
7	Aflatoxin	Shelled Hazelnuts	15, 16, 17	(10,000/ns)4.291C ^{1.609}	(50/nss)0.021C ^{1.646}	(1/na)0.0028C ^{1.990}	Number of shelled kernels (1,000ker/kg)	Mass (g) Dry Commination VCM Paste	Number of aliquots quantified by HPLC	ng/g (ppb) aflatoxin either total or B1	Negative Binomial
8	Aflatoxin	Inshell Hazelnuts	15, 16, 17	(10,000/ns)4.291C ^{1.609}	(50/nss)0.021C ^{1.646}	(1/na)0.0028C ^{1.990}	Number of Inshell nuts (500Nuts/kg) Shell/Ker Ratio = 50/50	Mass (g) Dry Commination VCM Paste	Number of aliquots quantified by HPLC	ng/g (ppb) aflatoxin either total or B1	Negative Binomial
9	Aflatoxin	Shelled Pistachios	15	(8,000/ns)7.913C ^{1.475}	(25/nss)2.334C ^{1.622}	(1/na)0.0368C ^{1.698}	Number of Shelled Kernels (1,600ker/kg)	Mass (g) Dry Commination VCM Paste	Number of aliquots quantified by HPLC	ng/g (ppb) aflatoxin either total or B1	Negative Binomial
10	Aflatoxin	Inshell Pistachios	15	(8,000/ns)7.913C ^{1.475}	(25/nss)2.334C ^{1.622}	(1/na)0.0368C ^{1.698}	Number of Inshell Nuts (800nuts/kg) Shell/Ker Ratio = 50/50	Mass (g) Dry Commination VCM Paste	Number of aliquots quantified by HPLC	ng/g (ppb) aflatoxin either total or B1	Negative Binomial

Study #	Mycotoxin	Commodity	References	Variance			Mycotoxin Test Procedure				Distribution Among Sample Test Results
				Sampling (S^2_s)	Sample Preparation (S^2_{sp})	Analytical (Within Lab) (S^2_u)	Laboratory Sample Size (ns)	Comminuted Test Portion Size (nss)	Number of Aliquots (na)	Concentration (C)	
11	Aflatoxin	Shelled Brazil Nuts	15	(1,850/ns)4.862C ^{1.889}	(50/nss)0.0306C ^{0.632}	(1/na)0.0164C ^{1.117}	Number of Shelled Kernels (185ker/kg)	Mass (g) Slurry (Water/Ker 1/1) Commination	Number of aliquots quantified by HPLC	ng/g (ppb) aflatoxin either total or B1	Negative Binomial
12	Aflatoxin	Inshelled Brazil Nuts	15	(1,850/ns)4.862C ^{1.889}	(50/nss)0.0306C ^{0.632}	(1/na)0.0164C ^{1.117}	Number of Inshelled Nuts (93Nuts/kg) Shell/Ker Ratio=50/50	Mass (g) Slurry (Water/Ker 1/1) Commination	Number of aliquots quantified by HPLC	ng/g (ppb) aflatoxin either total or B1	Negative Binomial
13	Aflatoxin	In Field Ear Corn	18	(600/ns)8.919C ^{2.230}	(50/nss)1.254C ^{1.27}	(1/na)0.143C ^{1.16}	Number of shelled kernels per ear 200 g ker/ear (3,000ker/kg)	Mass (g) Dry Commination Romer Powder	Number of aliquots quantified by HPLC	ng/g (ppb) aflatoxin B1	Negative Binomial
14	Aflatoxin	In Field Farmer's Stock Peanuts	19	(116/ns)17.056C ^{1.6686}	(100/nss)2.887C ^{1.401}	(1/na)0.083C ^{1.654}	Number of inshell pods (882pods/kg)	Mass (g) Dry Commination VCM Paste	Number of aliquots quantified by HPLC from Ref 34	ng/g (ppb) aflatoxin total	Negative Binomial
15	Aflatoxin	Powdered Ginger in Capsules	20	(5/ns)0.138C ^{1.0}	No Test Portion, Entire Sample Extracted	(1/na)0.0178C ^{1.70}	5 g Laboratory Sample is also the 5 g Test Portion	No Test Portion, Entire Sample Extracted	Number of aliquots quantified by HPLC	ng/g (ppb) aflatoxin total	Normal
16	Aflatoxin	Powdered Ginger in 1-lb Bags	21	(5/ns)4.218C ^{1.0}	No Test Portion, Entire Sample Extracted	(1/na)0.00349C ^{1.70}	5 g Laboratory Sample is also the 5 g Test Portion	No Test Portion, Entire Sample Extracted	Number of aliquots quantified by HPLC	ng/g (ppb) aflatoxin total	Normal
17	Aflatoxin	Dried Figs	Not Published	(590/ns)2.219C ^{1.433}	(55/nss)0.012C ^{1.465}	(1/na)0.006C ^{1.368}	Number of dried Figs (59 Figs/kg)	Mass (g) Slurry (Water/Ker 1/1) Commination	Number of aliquots quantified by HPLC	ng/g (ppb) aflatoxin total	Negative Binomial
18	Fumonisin	Shelled Corn	22, 23, 24	(3,390/ns)0.033C ^{1.75}	(25/nss)0.011C ^{1.59}	(1/na)0.014C ^{1.44}	Number of shelled kernels (3,000ker/kg)	Mass (g) Dry Commination Romer Powder	Number of aliquots quantified by HPLC	ug/g (ppm) Fumonisin either B1, B2, B3 or total	Compound Gamma Used Lognormal
19	Deoxynivalenol (DON)	Shelled Corn	25	(3,000/ns)0.202C ^{1.923}	(50/nss)0.0193C ^{1.140}	(1/na)0.0036C ^{1.507}	Number of shelled corn kernels (3,000ker/kg)	Mass (g) Dry Commination Romer - 25 g	Number of aliquots quantified by Romer - Malone HPLC	ug/g (ppm) DON	Lognormal (not published)
20	Deoxynivalenol (DON)	Wheat	26	(13,620/ns)0.026C ^{0.833}	(25/nss)0.066C ^{0.833}	(1/na)0.026C ^{0.833}	Number of raw wheat kernels (30,000ker/kg)	Mass (g) Dry Commination Romer 25 g	Number of aliquots quantified by Romer FluoroQuant	ug/g (ppm) DON	Lognormal (not published)

Study #	Mycotoxin	Commodity	References	Variance			Mycotoxin Test Procedure					Distribution Among Sample Test Results	
				Sampling (S^2_s)	Sample Preparation (S^2_{sp})	Analytical (Within Lab) (S^2_a)	Laboratory Sample Size (ns)	Comminuted Test Portion Size (nss)	Number of Aliquots (na)	Concentration (C)			
21	Deoxynivalenol (DON)	Barley	27	(77,000/ns)0.0122C ^{0.947}	(50/nss)0.003C ^{1.956}	(1/na)0.0108C ^{1.055}	Number of raw barley kernels (30,800ker/kg)	Mass (g) Dry Commminution Romer 50 g	Number of aliquots quantified by Romer FluoroQuant	ug/g (ppm) DON	Lognormal (not published)		
22	Ochratoxin A (OTA)	Green Coffee Beans	28, 29, 30	(1,500/ns)1.350C ^{1.080}	(25/nss)0.272C ^{1.646}	(1/na)0.008C ^{1.605}	Number of beans (1,500ker/kg)	Mass (g) Dry Commminution VCM Paste	Number of aliquots quantified by HPLC	ng/g (ppb) OTA total	Lognormal		
23	Ochratoxin A (OTA)	Powdered Ginger in Capsules	20	(5/ns)0.108C ^{1.0}	No Test Portion, Entire Sample Extracted	(1/na)0.00654C ^{1.70}	5 g Laboratory Sample is also the 5 g Test Portion	No Test Portion, Entire Sample Extracted	Number of aliquots quantified by HPLC	ng/g (ppb) OTA total	Normal		
24	Ochratoxin A (OTA)	Powdered Ginger in 1-Lb Bags	21	(5/ns)1.336C ^{1.0}	No Test Portion, Entire Sample Extracted	(1/na)0.00146C ^{1.70}	5 g Laboratory Sample is also the 5 g Test Portion	No Test Portion, Entire Sample Extracted	Number of aliquots quantified by HPLC	ng/g (ppb) OTA total	Normal		
25	Ochratoxin A (OTA)	Oats	Not Published	(55,796/ns)1.440C ^{1.278}	(100/nss)0.0074C ^{1.638}	(1/na)0.0103C ^{1.58}	Number of raw oat kernels (27,898ker/kg)	Mass (g) Dry Commminution Retsch SR300 #20 Screen	Number of aliquots quantified by HPLC	ng/g (ppb) OTA total	Negative Binomial		
26	Ochratoxin A (OTA)	Wheat	Not Published	(60,180/ns)1.557C ^{1.132}	(5/nss)0.207C ^{1.152}	(1/na)0.0204C ^{1.666}	Number of raw wheat kernels (30,090ker/kg)	Mass (g) Dry Commminution Retsch SR300 #20 Screen	Number of aliquots quantified by HPLC	ng/g (ppb) OTA total	Negative Binomial		
27	FAPAS among lab variability		31			(1/na)0.0484C ^{2.000}							
28	Horwitz among lab variability (ppb)		32,33			(1/na)0.204BC ^{1.70}							
29	Whitaker, Horwitz, Analytical Variances - TLC, Immuno, HPLC		34			Among Lab = 2*Within Lab							
				Study 3 the sampling variance was calculated by subtracting analytical and sample prep variances from total variances for each of the three (2.26, 4.21, and 6.91 kg) sample sizes.									
				Studies 13 and 14 measured only total variance. Used sample prep and analytical variances from studies 4 and 3, respectively.									
				Study 28 analytical variance was determined for various methods, mycotoxins, and commodities using data base from Horwitz. Ref 32									

Variance; Mycotoxin test procedure; Study; Mycotoxin; Commodity; References; Sampling; Sample preparation; Analytical (within Lab); Laboratory Sample Size; Comminuted Test Portion Size; Number of Aliquots; Concentration; Distribution Among Sample Test Results = Variance; Procédure d'essai de mycotoxine; Étude; Mycotoxine; Produit; Échantillonnage; Préparation de l'échantillon; Analytique (intra-laboratoire); Taille d'échantillon de laboratoire; Taille de la prise d'essai broyé; Nombre d'aliquotes; Concentration; Répartition des résultats d'essai sur les échantillons

Study 3 the sampling variance was calculated by subtracting analytical and sample prep variances from total variances for each of the three (2.26, 4.21 et 6.91 kg) sample sizes. = Dans l'étude 3, la variance d'échantillonnage a été calculée en soustrayant les variances d'analyse et de préparation de l'échantillon des variances totales pour chacune des trois tailles d'échantillon (2,26, 4,21 et 6,91 kg).

Studies 13 and 14 measured only total variance. Used sample prep and analytical variances from studies 4 and 3 respectively. = Les études 13 et 14 n'ont mesuré que la variance totale. Elles ont utilisé les variances de préparation des échantillons et d'analyse des études 4 et 3, respectivement.

Study 28 analytical variance was determined for various methods, mycotoxins, and commodities using data base from Horwitz Ref 32 = Dans l'étude 28, la variance analytique a été déterminé pour différentes méthodes, mycotoxines et produits en utilisant la base de données de Horwitz Ref 32

4.6.6 Plans généraux d'évaluation par rapport à des limites minimales ou maximales

Une approche, plus adaptée à la sécurité sanitaire des aliments qu'aux caractéristiques commerciales pour des raisons d'équité, consiste à utiliser des compensations et à évaluer la conformité des lots par rapport au niveau moyen. Cette approche présente l'avantage considérable de la simplicité.

Toutefois, ces plans sont également importants dans un contexte commercial où l'on peut, par exemple, souhaiter donner une assurance sur la teneur moyenne en protéines d'un lot de céréales destiné à une transformation ultérieure, par exemple pour produire de la farine.

En général, cependant, la conception de plans d'échantillonnage pour les matériaux en vrac afin d'évaluer la conformité par rapport à des limites minimales ou maximales est difficile d'un point de vue statistique et aucune information à ce sujet n'est incluse dans le présent document d'information.

4.7 Plans pour une évaluation microbiologique

Les plans utilisés pour l'évaluation des caractéristiques microbiologiques des lots, souvent appelés critères microbiologiques, utilisent fréquemment des plans par attributs à deux classes qui nécessitent le prélèvement de $n=5$ échantillons. Ces plans ne conviennent que pour les caractéristiques pour lesquelles les mesures sont comptabilisées et pour lesquelles il existe des compensations adéquates entre les limites utilisées dans ces plans et les niveaux auxquels les denrées alimentaires sont considérées comme impropre à la consommation.

Si les compensations ne sont pas suffisantes, le taux d'acceptation des produits contaminés pourrait être plus élevé. Les tests de dépistage des agents pathogènes sont généralement effectués à l'aide d'essais de détection qui produisent des résultats de présence ou d'absence; dans ce cas, il n'y a pas de compensation entre les limites (zéro) et les niveaux auxquels les aliments deviennent impropre à la consommation. C'est pourquoi il est déconseillé d'utiliser des plans ($n=5$, $c=0$) pour les agents pathogènes; c'est également la raison pour laquelle les plans d'échantillonnage pour les caractéristiques pathogènes exigent des nombres d'échantillons beaucoup plus importants et une plus grande quantité totale d'échantillons à tester. L'utilisation d'un plus grand nombre d'échantillons permet également de se prémunir contre une éventuelle contamination hétérogène au sein des lots. Quelques exemples de critères microbiologiques sont proposés dans le *Code d'usages en matière d'hygiène pour les préparations en poudre pour nourrissons et jeunes enfants* (CXC 66-2008) qui contient les critères microbiologiques suivants [voir la définition du Codex à la fin de la section] ainsi que certains points sur la courbe d'efficacité:

Micro-organismes	n	c	m	Plans par étapes
Cronobacter sp.	30	0	0/10 g	2
Salmonelle	60	0	0/25 g	2

Les chiffres sur la courbe d'efficacité ont été calculés par Zweiterung et al. en supposant une distribution de Poisson-lognormale, c'est-à-dire une distribution de Poisson dont la moyenne varie selon une distribution lognormale.

Cronobacter:

- À une concentration moyenne de 1 cfu/340 g, la probabilité de détection est de 95 pour cent, en supposant un écart-type [pour la distribution log-normale] de $sd = 0,8$.
- À une concentration moyenne de 1 cfu/100 g, la probabilité de détection est de 99 pour cent, en supposant un écart-type de $sd = 0,5$.

Salmonelle:

- À une concentration moyenne de 1 cfu/526 g, la probabilité de détection est de 95 pour cent, en supposant un écart-type de $sd = 0,8$.

4.7.1 Plans d'échantillonnage par attributs à trois classes

Voir CXG 50-2004 Section 4.2.6

Dans ces plans, les résultats des contrôles sont regroupés en trois classes, généralement appelées «bons», «marginaux» et «pauvres» ou «inacceptables». Ils ont l'avantage, par rapport aux plans à deux classes, d'assurer une meilleure répartition entre les qualités bonnes et mauvaises, c'est-à-dire qu'ils ont des courbes d'efficacité «plus raides» que les plans à deux classes pour le même nombre d'échantillons.

Les plans à trois classes sont définis par quatre nombres (n , c , m , M) où:

- n est le nombre d'échantillons à prélever;
- c est le nombre maximal d'échantillons «marginaux» autorisés pour l'acceptation du lot;
- m est la limite qui sépare les échantillons de bonne qualité des échantillons de mauvaise qualité;
- M est la limite microbiologique au-dessus de laquelle les échantillons sont classés comme «mauvais»;
- les échantillons avec des résultats se situant entre m et M sont classés comme marginaux.

Les lots sont acceptés à condition:

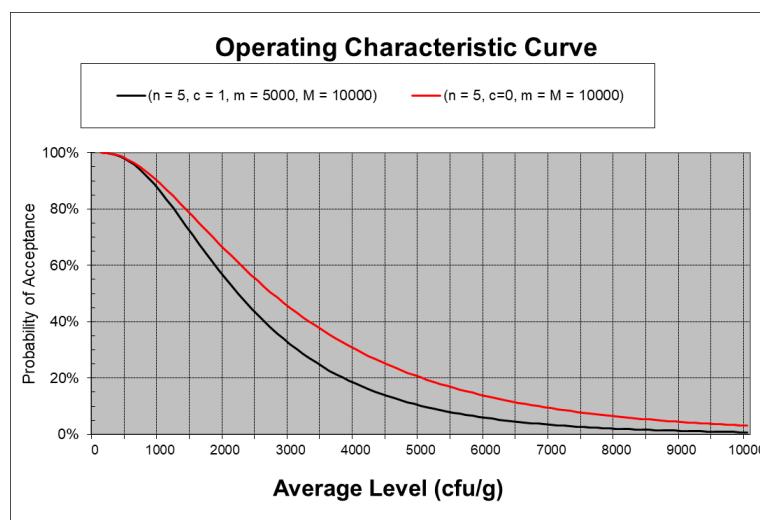
- qu'aucun des échantillons n n'est mauvais, avec des niveaux supérieur à M
- qu'au plus un nombre c des échantillons sont marginaux, avec des niveaux entre m et M .

Si $m=M$, le plan à trois classes devient un plan à deux classes.

L'évaluation de ces plans exige généralement de faire une hypothèse sur la répartition sous-jacente de la caractéristique identifiée, la distribution lognormale est couramment utilisée pour les paramètres microbiologiques pour les énumérations à des niveaux plus élevés, tandis que la distribution de Poisson est souvent utilisée pour les énumérations à des niveaux inférieurs.

Le graphique suivant montre les courbes d'efficacité pour un plan à deux classes ($n=5$, $c=0$, $m=10000$) et un plan à trois classes ($n=5$, $c=1$, $m=5000$, $M=10000$); il montre que le plan à trois classes est plus rigoureux bien qu'il permette à un résultat d'être marginal.

Figure 34 Courbes OC – plans par attributs à trois classes



Operating Characteristic Curve = Courbe d'efficacité

Probability of Acceptance = Probabilité d'acceptation

Average Level (cfu/g) = Niveau moyen (cfu/g)

Bien que les plans mentionnés dans cette section soient principalement utilisés dans les contrôles microbiologiques, ils sont néanmoins utiles dans d'autres applications comme celles où l'acceptation se décide en termes de défauts totaux trouvés dans l'échantillon, avec la possibilité qu'un élément sélectionné dans l'échantillon puisse comprendre plus d'un défaut. Une application possible de ces plans est le contrôle des herbes et des épices à la recherche d'insectes ou de parties d'insectes.

5 Appendice statistique

5.1 Contexte pour les plans d'échantillonnage principaux (plans par attributs et aux mesures)

5.1.1 Calcul des probabilités d'acceptation – plan par attributs

Les plan par attributs sont basés sur la distribution binomiale (plans à deux classes) ou sur la distribution multinomiale, comme extension de la distribution binomiale, pour les plans à trois classes ou plus.

La probabilité d'acceptation du modèle binomial à deux classes est indiquée par:

$$\text{prob_d'acceptation} = \sum_{k=0}^c \binom{n}{k} p^k (1-p)^{n-k}$$

où:

n est la taille de l'échantillon, le nombre d'éléments ou d'échantillons prélevés

c est le critère d'acceptation, le nombre maximum d'éléments non conformes tolérés pour l'acceptation du lot

p est le pourcentage non conforme dans le lot

Pour toute expression donnée qui dépend d'une variable k , le symbole

$$\sum_{k=\text{variable}_1}^{\text{variable}_n} \text{expression}(k)$$

signifie «la somme de» l'expression évaluée à

$$k = \text{variable}_1, k = \text{variable}_1 + 1, k = \text{variable}_1 + 2, \dots, k = \text{variable}_n$$

Par exemple

$$\sum_{k=1}^5 k^2 = 1^2 + 2^2 + 3^2 + 4^2 + 5^2$$

Le symbole $\binom{n}{k}$ est le coefficient binomial, c'est à dire le nombre de façons de choisir des éléments k sur un total d'éléments n . Par exemple, $\binom{5}{1} = 5$ car il existe cinq façons de choisir un élément parmi cinq éléments, à savoir. Aaaaa, aAaaa, aaAaa, aaaAa et aaaaA, où A représente l'élément sélectionné.

La conception d'un plan d'échantillonnage par attributs implique de trouver les valeurs du nombre d'échantillons n et du critère d'acceptation c à partir des probabilités d'acceptation en deux points spécifiés sur la courbe d'efficacité. Généralement, ces points sont choisis comme les niveaux de qualité du risque du producteur et du consommateur.

Lorsque $p=PRQ$, la probabilité d'acceptation est «le risque du producteur moins un»

$$\text{Prob d'acceptation} = 1 - RP = \sum_{k=0}^c \binom{n}{k} p^k (1-p)^{n-k}$$

et lorsque $p=CRQ$, la probabilité d'acceptation CR est égale au risque du consommateur.

$$\text{Prob d'acceptation} = RC = \sum_{k=0}^c \binom{n}{k} p^k (1-p)^{n-k}$$

Ces deux équations sont généralement résolues de manière itérative dans un progiciel statistique ou à l'aide d'un programme informatique suivant l'algorithme de Hailey [15]:

1. On commence par fixer $n=0$ et $c=0$
2. Si la probabilité d'acceptation à la CRQ dépasse le risque maximum spécifié CR autorisé pour le consommateur, augmentez n de un et revenez à l'étape 2.

3. Si la probabilité de rejet à la PRQ dépasse le risque maximum spécifié PR autorisé pour le producteur, augmentez c de un et revenez à l'étape 2.

Il faut noter qu'étant donné que n et c sont des nombres entiers et ne peuvent être augmentés que par incrément de un, les risques réels du producteur et du consommateur dans le plan final pourraient ne pas être exactement égaux aux risques du producteur et du consommateur spécifiés dans la conception du plan.

Calcul des intervalles de confiance

La section 3.1.2 traite des plans ZAN et de leur utilisation dans des applications telles que les contrôles pour détecter des corps étrangers. La dernière partie de cette section décrit le calcul des intervalles de confiance pour le pourcentage de non conformes ou le nombre de défauts dans un lot lorsqu'au moins un élément non conforme ou un défaut a été trouvé dans les échantillons examinés.

Pour le cas binomial relatif au pourcentage d'éléments défectueux dans l'ensemble du lot, les limites inférieure et supérieure sont calculées à l'aide des formules Excel:

$$LCI = \text{BETA.INV}(0,025, c, n - c + 1)$$

et

$$LCS = \text{BETA.INV}(0,975, c + 1, n - c)$$

où n est le nombre d'éléments ou d'échantillons examinés et c est le nombre d'éléments non conformes trouvés parmi ces n éléments.

Pour le cas Poisson relatif au pourcentage d'éléments défectueux dans l'ensemble du lot, les limites inférieure et supérieure sont calculées à l'aide des formules Excel:

$$LCI = 2 * \text{GAMMA.INV}(0,025, c, 0,5)$$

et

$$LCS = 2 * \text{GAMMA.INV}(0,975, c + 1, 0,5)$$

où n est le nombre d'éléments ou d'échantillons examinés et c est le nombre d'éléments défectueux trouvés lors du contrôle.

5.1.2 Dérivation des formules pour les plans aux mesures

Les formules pour k y n sont dérivés comme suit pour le cas d'un écart-type de lot connu σ et pour une limite de spécification supérieure U.

Nous utilisons la notation z_p pour désigner le quantile unilatéral d'une distribution normale standard, c'est-à-dire

$$\mathcal{P}(X \leq z_p) = p$$

pour

$$X \sim \mathcal{N}(0,1)$$

La limite d'acceptation A est définie comme

$$A = U - k\sigma$$

Nous avons ainsi

$$\begin{aligned} U - A &= k\sigma \\ &= \mu_{PRQ} + z_{1-PRQ} \cdot \sigma - \left(\mu_{PRQ} + z_{1-PR} \cdot \frac{\sigma}{\sqrt{n}} \right) && \text{Eq. 1} \\ &= \mu_{CRQ} + z_{1-CRQ} \cdot \sigma - \left(\mu_{CRQ} + z_{CR} \cdot \frac{\sigma}{\sqrt{n}} \right) && \text{Eq. 2} \end{aligned}$$

L'exemple et la figure suivants illustrent ces deux équations. Prenons le cas où nous devons concevoir un plan avec

$$CRP = 6,5 \%$$

$$RP = 5 \%$$

$$CRC = 26 \%$$

$$RC = 10 \%$$

Les quantiles normaux standards correspondants sont:

$$z_{1-CRP} = 1,514$$

$$z_{1-RP} = 1,645$$

$$z_{1-CRC} = 0,643$$

$$z_{RC} = -1,282$$

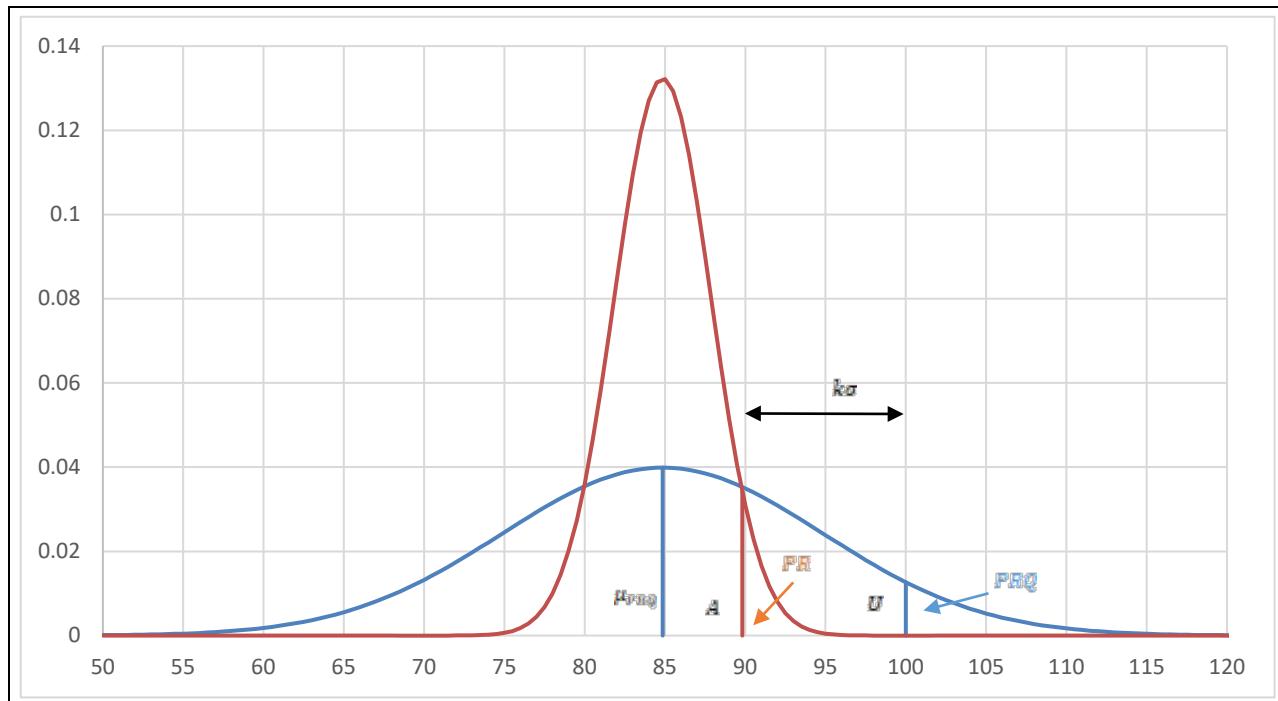
En appliquant les formules pour n et k (connus σ), nous obtenons

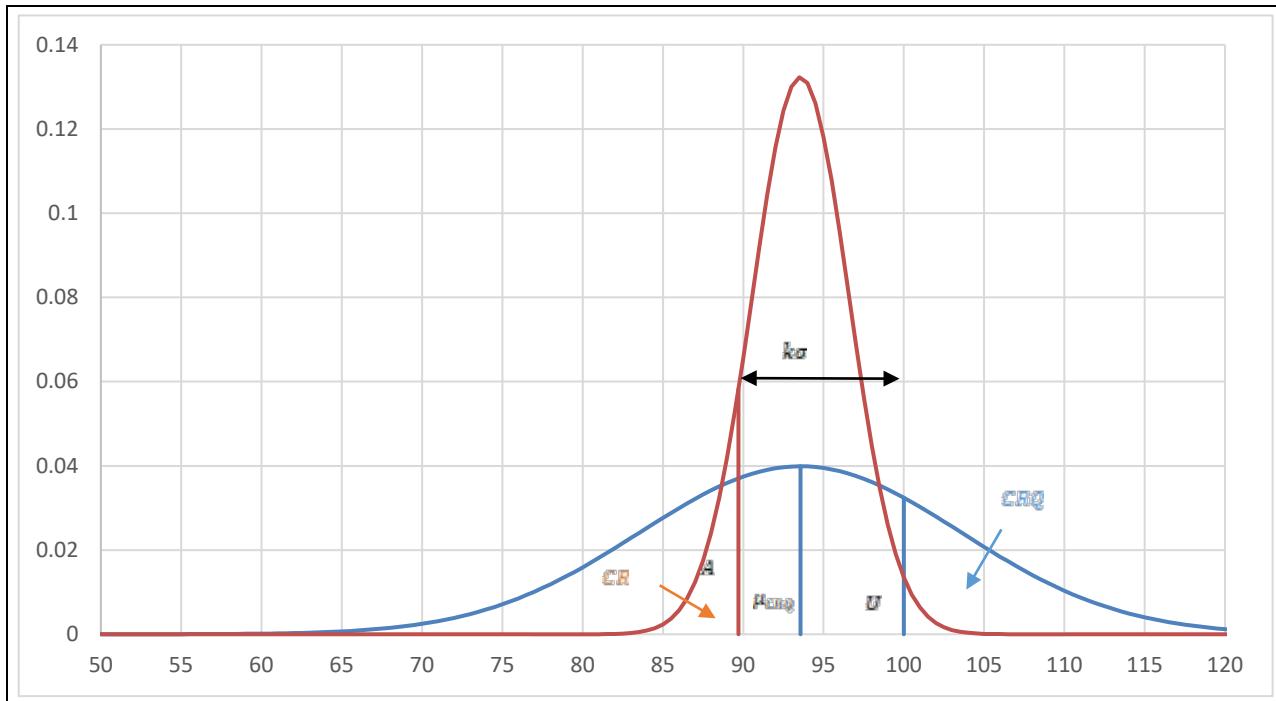
$$n = 11,3$$

$$k = 1,025$$

Ceci est illustré dans les diagrammes suivants. Nous considérons la situation où $U = 100$ (unité générique) et que l'écart-type du lot est connu avec $\sigma = 10$. Un lot avec une qualité de PRQ aura (sur tous les éléments) une valeur moyenne de $\mu_{PRQ} \approx 85$. La taille de l'échantillon est de $n = 11$. La limite d'acceptation (pour la décision d'accepter ou de rejeter le lot) est calculée comme suit: $A = U - k\sigma \approx \mu_{CRP} + z_{1-RP} \cdot \frac{\sigma}{\sqrt{n}} \approx 90$

Figure 35: La courbe bleue représente la répartition de la caractéristique d'intérêt dans un lot de qualité PRQ (schéma du haut) et dans un lot de qualité CRQ (schéma du bas) ainsi que l'écart-type du lot $\sigma = 10$. La courbe rouge représente la distribution statistique de la moyenne arithmétique.





Il résulte de l'équation 1 et de l'équation 2 que

$$\frac{1}{\sqrt{n}}(z_{RC} - z_{1-RP}) = z_{1-CRC} - z_{1-CRP}$$

Et ainsi

$$\sqrt{n} = \frac{z_{1-RP} - z_{RC}}{z_{1-CRP} - z_{1-CRC}}$$

En ce qui concerne k , il résulte de l'équation 1 ainsi que de l'équation 2 que

$$\begin{aligned} k &= z_{1-CRP} - \frac{z_{1-RP}}{\sqrt{n}} \\ k &= z_{1-CRC} - \frac{z_{RC}}{\sqrt{n}} \end{aligned}$$

Ainsi, nous avons

$$\frac{k\sqrt{n}}{z_{1-RP}} = \frac{\sqrt{n} \cdot z_{1-CRP}}{z_{1-RP}} - 1$$

et

$$\frac{k\sqrt{n}}{z_{RC}} = \frac{\sqrt{n} \cdot z_{1-CRC}}{z_{RC}} - 1$$

Il en découle que

$$\frac{k\sqrt{n}}{z_{1-RP}} - \frac{k\sqrt{n}}{z_{RC}} = \frac{\sqrt{n} \cdot z_{1-CRP}}{z_{1-RP}} - \frac{\sqrt{n} \cdot z_{1-CRC}}{z_{RC}}$$

et ainsi

$$k \cdot \left(\frac{z_{RC} - z_{1-RP}}{z_{1-RP} \cdot z_{RC}} \right) = \frac{z_{1-CRP} \cdot z_{RC} - z_{1-RP} \cdot z_{1-CRC}}{z_{1-RP} \cdot z_{RC}}$$

De quoi nous obtenons

$$k = \frac{Z_{1-RP} \cdot Z_{1-CRC} - Z_{1-CRP} \cdot Z_{RC}}{Z_{1-RP} - Z_{RC}}$$

5.1.3 Variabilité intra-élément

En général, pour un lot composé d'articles distincts, il existe deux sources de variation: la variation inter-articles et la variation intra-article. Dans les plans d'échantillonnage pour acceptation «classiques», il existe une hypothèse tacite selon laquelle la variation intra-article est négligeable et qu'un seul résultat d'essai par article est donc suffisant. Si une variation intra-article non négligeable est attendue, il peut être nécessaire de modifier le plan d'échantillonnage pour acceptation. En particulier, il peut être nécessaire de corriger l'estimation de l'écart-type du lot en «soustrayant» la composante intra-article.

À faibles concentrations et pour certains types de produits (plus précisément lorsque la présence ou l'absence de l'analyte est modélisée par une distribution statistique distincte, comme cela peut être le cas pour les poudres à gros grains), une variation intra-article peut être présente même en cas de mélange «parfait». Ceci est dû à une composante irréductible de variation qui persiste même en cas d'article parfaitement homogène. Cette composante irréductible est appelée variabilité fondamentale et elle est modélisée par la distribution de Poisson.

En présence d'une variabilité fondamentale, il peut être nécessaire d'appliquer des modèles spécialement développés pour distinguer les variations inter-éléments des variations intra-éléments. Il convient notamment de distinguer deux cas:

Cas 1: la même quantité d'analyte (correspondant à la propriété étudiée, par exemple la vitamine D dans le lait en poudre) est ajoutée séparément à chaque élément. Il n'y a donc pas de variation entre les éléments, mais uniquement une variation intra-élément.

Cas 2: l'analyte est ajouté au réservoir de mélange, puis mélangé à la poudre de prémélange avant le remplissage des récipients individuels. Dans ce cas, il existe des variations entre les éléments, mais aussi au sein d'un même élément.

Les modèles pour ces deux cas sont discutés dans Uhlig et al.(2025)[27].

5.2 Comprendre les plans ISO

Les normes ISO appliquent une approche fondée sur le risque à la conception des plans d'échantillonnage pour acceptation. Dans le contrôle par attributs, c'est le rapport NQA du produit (QPR) \times taille de l'échantillon qui guide la conception des plans. Dans le contrôle aux mesures, les plans indexés par le NQA (QPR) visent à atteindre le risque du producteur, qui dépend de la taille du lot.

5.2.1 Plan par attributs conçus en termes de valeur de l'unité

Dans la norme ISO 2859-1, les plans sont construits de manière à avoir des valeurs constantes de coefficient d'acceptation sur les diagonales des tableaux du plan d'échantillonnage. Cette section explique brièvement cette approche.

Selon la norme ISO 2859-1, les valeurs AQL (PRQ) et les tailles d'échantillon sont des séries géométriques «approximatives». Le tableau suivant présente une sélection de tailles d'échantillon ainsi que le rapport entre les valeurs consécutives.

Tableau 1 : Valeurs de taille d'échantillon selon la norme ISO 2859-1 sous forme de série géométrique

Taille de l'échantillon	Rapport entre tailles d'échantillon consécutives
5	-
8	1,60
13	1,63
20	1,54
32	1,60
50	1,56

Comme on peut le constater, le rapport entre deux valeurs consécutives de taille d'échantillon est toujours proche de 1,6. Le rapport entre deux valeurs consécutives de AQL (PRQ) est également d'environ 1,6, comme l'indique le tableau suivant.

Tableau 2: Valeurs AQL (PRQ) selon la norme ISO 2859-1 sous forme de série géométrique

AQL	Rapport entre valeurs AQL consécutives
0,010	-
0,015	1,50
0,025	1,67
0,040	1,60
0,065	1,63
0,100	1,54

Par conséquent, l'AQL (PRQ) du produit × taille de l'échantillon reste «quasi constant» sur les diagonales des tableaux du plan d'échantillonnage. Ceci est illustré dans le tableau suivant, pour une sélection de valeurs AQL.

Tableau 3: Le PRQ du produit × taille de l'échantillon reste «presque constant» sur les diagonales des tableaux du plan d'échantillonnage

Taille de l'échantillon	AQL (PRQ)										
	0,001	0,0015	0,0025	0,004	0,0065	0,01	0,015	0,025	0,04	0,065	0,1
2	0,002	0,003	0,005	0,008	0,013	0,02	0,03	0,05	0,08	0,13	0,2
3	0,003	0,005	0,008	0,012	0,020	0,03	0,05	0,08	0,12	0,20	0,3
5	0,005	0,008	0,013	0,020	0,033	0,05	0,08	0,13	0,20	0,33	0,5
8	0,008	0,012	0,020	0,032	0,052	0,08	0,12	0,20	0,32	0,52	0,8
13	0,013	0,020	0,033	0,052	0,085	0,13	0,20	0,33	0,52	0,85	1,3
20	0,020	0,030	0,050	0,080	0,130	0,20	0,30	0,50	0,80	1,30	2,0
32	0,032	0,048	0,080	0,128	0,208	0,32	0,48	0,80	1,28	2,08	3,2
50	0,050	0,075	0,125	0,200	0,325	0,50	0,75	1,25	2,00	3,25	5,0
80	0,080	0,120	0,200	0,320	0,520	0,80	1,20	2,00	3,20	5,20	8,0
125	0,125	0,188	0,313	0,500	0,813	1,25	1,88	3,13	5,00	8,13	12,5
200	0,200	0,300	0,500	0,800	1,300	2,00	3,00	5,00	8,00	13,00	20,0
315	0,315	0,473	0,788	1,260	2,048	3,15	4,73	7,88	12,60	20,48	31,5
500	0,500	0,750	1,250	2,000	3,250	5,00	7,50	12,50	20,00	32,50	50,0
800	0,800	1,200	2,000	3,200	5,200	8,00	12,00	20,00	32,00	52,00	80,0
1250	1,250	1,875	3,125	5,000	8,125	12,50	18,75	31,25	50,00	81,25	125,0
2000	2,000	3,000	5,000	8,000	13,000	20,00	30,00	50,00	80,00	130,00	200,0

L'AQL (PRQ) du produit × taille de l'échantillon est appelé valeur unitaire et peut être interprété comme le nombre d'éléments non conformes attendus dans l'échantillon pour l'AQL de qualité du lot. Par exemple, pour un pourcentage de non-conformité de 1 pour cent et un échantillon de 20 éléments, on peut s'attendre à 0,2 élément non conforme. C'est la raison pour laquelle la norme ISO 2859-1 impose des valeurs constantes du nombre d'acceptation sur les diagonales.

5.2.2 Plans aux mesures conçues en fonction du risque du producteur

La «philosophie» des plans d'échantillonnage pour acceptation de l'ISO pour le contrôle par mesure est la suivante:

Premièrement, les plans ISO sont conçus de manière à garantir soit une forte probabilité d'acceptation à la limite de qualité d'acceptation (AQL), c'est-à-dire au niveau de qualité de risque du producteur (PRQ), soit une faible probabilité d'acceptation à la qualité limite (LQ), c'est-à-dire au niveau de qualité de risque du consommateur (CRQ).

Deuxièmement, les plans ISO indexés par AQL sont conçus de telle sorte que le risque du producteur diminue à mesure que la taille du lot augmente. Le tableau suivant, tiré des principes mathématiques et statistiques de la norme militaire 414 [30], ancêtre de la norme ISO 3951, présente le risque du producteur en fonction de la lettre de code de la taille de l'échantillon (réflétant la taille du lot):

Tableau 4: Taille des lots dans les normes ISO

Lettre code de la taille de l'échantillon	Risque du producteur
B	0,11
C	0,10
D	0,10
E	0,10
F	0,10
G	0,09
H	0,08
I	0,07
J	0,06
K	0,06
L	0,05
M	0,05
N	0,04
O	0,03
P	0,02
Q	0,01

Comme on peut le constater, le PR «cible» de 5 pour cent n'est atteint qu'à partir de la lettre de code L. En effet, le PR est supérieur à 5 pour cent à partir de la lettre code N, atteignant 1 pour cent pour la lettre code Q.

Dans les plans de l'ISO 3951-2, le risque du producteur reste quasi constant le long des diagonales (du bas à gauche vers le haut à droite).

Le principe des plans ISO 3951-6 (qui sont indexés par LQ) est différent: il s'agit ici de concevoir des plans dont les courbes OC correspondent aux courbes OC de l'ISO 2859-2.

5.3 Échantillonnage pour acceptation contre évaluation de la conformité

Il existe un vaste corpus normatif sur l'évaluation de la conformité: la série ISO 17000, JCGM 106, etc. La question se pose donc de savoir dans quelle mesure cette littérature normative est pertinente concernant l'échantillonnage pour acceptation. En particulier, la question se pose de savoir si les procédures d'évaluation de la conformité peuvent être utilisées dans l'échantillonnage pour acceptation.

Dans cette section, les abréviations suivantes seront utilisées:

- AS = échantillonnage pour acceptation
- CA = évaluation de la conformité

Il est important de noter que la question abordée ici ne peut actuellement recevoir de réponse définitive d'une manière ou d'une autre. Cette section peut donc être considérée comme fournissant une orientation de base et des aspects à prendre en considération qui peuvent s'avérer utiles pour démêler ces différents concepts dans un contexte particulier.

5.3.1 Définitions

JGCM 106

Dans JGCM 106, l'évaluation de la conformité est définie (définition 3.3.1) comme suit

«Activité visant à déterminer si les exigences spécifiées relatives à un produit, un processus, un système, une personne ou un organisme sont remplies.»

Notez que cette définition est si générale qu'elle va jusqu'à laisser entrer le contrôle des lots dans son champ d'application. En effet, dans de nombreux cas, un lot peut être considéré comme le résultat d'un processus en termes de produits.

ISO 3534

Dans l'ISO 3534-2, dans la section 4 Contrôle et échantillonnage pour acceptation générale, on retrouve la définition 4.1.1

Évaluation de la conformité (essai de conformité)

L'essai de conformité est une évaluation systématique au moyen d'essais de la mesure dans laquelle un produit, un processus ou un service satisfait à des exigences spécifiées.

Si l'évaluation de la conformité est considérée comme synonyme d'évaluation de la conformité, le fait que cette définition figure dans la section relative à l'échantillonnage pour acceptation indique que la littérature normative CA est effectivement pertinente pour l'AS.

ISO 17025

Il semble utile de rappeler la définition d'une «règle de décision» (à utiliser dans l'évaluation de la conformité) dans la norme ISO 17025. (Cette définition souligne le rôle central que joue l'incertitude de mesure dans l'évaluation de la conformité.)

Règle qui décrit comment l'incertitude de mesure est prise en compte lors de la déclaration de conformité à une exigence spécifiée

5.3.2 Prises de positions dans les normes ISO

ISO10576 (Lignes directrices pour l'évaluation de la conformité à des exigences spécifiques)

D'un autre côté, le paragraphe suivant de la norme ISO 10576 semble indiquer qu'un non catégorique est la bonne réponse:

En raison de la similitude apparente avec les procédures d'échantillonnage pour acceptation, on constate parfois que des plans d'échantillonnage pour acceptation sont utilisés dans des activités d'essais de conformité. Les activités d'échantillonnage pour acceptation et d'essais de conformité utilisent toutes deux des éléments d'essais d'hypothèse) (voir par exemple ISO 2854). Il est cependant important de réaliser que les objectifs des deux activités sont fondamentalement différents et qu'en particulier les deux activités impliquent des approches différentes du risque encouru) (voir ISO 2854 et Holst).

ISO 2859 et ISO 3951

Dans les normes des deux séries, la phrase suivante se trouve au début:

Pour une explication sur la signification des termes et expressions spécifiques à l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ainsi que des informations sur l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le site web suivant: http://www.iso.org/iso/home/standards_development/resources-for-technical-work/foreword.htm

(Cette expression semble impliquer qu'il existe un lien entre l'échantillonnage pour acceptation et l'évaluation de la conformité.)

5.3.3 Prises de positions dans la littérature

Document par Holst, Thyregod et Wilrich «On Conformity Testing and the Use of Two Stage Procedures.» (Essais de conformité et l'utilisation des procédures en deux étapes)

Ce document établit la distinction suivante:

- Les plans d'échantillonnage pour acceptation sont utilisés dans le contexte de transactions entre deux parties et doivent fournir des règles sans ambiguïté pour l'acceptation ou le rejet du lot. Les deux parties sont conscientes des risques encourus.
- Par contre, lors des essais de conformité, «il est essentiel que l'utilisateur puisse avoir confiance dans une déclaration de conformité». Ainsi, lorsqu'un élément répond au critère de conformité, cela signifie que «l'essai a démontré sans aucun doute raisonnable que l'entité est conforme aux exigences formulées».

5.3.4 Débat

Les distinctions suivantes entre évaluation de la conformité (CA) et échantillonnage pour acceptation (AS) semblent évidentes:

- dans CA, les essais sont effectués sur la base d'un seul élément et l'incertitude de mesure est prise en compte
- dans AS, il existe de nombreux cas où les essais sont effectués sur la base de plusieurs éléments (échantillonnés sur le lot). Lors du contrôle par mesures, ce n'est pas la conformité de chaque élément qui est déterminée, mais plutôt un résultat d'essai par élément est obtenu et la décision d'accepter ou de rejeter le lot est prise sur la base de calculs effectués sur ces résultats de test.
- Le résultat CA peut être non concluant alors que dans l'AS, il y a toujours un résultat d'acceptation ou de rejet.

Une différence connexe entre les deux est la suivante:

- Dans CA, l'incertitude de mesure est prise en compte dans la règle de décision. Ainsi, dans AC, l'accent est mis sur le mesurande (au sens métrologique strict).
- Dans AS, la règle d'acceptation ou de rejet d'un lot prend en compte l'écart-type du lot, qui décrit la façon dont les caractéristiques d'intérêt varient dans le lot, plutôt que la variation entre les résultats des essais, qui peut refléter d'autres effets tels que l'incertitude analytique, les effets dus à la procédure d'échantillonnage, etc. Ainsi, dans AS, la règle d'acceptation s'exprime en termes des propriétés statistiques du lot.

Les points suivants mettent en évidence les similitudes conceptuelles entre l'évaluation de la conformité et l'échantillonnage pour acceptation:

- L'échantillonnage pour acceptation peut être «réinterprété» de telle sorte qu'en son ensemble il soit formulé en termes de «mesurande», obtenant ainsi un cadre conceptuel commun avec l'évaluation de la conformité. Dans cette réinterprétation, ce sont les paramètres statistiques du lot (par exemple, la moyenne et l'écart-type du lot) qui constituent le mesurande. Voir Uhlig et al.(2022)[28].
- Dans le cadre classique de l'évaluation de la conformité (CA), la conformité nécessite souvent que l'incertitude de mesure soit suffisamment faible, par exemple dans le cas d'une règle de décision telle que $y_m + U < USL$. De même, dans l'échantillonnage pour acceptation (AS), on pourrait formuler des exigences concernant des risques spécifiques suffisamment faibles pour le producteur ou le consommateur.
- pour CA comme pour AS, on peut définir à la fois des risques «paramétriques» et «spécifiques» (voir la section 6.5.1).

5.4 Le rôle de l'incertitude de mesure dans l'échantillonnage pour acceptation

Le critère d'acceptation ou de rejet d'un lot est souvent exprimé en termes de paramètres statistiques tels que la moyenne du lot et l'écart-type du lot. Lorsque l'incertitude de mesure n'est pas négligeable, les

estimations de ces paramètres statistiques peuvent être affectées. En conséquence, dans certains cas, il peut être approprié d'appliquer une correction pour l'incertitude de mesure. Bien entendu, une telle correction présuppose qu'une estimation fiable de l'incertitude de mesure soit disponible.

Le lecteur est invité à se référer aux *Directives sur l'incertitude de mesure* (CXG 54-2004) et au document d'information pour obtenir des informations sur l'estimation de l'incertitude de mesure; une autre référence clé est la norme ISO 5725 Parties 1 et 2.

Le Guide Eurachem sur l'incertitude de mesure liée à l'échantillonnage fournit des conseils sur l'estimation de la composante d'incertitude liée à l'échantillonnage. La méthode des duplicates peut également être appliquée pour estimer l'écart-type d'un lot. Une telle méthode est appropriée si une variation intra-élément est attendue. Si une estimation de la précision de répétabilité est disponible, la méthode de Hahn (voir sections 4.2.1 et 4.2.2) peut être utilisée pour ajuster l'estimation de l'écart-type du lot, évitant ainsi de tester les articles en double. Le Guide Eurachem fournit également des informations sur l'utilisation de cartes de contrôle pour le suivi de la cohérence.

Les questions suivantes sont abordées dans cette section:

- Comment le mesurande est-il spécifié?
- Précision terminologique: l'incertitude d'échantillonnage contre l'échantillonnage pour acceptation
- Quel est l'effet de l'incertitude analytique sur le risque du producteur?

5.4.1 Spécification du mesurande

Pour déterminer l'incertitude de mesure, la première question est de savoir: qu'est-ce que le mesurande?

Le terme mesurande a une définition très précise en métrologie. La définition complète (qui repose sur la définition d'un autre terme, à savoir la quantité) se trouve dans VIM. Ces définitions sont plutôt techniques. Pour nos besoins ici, il suffit de souligner deux aspects de la définition du mesurande.

Afin de spécifier un mesurande, il est nécessaire de définir à la fois

- la caractéristique d'intérêt (par exemple la concentration de l'analyte), et
- dans quel matériel / cible d'échantillonnage⁶ cette caractéristique d'intérêt est-elle mesurée.

Par exemple: mesurer une concentration donnée d'analyte dans un élément individuel et mesurer la concentration moyenne d'analyte dans le lot correspondent à deux mesurandes différents.

Il convient également de noter qu'un mesurande est par définition une propriété dont la caractérisation est quantitative plutôt que qualitative.

La question de savoir quelles sources d'incertitude sont pertinentes trouve sa réponse en examinant la définition du mesurande. Par exemple, si le mesurande est défini en termes d'échantillon de laboratoire, alors seules les sources analytiques sont pertinentes. Cependant, si le mesurande est défini en termes de population/lot/conteneur («cible d'échantillonnage») à partir duquel l'échantillon de laboratoire a été obtenu, alors les sources d'échantillonnage et d'analyse sont toutes les deux pertinentes.

En ce qui concerne l'échantillonnage pour acceptation, le concept de mesurande peut être compris de deux manières différentes.

5.4.1.1 Définition classique du mesurande

Dans la mesure où des résultats d'essai sont obtenus (que ce soit sur la base d'éléments distincts ou sur la base d'un échantillon composite), ces résultats d'essai impliquent la spécification d'un mesurande. La question se pose de savoir si le mesurande est spécifié par rapport à l'échantillon de laboratoire ou par rapport au lot. Deux cas différents doivent être considérés: les lots constitués d'éléments distincts et les lots constitués de matériaux en vrac.

Lots composés d'éléments distincts

Dans le cas de lots constitués d'éléments distincts, l'acceptation repose souvent sur une caractérisation du pourcentage non conforme. Le critère d'acceptation est exprimé en termes d'écart-type du lot (estimé à partir des résultats d'essai spécifiques à l'élément) et de valeur moyenne pour l'ensemble des éléments. Pour un

⁶ Une cible d'échantillonnage est définie dans le Guide UfS d'Eurachem (2019) comme la portion de matière, à un instant donné, que l'échantillon est censé représenter. Le lecteur est également invité à consulter AMC(2005), Technical Brief 19.

élément particulier, l'objectif est de caractériser la valeur moyenne spécifique à l'élément – et non pas la moyenne du lot. En conséquence, le mesurande est défini par rapport à l'échantillon de laboratoire⁷ et seules les sources analytiques d'incertitude de mesure doivent être prises en compte. *En particulier, il n'y a aucune composante d'échantillonnage de l'incertitude de mesure.*

Remarque: la valeur moyenne des résultats d'essai spécifiques à un élément peut être considérée comme une estimation de la moyenne du lot. Néanmoins, pour les lots constitués d'éléments distincts, le mesurande est la moyenne spécifique à l'élément – et non pas la moyenne du lot.

Lots composés de matériaux en vrac

En revanche, dans le cas de matériaux en vrac, l'objectif est d'obtenir une estimation de la concentration moyenne dans le lot. En conséquence, le mesurande est spécifié en termes du lot, et les sources d'incertitude d'analyse et d'échantillonnage s'appliquent à la fois.

5.4.1.2 Réinterprétation du concept du mesurande pour l'échantillonnage pour acceptation

Dans la mesure où l'acceptation repose sur un critère exprimé en termes de paramètres statistiques du lot contrôlé, il est utile de prendre du recul et de généraliser la notion du mesurande comme suit:

- Dans l'échantillonnage pour acceptation, le mesurande peut être défini en terme des paramètres statistiques du lot, (par exemple pour un lot composé d'éléments distincts, la moyenne du lot et l'écart-type du lot).
- L'incertitude de mesure peut alors être considérée comme refléter l'incertitude statistique des estimations de ces paramètres.
- Cette réinterprétation est particulièrement pertinente pour les approches bayésiennes de l'échantillonnage pour acceptation,
Voir Uhlig et al. (2022) [28].

5.4.2 L'incertitude d'échantillonnage contre l'échantillonnage pour acceptation (précision terminologique)

Incertainitude de l'échantillonnage (Incertainitude découlant de l'échantillonnage, (UfS))

L'incertainitude de l'échantillonnage est une composante de l'incertainitude de mesure.

Si le mesurande est spécifié en termes d'une population plus large telle qu'un lot/conteneur/zone, alors l'échantillon de laboratoire doit être considéré comme le résultat d'une procédure d'échantillonnage qui peut contribuer à l'incertainitude du résultat d'essai. La population plus large à partir de laquelle l'échantillon de laboratoire a été obtenu est souvent appelée la cible d'échantillonnage.

Si l'incertainitude de mesure totale est trop grande, il peut s'avérer nécessaire d'améliorer la procédure d'échantillonnage.

Si le mesurande est spécifié en termes de l'échantillon de laboratoire, il n'y a aucune contribution à l'incertainitude de mesure due à l'échantillonnage.

Échantillonnage pour acceptation

Dans l'échantillonnage pour acceptation, le but n'est pas d'obtenir une estimation de l'incertainitude de mesure. Le seul lien entre l'échantillonnage pour acceptation et l'incertainitude de mesure est l'effet possible de cette dernière sur le calcul des paramètres statistiques tels que la valeur moyenne du lot et l'écart-type du lot en fonction desquels le critère d'acceptation est exprimé.

Écart-type du lot par rapport à la composante d'échantillonnage de l'incertainitude de mesure

Le concept de l'écart-type du lot peut paraître étroitement lié au concept de la composante d'échantillonnage de l'incertainitude de mesure, notamment en tant que mesure de la variation de la caractéristique d'intérêt au sein du lot, où le lot est interprété comme une cible d'échantillonnage. Cependant, cette similitude n'est que superficielle; à un niveau plus fondamental, les deux concepts doivent être soigneusement distingués.

Afin de clarifier la distinction entre l'écart-type du lot et la composante d'échantillonnage de l'incertainitude de mesure, il faut examiner le scénario hypothétique suivant: si tous les éléments du lot étaient testés, l'incertainitude de la moyenne du lot ne comporterait aucune composante d'échantillonnage (en supposant une

⁷ Un échantillon de laboratoire donné peut correspondre à un élément entier ou à un sous-échantillon de cet élément. Dans ce dernier cas, si le mesurande est défini par rapport à l'élément, il peut exister une composante d'incertainitude de mesure d'échantillonnage intra-élément.

homogénéité au sein des éléments). Néanmoins, la variation entre les éléments pourrait être faible ou importante.

Note concernant les lots composés de matériaux en vrac

Pour les lots composés de matériaux en vrac, le critère d'acceptation est souvent exprimé en termes de la moyenne du lot (plutôt qu'en termes de la proportion non-conforme). L'estimation de la moyenne du lot peut être obtenue à partir d'un échantillon composite. Si le critère d'acceptation implique également l'incertitude de la moyenne du lot et que le calcul de cette incertitude inclut des contributions reflétant la procédure d'échantillonnage, alors cette procédure peut devenir impossible à distinguer des procédures typiquement utilisées en relation avec l'évaluation de la conformité. En particulier, dans de tels cas, le rôle de l'incertitude de mesure prend un rôle complètement différent: plutôt qu'un «paramètre gênant» qu'il faut corriger (si elle est non négligeable), elle joue désormais un rôle central.

5.4.3 Les effets de l'incertitude analytique et d'échantillonnage dans l'échantillonnage pour acceptation (AS)

Dans cette section, nous considérons le cas où le lot est composé d'éléments distincts. Le critère d'acceptation du lot est alors exprimé en pourcentage de non-conformités.

Notation: n désigne la taille de l'échantillon (donc que l'échantillon est composé de n éléments). Pour l'élément i , le résultat d'essai correspondant est noté x_i . Modèle proposé pour le résultat d'essai x_i :

$$x_i = \mu_i + B + e_i$$

où

μ_i est la «vraie» valeur moyenne de l'élément i . Le «vrai» écart-type du lot σ caractérise la variation de μ_i dans le lot. Si sigma est inconnu, il est estimé sur la base de valeurs x_i obtenues à partir des éléments de l'échantillon.

B est le biais (effet systématique). Ce terme reflète avant tout un biais de laboratoire ou un biais de méthode d'analyse, mais il peut y avoir d'autres contributions au biais, par exemple à partir de la procédure d'échantillonnage.

e_i est l'effet aléatoire pour l'élément i . Ce terme reflète avant tout l'incertitude de mesure analytique (effets de répétabilité), mais il peut y avoir des contributions à partir de l'incertitude de l'échantillonnage également.

Pour les lots composés d'éléments distincts, le critère d'acceptation aura généralement la forme suivante:

$$\bar{x} + ks \leq U \text{ (ou } \bar{x} \leq A \cong U - ks\text{)}$$

où

\bar{x} est la valeur moyenne pour les résultats d'essai spécifiques à un élément $\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i$
 s est l'écart-type pour les résultats d'essai spécifiques à un élément $\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2$

L'incertitude analytique se manifestera dans l'expression $e_i \sim \mathcal{N}(0, u_{analytique})$ – et gonflera toujours l'estimation de l'écart-type du lot s :

$$s^2 = \sigma^2 + u_{analytique}^2$$

où

σ est le «vrai» écart-type du lot

$u_{analytique}$ est l'incertitude de mesure analytique

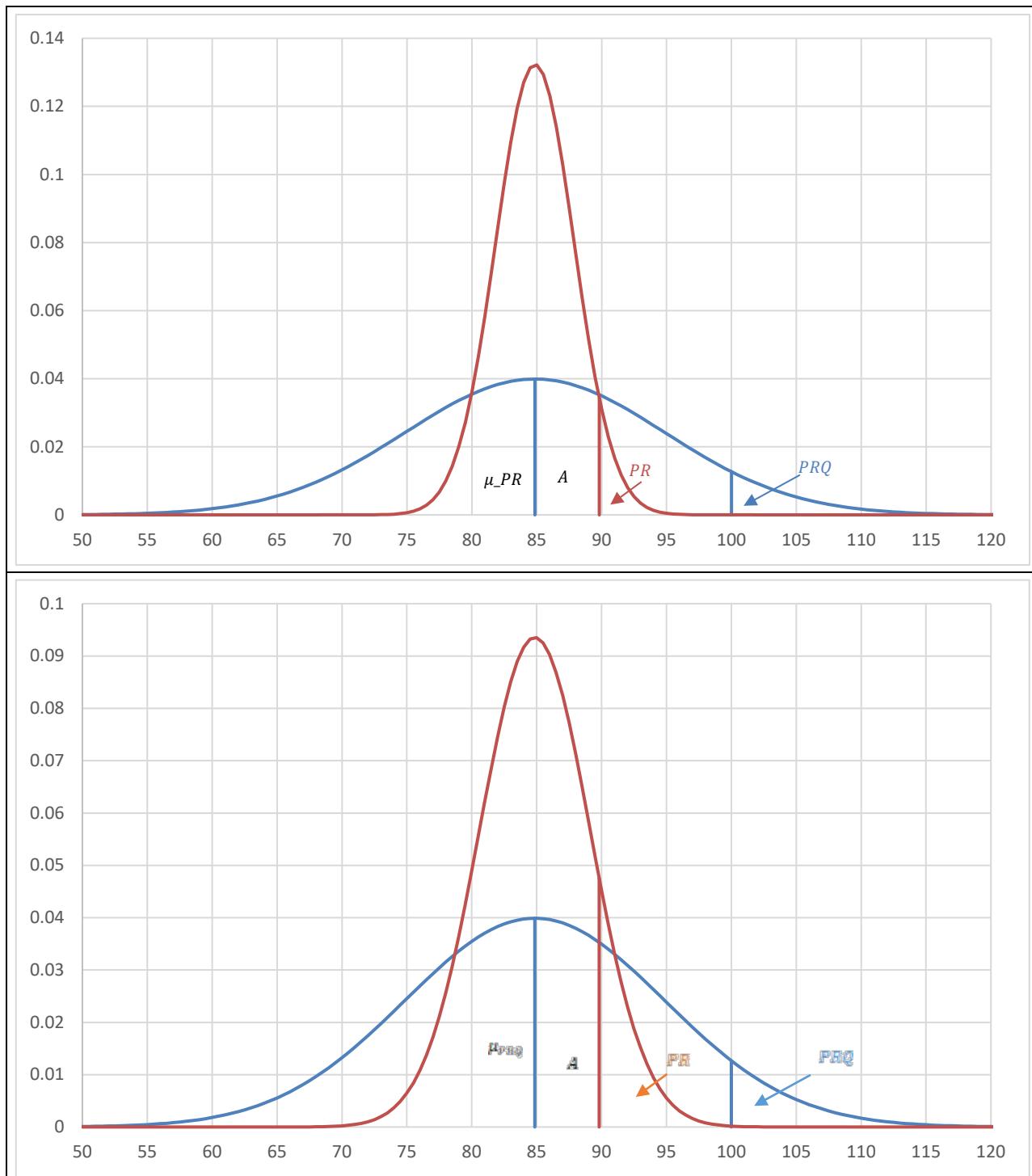
Si elle n'est pas corrigée, la présence d'une incertitude analytique augmentera les risques pour les producteurs et les consommateurs.

Ceci est illustré à l'aide de deux scénarios.

Scénario 1: σ connu, augmentation du risque du producteur

Dans ce scénario, la limite de spécification supérieure est $U = 100$ et l'écart-type du lot $\sigma = 10$ est connu. Le plan d'échantillonnage pour acceptation suivant est appliqué ($n = 11$, $k = 1,025$ ($A = U - k \cdot \sigma = 90$)). Cependant, l'incertitude analytique n'est pas négligeable, avec $u_{analytique} = 10$. (l'incertitude analytique est égale à l'écart-type du lot et peut donc être considérée comme considérable). En raison de l'incertitude analytique pour un lot avec une qualité de $CRP = 6,5\%$, le risque du producteur (PR) est supérieur à 11 pour cent (au lieu de 5 pour cent) en raison de la variation gonflée de x_i .

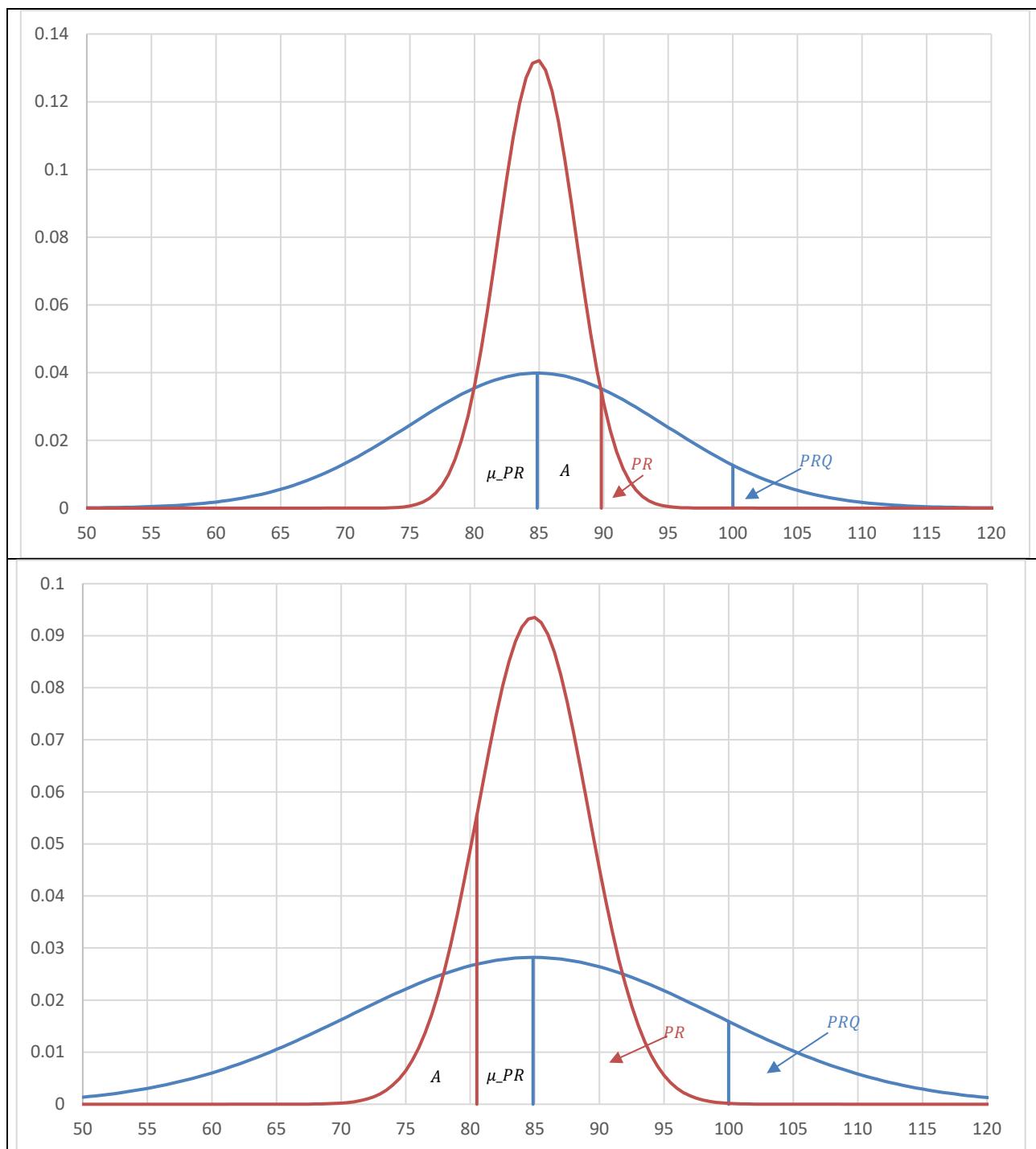
Figure 36: La courbe bleue représente la distribution de la caractéristique d'intérêt dans le lot. La zone de la courbe bleue au-dessus de $U=100$ est $PRQ=6,5\%$. La courbe rouge représente la distribution statistique de la moyenne arithmétique. Dans le diagramme en haut, il n'y a pas d'incertitude analytique, le PR est donc de 5 pour cent. Dans le diagramme en bas, l'incertitude analytique est non négligeable, ce qui entraîne une augmentation du PR à plus de 11 pour cent.



Scénario 2

Dans ce scénario, la limite supérieure de spécification est $U = 100$ et l'écart-type du lot est inconnu et il est estimé à partir de x_i . À ce stade, diverses choses peuvent se produire. Par exemple, le producteur pourrait constater que la qualité du lot est désormais de 8,5 pour cent de non conforme au lieu de 6,5 pour cent. Si cet écart est ignoré, le même plan que celui initialement envisagé est appliqué (notamment: $k = 1,025$), la limite d'acceptation est désormais 80,5 (au lieu de 90) en raison de l'estimation gonflée s , et le PR dépasse désormais 85 pour cent.

Figure 37: La courbe bleue représente la distribution de la caractéristique d'intérêt dans le lot. La zone de la courbe bleue au-dessus de $U=100$ est $PRQ=6,5\%$. La courbe rouge représente la distribution statistique de la moyenne arithmétique. Dans le diagramme en haut, il n'y a pas d'incertitude analytique, le PR est donc de 5 pour cent. Dans le diagramme en bas, l'incertitude analytique est non négligeable, ce qui entraîne une augmentation d'une courbe bleue beaucoup plus large et une valeur déformée pour A, ce qui donne un PR de près de 85 pour cent.



Troisième partie

Plans d'échantillonnage bayésiens

6. Plans bayésiens

Cette section présente un aperçu des plans bayésiens qui font l'objet de travaux nouveaux et en cours au sein de l'ISO et d'autres forums.

Il arrive souvent que des informations préalables sur la qualité des lots soient disponibles. Par exemple, le consommateur peut avoir déjà acheté des lots auprès du producteur du lot actuellement contrôlé. Il est donc pertinent de se poser la question suivante: est-il possible de proposer un cadre bayésien pour la conception de plans d'échantillonnage pour acceptation exploitant les informations préalables afin de réduire la taille de l'échantillon? Cette question sera abordée ci-après en relation avec le contrôle par attributs.

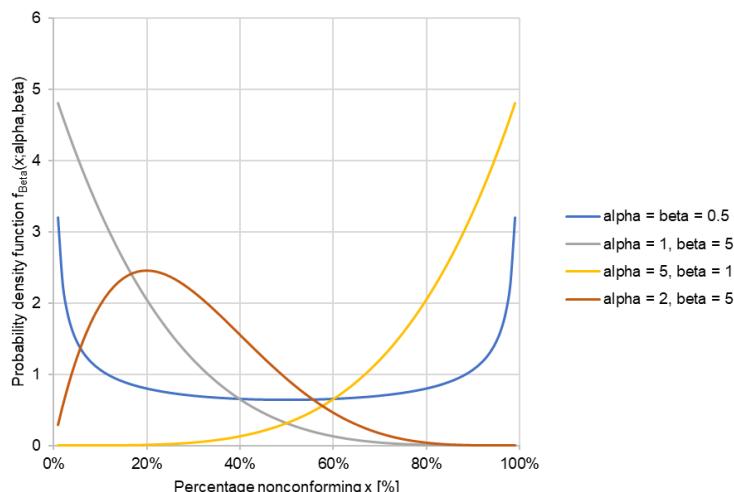
6.1 Distributions préalables

Les informations préalables du consommateur ou du producteur concernant le pourcentage de produits non conformes x sont intégrées dans la distribution préalable. Dans le cas d'un contrôle par attributs, l'hypothèse la plus simple concernant la distribution préalable pour x est qu'elle suit une distribution bêta.

La famille de distributions bêta est générée par deux hyperparamètres α et β . Pour un choix donné de α et β , la distribution bêta correspondante est notée $B\alpha, \beta$ et la fonction de densité de probabilité est notée $f_{Beta}(x; \alpha, \beta)$.

Le diagramme suivant illustre différentes distributions bêta. Comme on peut le constater, cette famille de distributions est très polyvalente, permettant de représenter des courbes très différentes grâce au choix de α et β .

Figure 38 Distributions bêta différentes



Probability Density Function ...alpha, beta = Fonction de densité de probabilité ... alpha, bêta
Percentage nonconforming x = Pourcentage de non-conformité x

Note: Le cas où aucune information préalable n'est disponible peut être représenté par le choix $\alpha=\beta=0,5$.

Une fois que les éléments d'un lot ont été testés, la distribution antérieure peut être mise à jour pour obtenir une distribution postérieure.

Si la distribution antérieure est une distribution bêta, la distribution postérieure est également une distribution bêta et les hyperparamètres postérieurs α_1 et β_1 sont obtenus à partir des hyperparamètres antérieurs α_0 et β_0 et du nombre d'éléments non conformes comme suit:

$$\alpha_1 = \alpha_0 + y$$

$$\beta_1 = \beta_0 + n - y$$

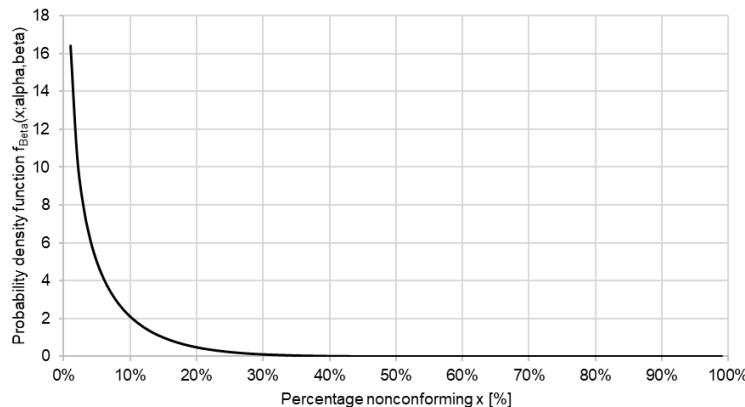
Par exemple, si 10 éléments d'un lot donné ont été contrôlés et que tous les 10 se sont avérés conformes (c'est-à-dire $y=0$), la valeur antérieure $\alpha_0=\beta_0=0,5$ est mise à jour comme suit:

$$\alpha_1 = 0,5 + 0 = 0,5$$

$$\beta_1 = 0,5 + 10 - 0 = 10,5$$

Les diagrammes suivants montrent la distribution bêta correspondant à $\alpha = 0,5$ et $\beta = 10,5$:

Figure 39 Densité de probabilité pour la distribution bêta $\alpha=0,5$, $\beta= 10,5$



*Probability Density Function ... alpha, beta = Fonction de densité de probabilité ... alpha, bêta
Percentage nonconforming x = Pourcentage de non-conformité x*

Comme on peut le constater, la fonction de densité Bêta (0,5,10,5) chute fortement entre $x = 0\%$ et $x = 30\%$ et est proche de 0 pour tous les pourcentages de non-conformité supérieurs à $x = 30\%$. Cela signifie que, sur la base de la fonction Bêta (0,5,0,5) précédente et du résultat du test $y = 0$ (sur 10 tests), on s'attend désormais à ce que le pourcentage de non-conformité ne dépasse pas 30 pour cent.

6.2 L'approche de probabilité de la conformité

Dans cette section, une approche est présentée pour spécifier des plans d'échantillonnage pour acceptation sur la base du concept de probabilité de conformité dans JCGM 106. L'approche décrite dans les normes ISO 2859 et ISO 3951 pose la question suivante: en présence d'un certain niveau de qualité (exprimé par exemple en pourcentage de non-conformité), quelle est la probabilité que le lot soit accepté? D'un autre côté, l'approche par probabilité de conformité pose la question suivante: dans le cas où un lot est accepté, quelle est la probabilité qu'il soit effectivement conforme? Dans la mesure où l'approche par probabilité de conformité part de l'acceptation ou du rejet du lot (c'est-à-dire des informations connues), elle peut être considérée comme plus pragmatique. Dans l'approche par probabilité de conformité, les probabilités et les risques sont calculés selon l'approche bayésienne. Le point de départ est une distribution préalable, qui englobe toutes les connaissances disponibles sur la propriété étudiée avant le contrôle du lot. Une fois les tests effectués, la distribution préalable est mise à jour en fonction des résultats. Cette distribution mise à jour est appelée distribution postérieure.

Définition de la probabilité de la conformité

La définition de la probabilité de conformité figurant dans la norme JCGM 106 peut être adaptée au contrôle du lot et à l'échantillonnage pour acceptation comme suit.

La probabilité de conformité est la probabilité que la qualité du lot se situe effectivement dans la zone de conformité C. Cette probabilité est calculée sur la base de la distribution postérieure.

Comme le montre la définition, une zone de conformité pour la qualité des lots doit être spécifiée. Il s'agit d'une rupture nette avec l'approche décrite dans les normes ISO 2859 et ISO 3951, où, même si les plans sont indexés selon certains niveaux de qualité considérés comme «bons» (PRQ, AQL) ou «mauvais» (CRQ, LQ), aucune zone de conformité n'est spécifiée pour la qualité des lots.

La zone de conformité C peut être spécifiée par une limite supérieure pour le pourcentage de non-conformité. Cette limite supérieure est notée x_C .

Définition des risques paramétriques et spécifiques du consommateur et du producteur

Dans les normes ISO 2859 et ISO 3951, les risques du consommateur et du producteur sont définis comme suit:

- Risque du producteur = probabilité qu'un lot de bonne qualité (par exemple PRQ ou AQL) ne soit pas accepté
- Risque consommateur = probabilité qu'un lot de mauvaise qualité (par exemple CRQ ou LQ) soit accepté

Dans le calcul des risques ISO, la qualité des lots est considérée comme le paramètre d'une distribution statistique. C'est pourquoi les risques ISO sont également appelés risques «paramétriques».

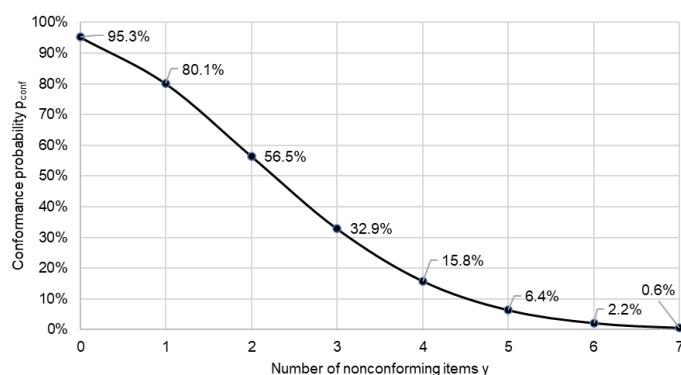
Dans JCGM 106, les risques spécifiques du consommateur et du producteur sont définis en «allant dans la direction opposée» par rapport aux définitions ISO:

- Risque spécifique du producteur = la probabilité qu'un lot qui n'a pas été accepté présente effectivement une qualité conforme.
- Risque spécifique du consommateur = la probabilité qu'un lot qui a été accepté présente effectivement une qualité non conforme

Courbes de probabilité de la conformité

Le concept de probabilité de la conformité permet d'élaborer des plans d'échantillonnage pour acceptation. Pour une taille d'échantillon n donnée, la probabilité de la conformité est calculée pour chaque résultat de test possible y (par exemple, le nombre d'éléments non conformes dans l'échantillon). Un plan d'échantillonnage pour acceptation peut ensuite être déterminé en exigeant que le risque spécifique pour le consommateur (le complément de la probabilité de conformité) soit inférieur à un certain seuil (par exemple, 5 pour cent). Cette procédure est illustrée dans le diagramme suivant, qui présente la courbe de probabilité de la conformité pour une zone de conformité de lot spécifiée par la limite supérieure $x_C = 10\%$ pour le pourcentage de non-conformités, la valeur bêta a priori (1,9) et la taille d'échantillon $n = 20$.

Figure 40: Courbe de probabilité de la conformité pour la limite supérieure de la région de conformité du lot $x_c = 10\%$, bêta a priori (1,9) et taille de l'échantillon $n = 20$



Conformance Probability = Probabilité de conformité ...

Number of nonconforming items y = Nombre d'éléments non conformes y

Comme on peut le constater, la probabilité de conformité est supérieure à 95 pour cent à $y = 0$. Par conséquent, le plan $n = 20$, $c = 0$ est un plan qui autorise un risque spécifique pour le consommateur inférieur à 5 pour cent.

Les risques du consommateur et du producteur

Le cadre bayésien de la norme JCGM 106 permet de définir divers risques. Ces risques répondent à différentes questions, résumées dans les tableaux suivants.

Tableau 5: Risques bayésiens du producteur – notation et interprétation

Risque	Notation	Définition
PR spécifique (évalué pour un résultat de test spécifique entraînant un rejet)	SPR(y)	Quelle est la probabilité qu'un lot soit conforme, étant donné qu'il est rejeté?
PR conditionnel (conditionné à la qualité du lot x)	CPR _x	Quelle est la probabilité qu'un lot soit rejeté, étant donné qu'il est conforme?
PR conditionnel (conditionné à tous les résultats du test entraînant un rejet)	CPR _y	Quelle est la probabilité qu'un lot soit conforme, étant donné qu'il est rejeté?
PR global	GPR	Quelle est la probabilité qu'un lot soit à la fois conforme et rejeté?
Probabilité globale de rejet	GP _{rej}	Quelle est la probabilité qu'un lot soit rejeté, qu'il soit conforme ou non?

Tableau 6: Risques bayésiens du consommateur – notation et interprétation

Risque	Notation	Interprétation
CR spécifique (évalué pour un résultat de test spécifique et aboutissant à une acceptation)	SCR(y)	Quelle est la probabilité qu'un lot soit non conforme, étant donné qu'il est accepté?
CR conditionnel (conditionné à la qualité du lot x)	CCR _x	Quelle est la probabilité qu'un lot soit accepté, étant donné qu'il est non conforme?
CR conditionnel (conditionné à tous les résultats du test entraînant un rejet)	CCR _y	Quelle est la probabilité qu'un lot soit non conforme, étant donné qu'il est accepté?
CR global	GCR	Quelle est la probabilité qu'un lot soit à la fois non conforme et accepté?
Probabilité globale d'acceptation	GP _{acc}	Quelle est la probabilité qu'un lot soit accepté, qu'il soit conforme ou non?

De plus amples informations concernant l'approche de probabilité de conformité peuvent être trouvées dans Uhlig et al.(2024)[21].

6.3 Approche utilitaire

6.3.1 Définition

La définition de l'utilité est la suivante :

Utilité pour un lot qui a été accepté = avantage associé à un lot accepté (en supposant que tous les éléments sont conformes), c'est-à-dire les recettes moins les dépenses
moins les dommages associés aux articles non conformes dans un lot accepté
moins les coûts de test et d'échantillonnage

$$\text{Utilité pour un lot qui a été rejeté} = \text{moins les coûts de test et d'échantillonnage}$$

Selon le contexte et le consommateur, les avantages peuvent refléter les bénéfices des ventes commerciales, les recettes fiscales, les considérations environnementales à long terme, la création de nouvelles opportunités commerciales, etc.; tandis que les dommages peuvent refléter des pertes commerciales, des impacts négatifs sur la santé, des coûts associés au rappel d'un lot et une image publique ternie.

6.3.2 Le consommateur

Dans l'échantillonnage pour acceptation, le consommateur est défini comme la partie qui accepte ou rejette le lot du producteur. Il peut s'agir d'un détaillant achetant des marchandises sur un marché de gros, d'un fabricant achetant des pièces détachées, d'un douanier ou d'un agent de sécurité sanitaire des aliments vérifiant le respect des limites légales de contaminants avant l'admission d'un lot à la frontière, etc. Le tableau suivant présente différentes interprétations des avantages et des inconvénients pour trois types de consommateurs.

Tableau 7: La signification des avantages et des dommages pour différents types de consommateurs

	Commerçant	Fabricant	État
Avantage associé aux éléments conformes	Bénéfice = recettes moins dépenses des articles conformes Recettes = revenus provenant de la vente des éléments du lot Dépenses = prix d'achat du lot, frais de transport, rémunération du personnel, frais généraux du point de vente, taxes	Le bénéfice réalisé sur les éléments conformes dépend de divers aspects tels que la rentabilité, l'innovation, la sécurité d'approvisionnement, la flexibilité et la durabilité.	Les avantages tirés des éléments conformes peut inclure : Impact positif sur la balance commerciale Avantages pour l'utilisateur final Impact sur l'emploi Recettes fiscales Innovation Impact positif sur l'environnement Impact positif sur la santé
Dommages associés aux éléments non conformes	Perte de revenus associée à des articles non conformes, par exemple des articles qui n'ont pas été vendus, pénalités contractuelles ou amendes légales, coûts associés au confinement et au rappel des articles	Perte de revenus associée aux éléments non conformes, par exemple des articles qui n'ont pas été vendus, pénalités contractuelles ou amendes légales, coûts associés au confinement et au rappel des éléments	Les dommages causés par des articles non conformes peuvent inclure: Impact négatif sur la santé Pertes de PNB Impact négatif sur l'environnement Pertes fiscales (par exemple dépenses extraordinaires) Impact négatif sur l'environnement

6.3.3 Expression mathématique

La définition de l'utilité permet d'appliquer un critère simple dans la conception des plans d'échantillonnage pour acceptation: sélectionner le plan qui maximise l'utilité.

Afin d'exprimer la fonction d'utilité en termes mathématiques, la notation suivante sera utilisée:

B = avantage associé à un élément conforme dans un lot accepté

D = dommages associés à un élément non conforme dans un lot accepté (les dommages sont entendus ici dans un sens très général, voir ci-dessous. Ce paramètre pourrait également être appelé «pertes».)

$$T = \text{les coûts de test et d'échantillonnage par élément}$$

Tous les coûts sont exprimés en termes B (l'avantage associé à un article conforme dans un lot accepté). Autrement dit, l'unité commune dans laquelle sont exprimés tous les termes de la fonction d'utilité est B. Par exemple, les dommages associés à un élément non conforme D pourraient être de 10 B; et les coûts d'essai et d'échantillonnage par élément T pourraient être de 5 B. Les valeurs de D et T exprimées en termes de B seront rapportées à la structure des coûts.

La quantité B a donc un double rôle: d'une part, elle désigne le bénéfice spécifique à l'objet et, d'autre part, elle sert d'unité pour exprimer D (dommages) et T (coûts des tests). Les valeurs de D et T sont donc relatives à B. L'intérêt d'exprimer D et T par rapport à B est double:

- d'une part, il peut être plus facile de fournir des valeurs pour D et T par rapport à B plutôt que des valeurs monétaires
- d'autre part, le fait que ces valeurs soient relatives met en évidence que c'est la relation entre les coûts et les bénéfices plutôt que les valeurs absolues ou monétaires elles-mêmes qui jouent un rôle central dans l'approche utilitaire.

Spécifier le paramètre B du point de vue d'un État (le consommateur est par exemple une agence de sécurité sanitaire des aliments ou un agent des douanes) n'est pas toujours simple. En effet, du point de vue de l'État, certains aspects positifs d'une transaction commerciale réussie peuvent être intangibles ou difficiles à valoriser précisément. Dans ce cas, il est généralement recommandé d'utiliser le prix d'achat du lot.

Le paramètre de dommages (ou pertes) D peut avoir différentes significations. En l'absence d'autres coûts et de possibilités de réutilisation pour les articles non vendus, la valeur $D = B$ correspond au cas où le seul coût associé à un article non conforme est la perte de revenus due à sa non-vente. Une valeur telle que $D = 1,5 B$ correspond au scénario où, outre les pertes, des coûts supplémentaires sont associés aux articles non conformes, tels que les coûts liés à la gestion des déchets. Une valeur telle que $D = 10 B$ pourrait refléter des coûts supplémentaires liés à la pollution environnementale, à l'atteinte à la réputation du détaillant (clients mécontents qui se tournent vers un autre fournisseur, image publique ternie), etc. Des valeurs plus élevées, telles que $D = 25 B$ ou $D = 100 B$, reflètent des coûts supplémentaires substantiels, tels que ceux liés au rappel d'un lot ou aux frais de santé. Il peut être difficile de quantifier les coûts de la santé liés aux articles non conformes (par exemple, les frais d'hospitalisation dus à l'ingestion de viande contaminée). Une approche pourrait consister à introduire une unité auxiliaire telle que W = salaire correspondant à une journée de travail pour un «travailleur moyen». Par exemple, si un bref séjour à l'hôpital est quantifié à 5 W et si le bénéfice (bénéfice B) associé à l'élément à l'origine du problème de santé (par exemple, de la viande contaminée) est de 0,1 W, alors D est calculé à 50 B.

Enfin, nous introduisons également la notation suivante :

N	Nombre d'articles dans le lot
M	Nombre d'articles non conformes dans le lot
n	Taille de l'échantillon (c'est-à-dire nombre d'éléments dans l'échantillon)

La fonction d'utilité est définie comme suit:

$$U(N, B, M, D, T, n) = \begin{cases} B \cdot N - D \cdot M - T \cdot n, & \text{si le lot est accepté} \\ -T \cdot n, & \text{si le lot est rejeté} \end{cases}$$

Dans le cas d'un lot accepté, la fonction d'utilité peut être réécrite comme

$$U(N, B, M, D, T, n) = N \cdot \left(B - D \cdot \frac{M}{N} - T \cdot \frac{n}{N} \right)$$

Il convient de noter que M est un entier qui, en général, reste inconnu. L'objectif de la procédure d'échantillonnage pour acceptation est d'obtenir une estimation de U au moyen d'un estimateur approprié (non biaisé) de M (ou de la proportion d'articles non conformes $\frac{M}{N}$), en tenant compte de toutes les informations antérieures.

6.3.4 Exemple

Afin d'illustrer le concept d'utilité ainsi que les coefficients de bénéfice et de préjudice discutés dans la section précédente, nous considérons le cas où l'utilité est simplement une valeur donnée plutôt que la valeur attendue d'une variable aléatoire.

Prenez un cas où un détaillant accepte et achète un lot de 2 000 pommes (400 kg) au prix de gros de 600 €. Il prévoit de vendre toutes les pommes à un prix au détail moyen de 4 € par kg. Le total des ventes (si toutes les pommes sont vendues) pour ce lot s'élèvera donc à 1 600 €. Les frais de transport s'élèvent à 20 €. Le détaillant a payé au vendeur 100 € pour la journée de travail.

Le bénéfice pour l'ensemble du lot (en supposant que toutes les pommes soient vendues) pour le détaillant est donc

$$1600 \text{ €} - 600 \text{ €} - 20 \text{ €} - 100 \text{ €} = 880 \text{ €}^8$$

Au total, 100 pommes (20 kg) présentaient des défauts qui ont entraîné leur rejet (non-vente). Le détaillant estime que les pertes causées par les articles non conformes s'élèvent à 80 €.

Bénéfice, perte et coûts d'essai pour cet exemple

Utilité pour un lot qui a été accepté	=	bénéfice associé à un lot accepté (en supposant que tous les articles sont conformes), c'est-à-dire les recettes moins les dépenses	880 €
		moins les pertes associées aux articles non conformes dans un lot accepté	Moins 80 €
		moins les coûts d'échantillonnage et de test	moins 0 €

Ainsi, dans cet exemple, l'utilité du lot est de **800 €**. Calculons maintenant les paramètres B et D (nous savons déjà que T=0). Le bénéfice par article conforme (pomme sans défaut) B exprimé en euros est

$$B = \frac{880 \text{ €}}{2000 \text{ pommes dans le lot}} = 0,44 \text{ € par pomme}$$

Les pertes associées aux articles non conformes sont

$$D = \frac{80 \text{ €}}{100 \text{ pommes avec des défauts}} = 0,8 \text{ € par pomme}$$

Si le coefficient de pertes est exprimé en termes de B, nous avons

$$D = \frac{0,8 \text{ € par pomme}}{0,44 \text{ € par pomme}} = 1,82 B \text{ par pomme}$$

Le tableau suivant résume l'exemple

Tableau 8: Résumé de l'exemple d'un lot de 1000 pommes

Taille du lot	$N = 2000$
Taille de l'échantillon	$n = 0$
Critère d'acceptation	c Non applicable
Coûts d'échantillonnage et des tests	$T = 0 B$
Perte par article non conforme	$D = 1,82 B$

⁸Par souci de simplicité, ni les frais généraux (liés au point de vente) ni les taxes ne sont inclus ici.

Conversion du bénéfice par élément non conforme	$B = 0,44 \text{ €}$
Proportion des éléments non conformes	$x_0 = 5\%$
Utilité	$ \begin{aligned} & B \cdot N - D \cdot M - T \cdot n \\ &= 0,44 \text{ €} \cdot 2000 - 1,82 \cdot 0,88 \text{ €} \cdot 100 \\ &= 800 \text{ €} \end{aligned} $

Note 1

Si le détaillant achète des citrons au lieu de pommes et que ces derniers sont exposés à la vente dans son point de vente pendant 10 jours, il s'inquiète de la propagation de moisissures par contamination par les citrons avariés voisins. Si les citrons sont vendus individuellement et que le détaillant constate qu'en moyenne, un citron avarié contamine cinq citrons voisins en 10 jours, cet état de fait peut être pris en compte en multipliant le coefficient D par 5.

Note 2

Si un distributeur intermédiaire achète un lot de 500 caisses de 2 000 pommes (10^6 pommes), il est probable que le lot soit contrôlé avant acceptation. Dans ce cas, T sera différent de zéro.

Note 3

Si l'objectif est d'utiliser l'approche utilitaire afin de déterminer le plan d'échantillonnage pour acceptation (taille de l'échantillon n et nombre d'acceptation c), alors le coefficient de dommages peut être spécifié via la valeur moyenne de la distribution préalable pour le pourcentage non conforme.

Afin d'illustrer ce point, nous commençons par l'observation que, dans l'exemple ci-dessus, au moins 900 pommes doivent être vendues pour que le détaillant atteigne le seuil de rentabilité:

Dépenses (Prix d'achat du lot + frais de transport + rémunération du vendeur)	720 €
Prix de la pomme au détail	0,8 €
Bénéfice de la vente de 900 pommes (180 kg)	720 €

Ainsi, un maximum de 1 100 articles non conformes (1 100 pommes présentant des imperfections conduisant à leur rejet) peut être toléré pour atteindre le seuil de rentabilité. Cela correspond à un pourcentage maximal de non-conformités de 55 pour cent.

Si le détaillant utilise une distribution préalable pour le pourcentage de non-conformités dont la valeur moyenne est de 10 pour cent (soit bien inférieure au maximum de 55 pour cent), alors D peut être déterminé comme suit. Premièrement, nous remarquons que le pourcentage de non-conformités correspond à $\frac{M}{N}$. En l'absence de coûts de test, l'utilité est simplement

$$U = N \cdot B - D \cdot M$$

Avec $U=0$ (c'est-à-dire l'acceptation du lot au sens du seuil de rentabilité), nous obtenons l'expression suivante pour le coefficient de dommages:

$$D = \frac{N}{M} \cdot B$$

Si D est exprimé en termes de B, alors cela se simplifie en

$$D = \frac{N}{M}$$

Pour $\frac{M}{N} = 0,1$ (l'information préalable avec laquelle le détaillant travaille), on obtient ainsi $D=10$.

Note 4

Il est important de comprendre l'impact de D sur l'utilité. En particulier, en l'absence de coûts d'échantillonnage et de tests, la valeur $D = 1$ B signifie qu'un seul article vendu suffit pour avoir une utilité positive.

En effet, pour $M=N-1$ et $D=1$ B on a

$$U = N \cdot B - D \cdot M = N - M = N - (N - 1) = 1$$

6.3.5 Le rôle de la distribution préalable

Dans l'exemple de la section précédente, le lot a déjà été accepté et acheté, et la proportion d'articles non conformes x_0 peut être déterminée empiriquement par un contrôle à 100 pour cent du lot. Autrement dit, dans ce cas, x_0 est une valeur déterminée empiriquement plutôt qu'une variable aléatoire (d'où la notation avec l'indice). Cependant, l'objectif de l'approche utilitaire est de déterminer la taille de l'échantillon et le nombre d'acceptations – autrement dit, de concevoir le plan d'échantillonnage d'acceptation – avant le contrôle des lots. C'est pourquoi, dans ce qui suit, la valeur x_0 déterminée empiriquement sera remplacée par une variable aléatoire X dont la distribution est appelée distribution préalable (prior). Cela donne une signification légèrement différente à l'utilité : au lieu d'une valeur empirique correspondant à un lot donné, il s'agit désormais d'une valeur attendue, au sens probabiliste. L'utilité attendue pour un plan donné (taille d'échantillon n et taux d'acceptation c), calculée sur la base de la distribution préalable, est notée $u_{prior}(n, c)$.

6.3.6 Courbes d'utilité

Les diagrammes suivants montrent des courbes d'utilité :

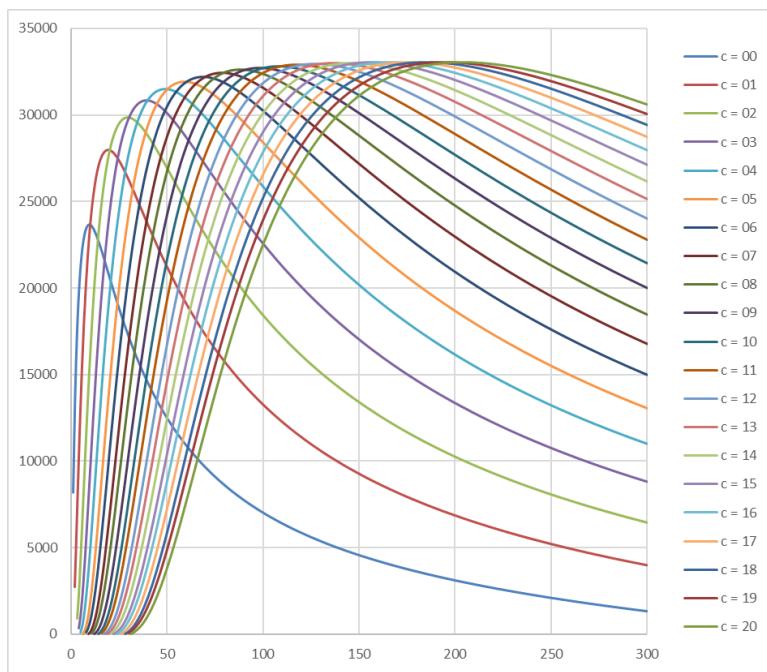
- pour le bêta préalable (1,9) avec une valeur moyenne de 10 pour cent de pourcentage non conforme
- pour la valeur Bêta prior (0,5, 0,5) avec une valeur moyenne de 50 pour cent de pourcentage non conforme (valeur préalable « non informative »)

L'axe des abscisses x indique la taille de l'échantillon n et l'axe des ordonnées y indique l'utilité espérée $u_{prior}(n, c)$. Une courbe distincte est disponible pour chaque critère d'acceptation c.

Comme on peut le voir, les valeurs d'utilité pour la théorie a priori la plus optimiste sont plus grandes (maximum autour de 33 000 B) que pour la théorie a priori non informative (maximum autour de 12 600 B).

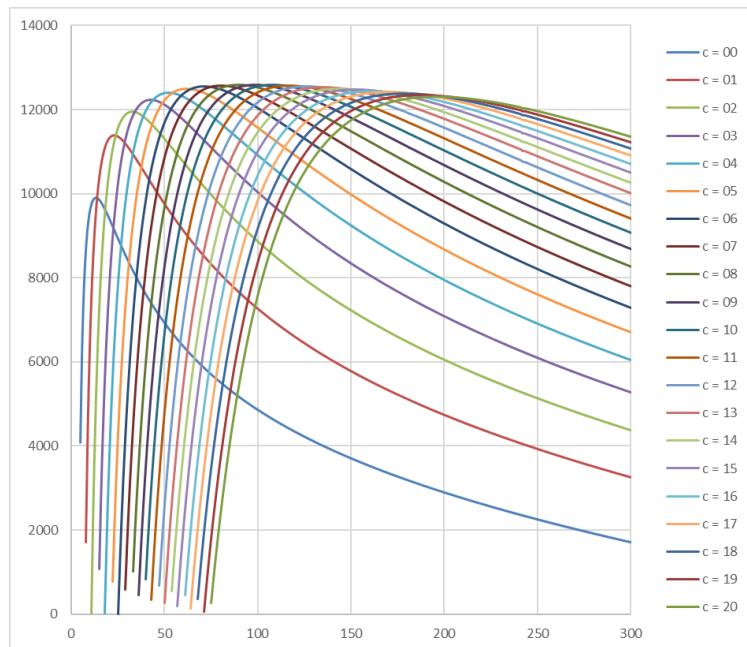
Le diagramme suivant montre les courbes d'utilité pour le bêta prior (1,9), la taille du lot $N = 100\ 000$ et la structure de coûts $D = 10$ B et $T = 5$ B. Le plan optimal est $n = 175$, $c = 17$ (utilité = 33 043 B).

Figure 41: Courbes d'utilité pour différentes valeurs de critère d'acceptation c en fonction de la taille de l'échantillon n pour le bêta prior (1,9), la taille du lot N = 100 000 et la structure de coûts D = 10 B et T = 5 B



Le diagramme suivant présente les courbes d'utilité pour le Bêta prior de Jeffreys (0,5,0,5), qui représente le cas où aucune information préalable n'est disponible (préalable non informatif). Comme dans le diagramme précédent, la taille du lot N est de 100 000 et la structure de coûts est D = 10 B et T = 5 B. Le plan optimal est n = 99, c = 9 (utilité = 12 592 B).

Figure 42: Courbes d'utilité pour différentes valeurs de critère d'acceptation c en fonction de la taille de l'échantillon n pour le bêta prior (0,5, 0,5), la taille du lot N = 100 000 et la structure de coûts D = 10B et T = 5 B



Comme le montrent les diagrammes ci-dessus, les courbes d'utilité semblent stagner autour de la valeur maximale. Ceci justifie la procédure suivante : nous proposons de considérer les plans dont l'utilité se situe à moins de 10 pour cent de l'utilité maximale. Cela permettra de réduire considérablement la taille de l'échantillon tout en maintenant un impact négligeable sur l'utilité.

Par exemple, l'utilité maximale pour la distribution Bêta prior (1,9) est de 30457B. En soustrayant 10 pour cent de cette valeur maximale, on obtient 29739 B. La courbe c=2 dépasse cette valeur à n=27. Par conséquent, le plan n=175, c=17 peut être remplacé par n=27, c=2.

6.3.7 Plans normalisés

Cette section fournit des tableaux avec des plans normalisés pour le praticien. On suppose qu'il n'y a pas d'erreur de contrôle et que des informations préalables sont disponibles sous forme de résultats d'essais antérieurs effectués sur des articles du producteur du lot actuellement contrôlé. On suppose que ces essais ont été réalisés récemment, par exemple au cours des deux ou trois derniers mois. Dans les tableaux, les résultats des essais précédents sont représentés par le couple (n_0 , y_0), où n_0 indique le nombre d'articles précédemment testés et y_0 le nombre d'articles non conformes issus de ces essais récents.

Pour un couple donné (n_0, y_0), les plans sont calculés sur la base d'un Bêta prior (α, β) pour le pourcentage non conforme où

$$\alpha = y_0 + 0,5$$

$$\beta = n_0 - y_0 + 0,5$$

Le couple ($n_0=0, y_0=0$) représente l'absence d'information préalable. Ce scénario est représenté à la première ligne de chaque tableau. Les plans normalisés correspondants sont basés sur la distribution préalable non informative de Jeffreys, c'est-à-dire le bêta prior (0,5,0,5).

Les plans normalisés peuvent être utilisés pour répondre à deux questions:

Question 1: Compte tenu des informations préalables, d'une structure de coûts et d'une taille de lot, quel plan d'échantillonnage pour acceptation doit être appliqué?

Question 2: En présence d'une structure de coûts et une taille de lot, quel type d'informations préalables est nécessaire pour parvenir à un plan d'échantillonnage pour acceptation dont la charge de travail est acceptable (ou même pour qu'il vaille la peine d'effectuer un échantillonnage pour acceptation).

Afin d'illustrer l'utilisation des plans normalisés pour répondre à ces deux questions, considérons les exemples suivants:

Exemple 1

Un lot de taille de $N = 100\ 000$ paquets de céréales a été acheté au prix de 100 000 GCU (GCU signifiant unité monétaire générique). Le détaillant qui a acheté le lot prévoit de vendre chaque paquet à 6 GCU. Un calcul simplifié (c'est-à-dire sans tenir compte des frais généraux, etc.) donne donc un bénéfice par article de $B = 5$ GCU. Supposons que les coûts d'échantillonnage et de test soient de 25 GCU par paquet. Le paramètre correspondant est donc $T = 5$ B. Enfin, si les dommages associés à un article non conforme consistent en un client insatisfait qui risque de ne plus revenir chez le détaillant, le paramètre D peut être spécifié comme $D = 10$ B.

Réponse à la question 1: Dans ce contexte, si le détaillant a récemment acheté un autre lot et testé 20 paquets, dont aucun n'était non conforme, alors le plan $n=33$, $c=1$ peut être appliqué.

Réponse à la question 2: Si le détaillant souhaite tester, par exemple, pas plus de 10 paquets, des informations préalables basées sur au moins 50 paquets testés seraient nécessaires.

Exemple 2

Un lot de conserves de saumon est contrôlé selon les critères de conformité définis à la section 8 de la norme CXS 3-1981. Supposons que la taille du lot soit $N = 1\ 000$ articles (boîtes) et que les coûts d'échantillonnage et d'analyse par article soient $T = 5$ B (comme dans l'exemple 1). Enfin, les dommages associés à un article non conforme consistent en un consommateur insatisfait qui risque de ne plus se rendre chez le détaillant, et le paramètre D peut être spécifié comme $D = 10$ B (comme dans l'exemple 1).

Réponse à la question 1: Dans ce contexte, si le consommateur dispose de données provenant de cinq conserves récemment testées provenant du même fournisseur, dont l'une était non conforme, la décision serait de les rejeter sans les tester.

Réponse à la question 2: Le consommateur devrait tester trois conserves supplémentaires avant d'investir dans le contrôle d'un lot de 1 000 conserves. Avec les informations préalables $n_0 = 8$ et $y_0 = 1$, le plan d'échantillonnage pour acceptation serait (10,0).

Notation

La notation suivante est utilisée dans les tableaux.

n_0	Tests antérieurs / Informations préalables Nombre d'articles testés avant le contrôle du lot en cours
y_0	Tests antérieurs / Informations préalables Nombre d'articles non conformes
N	Taille du lot
D	Dommages/pertes/coûts par article non conforme (exprimés en termes de bénéfice par article B)
T	Coûts d'échantillonnage et de test par article (exprimés en termes de bénéfice par article B)
a	Accepté sans tester
r	Rejeté sans tester
(n, c)	Plan pour acceptation avec une taille d'échantillon n un critère d'acceptation c

Tableau 9: Plans normalisés pour les coûts d'essais et d'échantillonnage T=5 B

Résultats de l'essai prior		N	1000					10000					100000				
			D	1,5	3	10	30	100	1,5	3	10	30	100	1,5	3	10	30
n_0	y_0	T/N	0,500%					0,050%					0,005%				
0	0		(1,0)	(2,0)	(7,0)	r	r	(2,1)	(5,1)	(15,1)	(25,0)	r	(2,1)	(7,2)	(21,1)	(50,1)	(93,0)
1	0		a	(2,0)	(7,0)	r	r	a	(4,1)	(15,1)	(27,0)	(78,0)	a	(4,1)	(24,2)	(53,1)	(110,0)
2	0		a	(1,0)	(6,0)	r	r	a	(3,1)	(14,1)	(28,0)	(77,0)	a	(3,1)	(20,1)	(54,1)	(119,0)
3	0		a	(1,0)	(5,0)	(20,0)	r	a	(1,0)	(13,1)	(28,0)	(76,0)	a	(3,1)	(18,1)	(54,1)	(131,0)
4	0		a	(1,0)	(5,0)	(19,0)	r	a	(1,0)	(12,1)	(28,0)	(76,0)	a	(1,0)	(16,1)	(53,1)	(147,1)
5	0		a	(1,0)	(4,0)	(18,0)	r	a	(1,0)	(11,1)	(28,0)	(76,0)	a	(1,0)	(14,1)	(52,1)	(147,1)
8	0		a	(1,0)	(3,0)	(15,0)	r	a	(1,0)	(7,0)	(26,0)	(74,0)	a	(1,0)	(10,1)	(49,1)	(144,1)
10	0		a	(1,0)	(3,0)	(14,0)	r	a	(1,0)	(5,0)	(24,0)	(73,0)	a	(1,0)	(9,1)	(46,1)	(143,1)
13	0		a	(1,0)	(2,0)	(12,0)	r	a	(1,0)	(4,0)	(21,0)	(71,0)	a	(1,0)	(7,1)	(42,1)	(140,1)
20	0		a	(1,0)	(2,0)	(8,0)	r	a	(1,0)	(3,0)	(15,0)	(65,0)	a	(1,0)	(3,0)	(33,1)	(133,1)
30	0		a	(1,0)	(2,0)	(6,0)	r	a	(1,0)	(3,0)	(9,0)	(57,0)	a	(1,0)	(3,0)	(22,1)	(122,1)
50	0		a	(1,0)	(2,0)	(5,0)	(22,0)	a	(1,0)	(2,0)	(7,0)	(41,0)	a	(1,0)	(3,0)	(9,0)	(80,0)
80	0		a	(1,0)	(2,0)	(4,0)	(14,0)	a	(1,0)	(2,0)	(6,0)	(23,0)	a	(1,0)	(3,0)	(7,0)	(50,0)
100	0		a	(1,0)	(2,0)	(4,0)	(12,0)	a	(1,0)	(2,0)	(6,0)	(18,0)	a	(1,0)	(3,0)	(7,0)	(34,0)
1	1		(2,1)	(3,0)	r	r	r	(4,2)	(7,1)	(11,0)	r	r	(6,3)	(12,3)	(22,1)	(36,0)	(87,0)
2	1		a	(5,1)	r	r	r	(2,1)	(9,2)	(16,0)	r	r	(3,2)	(15,4)	(33,2)	(59,1)	r
3	1		a	(4,1)	r	r	r	a	(8,2)	(21,1)	r	r	a	(14,4)	(41,3)	(64,1)	r
4	1		a	(3,1)	r	r	r	a	(7,2)	(22,1)	r	r	a	(10,3)	(43,3)	(69,1)	r
5	1		a	(3,1)	r	r	r	a	(6,2)	(22,1)	r	r	a	(8,3)	(46,3)	(72,1)	r
8	1		a	(1,0)	(10,0)	r	r	a	(2,1)	(23,1)	r	r	a	(3,1)	(48,4)	(96,2)	r
10	1		a	(1,0)	(8,0)	r	r	a	(2,1)	(25,2)	(45,0)	r	a	(2,1)	(45,4)	(98,2)	r
13	1		a	(1,0)	(6,0)	r	r	a	(1,0)	(19,1)	(42,0)	r	a	(2,1)	(37,3)	(102,2)	(159,0)
20	1		a	(1,0)	(3,0)	r	r	a	(1,0)	(10,1)	(58,1)	r	a	(1,0)	(20,2)	(106,2)	(159,0)
30	1		a	(1,0)	(3,0)	r	r	a	(1,0)	(6,1)	(49,1)	r	a	(1,0)	(7,1)	(97,2)	(156,0)
50	1		a	(1,0)	(2,0)	(9,0)	r	a	(1,0)	(4,0)	(30,1)	r	a	(1,0)	(5,1)	(64,2)	(147,0)
80	1		a	(1,0)	(2,0)	(6,0)	r	a	(1,0)	(3,0)	(10,0)	r	a	(1,0)	(3,0)	(20,1)	(180,1)
100	1		a	(1,0)	(2,0)	(5,0)	r	a	(1,0)	(3,0)	(8,0)	(87,0)	a	(1,0)	(3,0)	(15,1)	(167,1)
8	2		a	(3,1)	r	r	r	a	(6,2)	(25,1)	r	r	a	(12,4)	(48,3)	(68,1)	r

10	2	a	(1,0)	r	r	r	a	(3,1)	(25,1)	r	r	a	(6,2)	(56,4)	(74,1)	r
13	2	a	(1,0)	r	r	r	a	(2,1)	(26,1)	r	r	a	(3,1)	(62,5)	(80,1)	r
20	2	a	(1,0)	(8,0)	r	r	a	(2,1)	(26,2)	r	r	a	(2,1)	(56,5)	(109,2)	r
30	2	a	(1,0)	(3,0)	r	r	a	(1,0)	(12,1)	r	r	a	(2,1)	(30,3)	(133,3)	r
50	2	a	(1,0)	(3,0)	r	r	a	(1,0)	(6,1)	(59,1)	r	a	(1,0)	(7,1)	(122,3)	r
80	2	a	(1,0)	(2,0)	(10,0)	r	a	(1,0)	(5,1)	(32,1)	r	a	(1,0)	(6,1)	(87,3)	r
100	2	a	(1,0)	(2,0)	(7,0)	r	a	(1,0)	(3,0)	(19,1)	r	a	(1,0)	(5,1)	(46,2)	(186,0)
20	3	a	(1,0)	r	r	r	a	(2,1)	(27,1)	r	r	a	(2,1)	(70,5)	(81,1)	r
30	3	a	(1,0)	(8,0)	r	r	a	(2,1)	(27,2)	r	r	a	(2,1)	(66,6)	(92,1)	r
50	3	a	(1,0)	(3,0)	r	r	a	(1,0)	(7,1)	r	r	a	(1,0)	(15,2)	(143,3)	r
80	3	a	(1,0)	(2,0)	r	r	a	(1,0)	(5,1)	(60,1)	r	a	(1,0)	(6,1)	(127,3)	r
100	3	a	(1,0)	(2,0)	r	r	a	(1,0)	(5,1)	(41,1)	r	a	(1,0)	(6,1)	(107,3)	r
50	4	a	(1,0)	(4,0)	r	r	a	(1,0)	(17,2)	r	r	a	(2,1)	(46,5)	(100,1)	r
80	4	a	(1,0)	(3,0)	r	r	a	(1,0)	(6,1)	r	r	a	(1,0)	(8,1)	(147,3)	r
100	4	a	(1,0)	(3,0)	r	r	a	(1,0)	(5,1)	r	r	a	(1,0)	(6,1)	(142,3)	r

Tableau 10: Plans normalisés pour les coûts d'essais et d'échantillonnage T=25 B

Résultats de l'essai prior		N	1000					10000					100000				
			D	1,5	3	10	30	100	1,5	3	10	30	100	1,5	3	10	30
n ₀	y ₀	T/N	2,500%					0,250%					0,025%				
0	0		(1,0)	(2,0)	r	r	r	(2,1)	(4,1)	(8,0)	r	r	(2,1)	(5,1)	(16,1)	(29,0)	(78,0)
1	0		a	(1,0)	r	r	r	a	(2,0)	(8,0)	(22,0)	r	a	(4,1)	(16,1)	(34,0)	(80,0)
2	0		a	(1,0)	(5,0)	r	r	a	(1,0)	(7,0)	(21,0)	r	a	(3,1)	(15,1)	(44,1)	(81,0)
3	0		a	(1,0)	(4,0)	r	r	a	(1,0)	(7,0)	(21,0)	r	a	(1,0)	(14,1)	(43,1)	(81,0)
4	0		a	(1,0)	(4,0)	r	r	a	(1,0)	(6,0)	(20,0)	r	a	(1,0)	(13,1)	(43,1)	(81,0)
5	0		a	(1,0)	(3,0)	r	r	a	(1,0)	(5,0)	(19,0)	r	a	(1,0)	(12,1)	(42,1)	(81,0)
8	0		a	(1,0)	(2,0)	r	r	a	(1,0)	(4,0)	(17,0)	r	a	(1,0)	(9,1)	(39,1)	(80,0)
10	0		a	(1,0)	(2,0)	r	r	a	(1,0)	(3,0)	(15,0)	r	a	(1,0)	(7,1)	(37,1)	(80,0)
13	0		a	(1,0)	(2,0)	r	r	a	(1,0)	(3,0)	(13,0)	r	a	(1,0)	(4,0)	(34,1)	(80,0)
20	0		a	(1,0)	(2,0)	(5,0)	r	a	(1,0)	(2,0)	(9,0)	(55,0)	a	(1,0)	(3,0)	(22,0)	(77,0)
30	0		a	(1,0)	(2,0)	(4,0)	r	a	(1,0)	(2,0)	(6,0)	(44,0)	a	(1,0)	(3,0)	(11,0)	(70,0)
50	0		a	(1,0)	(2,0)	(4,0)	r	a	(1,0)	(2,0)	(5,0)	(28,0)	a	(1,0)	(3,0)	(7,0)	(53,0)
80	0		a	(1,0)	(2,0)	(3,0)	r	a	(1,0)	(2,0)	(5,0)	(16,0)	a	(1,0)	(2,0)	(6,0)	(30,0)
100	0		a	(1,0)	(2,0)	(3,0)	(9,0)	a	(1,0)	(2,0)	(5,0)	(14,0)	a	(1,0)	(2,0)	(6,0)	(22,0)
1	1		(1,0)	r	r	r	r	(2,1)	(4,0)	r	r	r	(4,2)	(9,2)	(15,0)	(29,0)	r
2	1		a	(2,0)	r	r	r	(2,1)	(5,1)	r	r	r	(2,1)	(11,3)	(22,1)	(36,0)	r
3	1		a	(2,0)	r	r	r	a	(5,1)	r	r	r	a	(10,3)	(24,1)	(40,0)	r
4	1		a	(1,0)	r	r	r	a	(4,1)	(13,0)	r	r	a	(8,2)	(30,2)	(42,0)	r
5	1		a	(1,0)	r	r	r	a	(3,1)	(12,0)	r	r	a	(6,2)	(30,2)	(43,0)	r
8	1		a	(1,0)	r	r	r	a	(1,0)	(11,0)	r	r	a	(2,1)	(29,2)	(45,0)	r
10	1		a	(1,0)	r	r	r	a	(1,0)	(10,0)	r	r	a	(2,1)	(28,2)	(66,1)	r
13	1		a	(1,0)	r	r	r	a	(1,0)	(9,0)	r	r	a	(2,1)	(24,2)	(65,1)	r
20	1		a	(1,0)	(2,0)	r	r	a	(1,0)	(4,0)	r	r	a	(1,0)	(12,1)	(63,1)	r
30	1		a	(1,0)	(2,0)	r	r	a	(1,0)	(3,0)	(25,0)	r	a	(1,0)	(6,1)	(58,1)	r
50	1		a	(1,0)	(2,0)	r	r	a	(1,0)	(2,0)	(11,0)	r	a	(1,0)	(5,1)	(37,1)	r
80	1		a	(1,0)	(2,0)	(4,0)	r	a	(1,0)	(2,0)	(6,0)	r	a	(1,0)	(3,0)	(16,1)	(111,0)
100	1		a	(1,0)	(2,0)	(4,0)	r	a	(1,0)	(2,0)	(6,0)	r	a	(1,0)	(3,0)	(11,0)	(111,0)
8	2		a	(1,0)	r	r	r	a	(3,1)	r	r	r	a	(9,3)	(27,1)	r	r
10	2		a	(1,0)	r	r	r	a	(2,1)	r	r	r	a	(5,2)	(34,2)	r	r
13	2		a	(1,0)	r	r	r	a	(2,1)	r	r	r	a	(2,1)	(35,2)	r	r
20	2		a	(1,0)	r	r	r	a	(1,0)	(9,0)	r	r	a	(2,1)	(35,3)	r	r
30	2		a	(1,0)	(3,0)	r	r	a	(1,0)	(5,0)	r	r	a	(1,0)	(18,2)	(78,1)	r
50	2		a	(1,0)	(2,0)	r	r	a	(1,0)	(3,0)	r	r	a	(1,0)	(6,1)	(68,1)	r
80	2		a	(1,0)	(2,0)	r	r	a	(1,0)	(3,0)	(11,0)	r	a	(1,0)	(5,1)	(41,1)	r
100	2		a	(1,0)	(2,0)	(5,0)	r	a	(1,0)	(2,0)	(7,0)	r	a	(1,0)	(5,1)	(22,1)	r

20	3	a	(1,0)	r	r	r	a	(2,1)	r	r	r	a	(2,1)	(37,2)	r	r
30	3	a	(1,0)	r	r	r	a	(1,0)	(9,0)	r	r	a	(2,1)	(37,3)	r	r
50	3	a	a	(2,0)	r	r	a	(1,0)	(4,0)	r	r	a	(1,0)	(9,1)	r	r
80	3	a	(1,0)	(2,0)	r	r	a	(1,0)	(3,0)	r	r	a	(1,0)	(6,1)	(69,1)	r
100	3	a	(1,0)	(2,0)	r	r	a	(1,0)	(3,0)	(16,0)	r	a	(1,0)	(5,1)	(55,1)	r
50	4	a	(1,0)	(3,0)	r	r	a	(1,0)	(5,0)	r	r	a	(2,1)	(21,2)	r	r
80	4	a	(1,0)	(2,0)	r	r	a	(1,0)	(5,1)	r	r	a	(1,0)	(6,1)	r	r
100	4	a	(1,0)	(2,0)	r	r	a	(1,0)	(3,0)	r	r	a	(1,0)	(6,1)	(73,1)	r

Notes de caractère général

Note 1

À mesure que la taille du lot N augmente, la taille de l'échantillon augmente également, mais parallèlement, il devient plus facile de justifier l'investissement dans le contrôle des lots; les plans sont alors disponibles à des valeurs n_0 plus faibles. Cela s'explique par l'augmentation des avantages liés à l'augmentation de la taille du lot.

Note 2

Pour une structure de coûts et une taille de lot données, la taille de l'échantillon est inférieure pour $T = 25$ B que pour $T = 5$ B. D'autre part, une valeur n_0 plus élevée est requise avant d'engager des ressources pour l'échantillonnage pour acceptation avec $T = 25$ B.

Note 3

Les entrées « r » (surlignées en rouge dans le tableau) indiquent que le lot doit être rejeté sans test. Ceci doit être interprété comme suit: compte tenu des coûts de test et des dommages liés aux articles non conformes, il est logique d'investir dans le contrôle du lot si l'on dispose d'un niveau de confiance minimal quant à sa qualité. Ce niveau de confiance minimal est codifié par le couple (n_0, y_0). Par exemple, pour un lot relativement petit ($N = 1\ 000$) et une valeur très élevée pour D ($D = 100$, reflétant par exemple un danger pour la santé lié à des articles non conformes), il n'est judicieux de procéder à un échantillonnage pour acceptation que si les informations préalables sont basées sur au moins 50 articles précédemment testés avec zéro résultat non conforme.

Si le consommateur rejette le lot sans l'avoir testé, le producteur dispose des options suivantes:

1. Augmenter la taille du lot N. Comme le montrent les plans standards, une taille de lot plus grande se traduit par un revenu plus élevé pour le consommateur, abaissant ainsi le seuil d'investissement des ressources dans l'échantillonnage d'acceptation.
2. Diminuer le prix d'achat du lot. Cela revient à augmenter le paramètre B, ce qui entraînera une baisse des valeurs de D et T. Cela abaissera le seuil d'investissement dans l'échantillonnage pour acceptation.
3. Développer des méthodes d'essai moins coûteuses à appliquer. Cette option entraînera une diminution du paramètre T, abaissant ainsi le seuil d'investissement dans l'échantillonnage pour acceptation. Une mise en garde importante est que les performances de la nouvelle méthode doivent être au moins aussi bonnes que celles de la méthode initiale.

Notes techniques

Note 1

Les plans standards ont été calculés à l'aide d'un modèle bayésien hiérarchique combinant deux a priori: l'a priori « réel » correspondant à l'information a priori et l'a priori « non informatif » de Jeffreys. L'influence de cette dernière est d'autant plus grande que le résultat du test s'écarte de l'a priori « réel ». Voir Uhlig et al. (2025)[25]. De plus, l'approximation à 10 pour cent (voir la discussion à la fin de la section précédente) est appliquée.

Note 2

Nous définissons le rapport $x_0 = B/D$ (ou $1/D$ si D est exprimé en termes de B). La probabilité que le pourcentage de non-conformités dépasse x_0 est un élément intéressant du risque pour le consommateur dans la série de normes ISO 2859. Voir le débat dans Hald.[23].

Note 3

La taille de l'échantillon augmente avec n_0 tant que la valeur moyenne de la distribution bêta correspondant à (n_0, y_0) est inférieure au rapport $x_0 = B/D$ (ou $1/D$ si D est exprimé en termes de B). Lorsque cette valeur moyenne est supérieure à x_0 , la taille de l'échantillon diminue à mesure que n_0 augmente. Ceci peut s'expliquer comme suit: si la valeur moyenne est inférieure à x_0 , il est peu probable que l'utilité soit positive, et la tendance naturelle du modèle est de résister à l'investissement de ressources dans le contrôle des lots. Cette résistance diminue à mesure que la probabilité préalable devient plus optimiste. En revanche, si la valeur moyenne est supérieure à x_0 , l'utilité sera probablement positive, et le modèle aura naturellement tendance à investir des ressources dans le contrôle des lots. Plus la probabilité préalable devient optimiste, moins les ressources nécessaires seront importantes.

Note 4

Le plan normalisé pour $N = 1000$, $D = 3$, $T = 25$, $n_0 = 50$, $y_0 = 3$ est « accepter » plutôt que (1, 0). Cette anomalie pourrait être liée aux calculs avec arrondis.

De plus amples informations sur cette approche sont également disponibles dans Uhlig et al (2025)[25].

6.3.8 Vision plus large de l'utilité

Comme le montrent les plans normalisés, le plan d'échantillonnage pour acceptation dépend fortement de la taille du lot. En effet, une taille de lot importante se traduit par une augmentation du bénéfice total, ce qui impacte le calcul de l'utilité. Par exemple, pour une structure de coûts $D = 30$ B et $T = 25$ B, et pour l'information préalable ($n_0 = 20$, $y_0 = 1$), il n'existe de plan pour acceptation que pour la taille de lot $N = 100\,000$ (c'est-à-dire qu'il est judicieux d'investir des ressources dans le contrôle des lots). En effet, pour les lots de taille $N = 1\,000$ et $N = 10\,000$, l'approche utilité conduit à la décision de rejeter le lot sans essai. Ces considérations montrent dans quelle mesure les plans d'échantillonnage pour acceptation (y compris la décision de rejet sans essai) reflètent la structure de coûts internalisée dans les paramètres du modèle d'utilité.

Le consommateur peut en tirer trois enseignements.

Le premier consiste à ce qu'il peut effectuer des calculs préliminaires et informer le producteur avant l'expédition du lot et indiquer que, compte tenu de la structure des coûts, la transaction n'est commercialement viable que pour une taille de lot minimale.

Le deuxième c'est que, dans certaines circonstances, il pourrait être dans l'intérêt du consommateur de prétendre que la taille du lot est supérieure à sa taille réelle afin de mettre en place un plan d'échantillonnage pour acceptation viable. Prenons par exemple le cas où un pays importateur noue des relations commerciales avec un nouveau fournisseur et que le premier lot, destiné à l'essai, est plus petit que les lots « de routine » suivants.

Le troisième et dernier enseignement à retenir est que la transparence est une condition indispensable à la réalisation de plans conciliant efficacement les intérêts du producteur et du consommateur. Par exemple, le producteur doit être en mesure de déterminer si le consommateur a l'intention de rejeter le lot sans le tester ou d'appliquer un plan d'échantillonnage pour acceptation avant l'expédition. En effet, ce dernier point soulève directement la question de la possibilité de combiner des fonctions d'utilité représentant les perspectives du consommateur et du producteur afin d'obtenir une notion d'utilité plus large, représentant, en quelque sorte, une situation gagnant-gagnant pour les deux parties à la transaction. Ce point est abordé dans la section suivante.

6.3.9 Approche contradictoire

Les plans normalisés de la section précédente ont été calculés selon un concept d'utilité reflétant le point de vue du consommateur. Cependant, cette approche peut être étendue pour inclure le point de vue du producteur. Ce point sera brièvement décrit dans cette section.

Si le consommateur décide de refuser sans tester, le producteur a alors deux possibilités d'action.

1. Appliquer l'une des options énumérées dans la **note 3 des notes générales**, à la fin de la section 6.3.7
2. Proposer de prendre en charge les frais d'essai et d'échantillonnage. Dans ce cas, le plan d'échantillonnage peut être calculé du point de vue du producteur. C'est là qu'intervient l'approche contradictoire. L'objectif de cette approche est de calculer un plan d'échantillonnage pour acceptation (taille de l'échantillon et nombre d'acceptations) afin de maximiser l'utilité du producteur.

Cette dernière prend en compte la décision du consommateur d'accepter ou de refuser le lot. Autrement dit, l'approche contradictoire consiste à combiner les fonctions d'utilité du consommateur et du producteur.

L'approche contradictoire a été décrite pour la première fois dans des articles de Lindley et Singpurwalla[24]. Pour plus d'informations concernant l'approche contradictoire, le lecteur est invité à se référer à Uhlig et al.(2025)[26].

6.4 Plans bayésiens: glossaire des termes

Pourcentage de non-conformité	Proportion d'éléments non conformes dans le lot, exprimée en pourcentage. Dans les normes ISO 2859 et ISO 3951, on parle de pourcentage de non-conformité.
Distribution préalable (brièvement: prior)	Distribution statistique qui comprend les informations concernant la qualité du lot qui sont disponibles avant le contrôle du lot
Distribution postérieure (brièvement: posterior)	Distribution statistique qui combine les résultats antérieurs et les résultats des essais
Hyperparamètre	Paramètre de la distribution préalable ou postérieure
Distribution bêta	Choix typique de distribution préalable pour le pourcentage non conforme dans le cas d'un contrôle par attributs
Risque paramétrique (risque «classique» ou «ISO»)	Les risques du producteur et du consommateur sont définis dans les normes ISO 2859 et ISO 3951. Ces risques partent d'un niveau de qualité donné et calculent la probabilité d'acceptation ou de rejet correspondante. Autrement dit, le niveau de qualité est considéré comme le paramètre d'une distribution statistique.
Risque bayésien	Ces risques sont calculés selon une distribution préalable pour le paramètre caractérisant la qualité du lot. Par exemple, dans le cas d'un contrôle par attributs, les risques sont calculés selon une distribution préalable pour le pourcentage de non-conformités. Voir la section 6.2.
Conformité des lots	Dans le cas d'un contrôle par attributs: un lot est conforme si le pourcentage de non-conformité se situe dans une zone de conformité C pour la qualité du lot, spécifiée par une limite supérieure x_C pour le pourcentage de non-conformité (par exemple, limite supérieure $x_C = 10\%$). La conformité du lot doit soigneusement se distinguer de la conformité de l'article.
Probabilité de la conformité	La probabilité qu'un lot soit conforme, étant donné le résultat d'un essai.
Risque spécifique du consommateur	Un type de risque bayésien. La probabilité qu'un lot soit non conforme compte tenu du résultat d'un test aboutissant à l'acceptation du lot.
Risque global du producteur	Un type de risque bayésien. La probabilité qu'un lot soit à la fois conforme et rejeté.
Utilité	Une valeur reflétant les avantages et les coûts associés à un plan d'échantillonnage pour acceptation et à un lot.
Utilité antérieure attendue	Dans la mesure où l'utilité est calculée à partir d'une valeur préalable pour le pourcentage de non-conformité, elle est une variable aléatoire. L'espérance mathématique de l'utilité est appelée utilité antérieure attendue.

7. Bibliographie

- [1] FAO Mycotoxin Tool and Mycotoxin S&T User Guide
- [2] The web-based FAO Mycotoxin Tool for the evaluation of sampling plans is provided at <http://tools.fstools.org/mycotoxins>. It is not a secure site but contains more detail than allowed for in the formulae and there is an accompanying user guide.
- [3] Edward G. Schilling & Dean V. Neubauer (2017); Acceptance Sampling in Quality Control, (3rd edition) Chapman & Hall. ISBN 9781498733571
- [4] <https://www.crcpress.com/downloads/K26314/CRC%20book%20website%20files.zip>
- [5] <https://www.crcpress.com/Acceptance-Sampling-in-Quality-ControlThird-Edition/Schilling-Neubauer/p/book/9781498733571>
- [6] https://www.amazon.com/Acceptance-Sampling-Quality-Control-Statistics-dp-1498733573/dp/1498733573/ref=dp_ob_title_bk. Second edition:
- [7] <https://www.amazon.com/Acceptance-Sampling-Quality-Control-Statistics/dp/1584889527>
- [8] Link to copy of version 2 on Google Books (see Chapter 9):
https://www.google.co.nz/books/edition/Acceptance_Sampling_in_Quality_Control_S/Ryv1EGIkAaYC?hl=en&gbpv=1&dq=schilling+%26+neubauer&printsec=frontcover
- [9] Bicking, C.A. 1970. ASTM E-105-58 and ASTM E-300-69 standards for the sampling of bulk materials, Journal of Quality Technology, 2(3): 165-173.
- [10] Zweieterung et al. Relating Microbiological Criteria to Food Safety Objectives and Performance Objectives, Food Control (20) 2009, 967-979
- [11] ISO 10725:2000 Acceptance sampling plans and procedures for the inspection of bulk materials
- [12] International Standards Organisation
- [13] ASQC Basic References in Quality. Volume 7: How and When to Perform Bayesian Acceptance
- [14] Calvin, T.W. (1990) How and When to Perform Bayesian Acceptance Sampling. American Society for Quality Control. ISBN 0-87389-0097-3,
- [15] Hailey, W.A. (1980) Minimum Sample Size Single Sampling Plans: A Computerized Approach Journal of Quality Technology 12, 4, pp230-235
- [16] MH Ramsey, SLR Ellison and P Rolston (eds.) Eurachem/EUROLAB/CITAC/NORDTest/AMC Guide: Measurement uncertainty arising from sampling: a guide to methods and approaches. Second Edition Eurachem (2019). ISBN (978-0-948926-8). Available from <http://www.eurachem.org>
- [17] General Standard for Contaminants and Toxins in Food and Feed (CXS 193-1995)
- [18] Code of Hygienic Practice for Powdered Formulae for Infants and Young Children (CXC 66 – 2008)
- [19] ISO 5725-1:2023: Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions
- [20] ISO 5725-2:2019: Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method
- [21] Uhlig, S.; Colson, B.; Kissling, R.; Ellis, S.; Hicks, M.; Vandenbemden, J.; Pennecchi, F.; Göb, R.; Gowik, P. Acceptance Sampling Plans Based on Conformance Probability—Inspection of Lots and Processes by Attributes. Preprints 2024, 2024092228. doi.org/10.20944/preprints202409.2228.v1
- [22] Whitaker T. (2006) Sampling food for Mycotoxins, Food Additives and Contaminants, January 2006, 23(1) p50–61
- [23] Hald A (1981). Statistical Theory of Sampling Inspection by Attributes. Academic Press Inc, London New York.
- [24] Lindley D, Singpurwalla N. Adversarial life testing. J. R. Statist. Soc. B (1993) 55, No. 4, pp. 837-847
- [25] Uhlig et al. (2025) Acceptance sampling based on utility
- [26] Uhlig et al. (2025) Acceptance sampling based on utility: adversarial approach
- [27] Uhlig et al. (2025) Within-item variability

- [28] Uhlig et al. (2022) Application of the Bayesian conformity assessment framework from JCGM 106:2012 for lot inspection on the basis of single items.
doi:10.20944/preprints202206.0032.v1
- [29] Wetherill G. Barrie (1977) Sampling Inspection and Quality Control (2nd edition) Chapman & Hall ASIN B00L6YW5PW
- [30] Defense Technical Information Center (1958) Mathematical and statistical principles underlying military standard 414 (sampling procedures and tables for inspection by variables for percent defective).
- [31] Govindaraju, K. and Jones, G. (2015). Fractional acceptance numbers for lot quality assurance. In Knoth, S. and Schmid, W., editors, Frontiers in Statistical Quality Control, volume 11, pages 271-286. Springer.

ANNEXE V
(uniquement en anglais)

CRITÈRES DE PERFORMANCE NUMÉRIQUES POUR LA DÉTERMINATION DES IONS NITRATE ET NITRITE DANS DES MATRICES ALIMENTAIRES
(Pour examen par le CCFA)

Table 1: Numeric Performance Criteria for adopted MLs

Food Additive	Subcategory for which value was provided	Adopted Maximum Levels (CXS 192-1995)*	Calculated method performance criteria based on Maximum level (mg/kg)					
			Min Appl. Range (mg/kg)	LOD (mg/kg)	LOQ (mg/kg)	Precision (RSD _R %)	Recovery (%)	Examples of applicable methods that meet the criteria
01.6 (Cheese and analogues)								
Nitrate	01.6.2 (<i>Ripened cheese</i>)	35 mg/kg as residual NO ₃ ion.	25 – 45	3.5	7	19	80 – 110	Multi-laboratory validation - ISO 14673-3 IDF 189-3: 2004 Single-laboratory validation - ISO 14673-2 IDF 189-2: 2004^
08.0 (Meat and meat products, including poultry and game)								
Nitrite	08.2.2 (Heat-treated processed meat, poultry, and game products in whole pieces or cuts/)	80 mg/kg as residual NO ₂ ion.	60 – 110	8	16	17	80 – 110	Multi-laboratory validation - AOAC Method 973.31; NMKL 165: 2000 Ed.; Single-laboratory validation - Afanda et al., (2025); Iammarino et al. 2013; Ferreira et al. (2008) for Ham; Siu et al., 1998 for Salami and Ham
Nitrite	08.3 (Processed comminuted meat, poultry, and game products)	80 mg/kg as residual NO ₂ ion.	60 – 110	8	16	17	80 – 110	Multi-laboratory validation - AOAC Method 973.31; NMKL 165: 2000 Ed.; Single-laboratory validation - Afanda et al., (2025); Iammarino et al., 2013; Ferreira et al., (2008) for Ham; Siu et al., 1998 for Salami and Ham

Notes: * Maximum levels in CXS 192-1995.

^ In the absence of LOD or LOQ being specified in the method, the collaborative study report being unavailable at-this-time, and relying on in-house validation data, the validation designated as SLV, although the SLV status may be reviewed with additional data.

Table 2: Numeric performance criteria for the lowest proposed residual levels for representative provisions in dairy (cheese), meat, and seafood as provided in CX/FA 21/52/7 Appendix 5 Annex 2.

Food Additive	Subcategory for which value was provided	Lowest Proposed Residual level (mg/kg)	Notes	Calculated method performance criteria based on the Lowest Proposed Residual ML					Examples of applicable methods that meet the criteria
				Min Appl. Range (mg/kg)	LOD (mg/kg)	LOQ (mg/kg)	Precision (RSD _R (%))	Recovery (%)	
01.6 (Cheese and analogues)									
Nitrate	01.6.2.1 (<i>Ripened cheese, includes rind</i>)	7	As NO ₃	4.5 – 9.5	0.7	1.4	24	80 – 110	Multi-laboratory validation - ISO 14673-3 IDF 189-3: 2004 Single-laboratory validation - ISO 14673-2 IDF 189-2: 2004 [^]
Nitrite	01.6.4 ₄ (<i>Processed cheese</i>) *(see note 1)	2	As NO ₂	1.1 – 2.9	0.2	0.4	29	80 – 110	Multi-laboratory validation – not available. Single-laboratory validation – not available.
08.0 (Meat and meat products, including poultry and game)									
Nitrate	Same residual proposed in multiple food categories including 08.2.1.1 (<i>Cured (including salted) non-heat treated processed meat, poultry, and game products in whole pieces or cuts</i>)	7	As NO ₃	4.5 – 9.5	0.7	1.4	24	80 – 110	Multi-laboratory validation – not available. Single-laboratory validation - Afanda, et al.,(2025); Ferreira et al., (2008) for Ham
Nitrite	08.2.1.3 (<i>Fermented non-heat treated processed meat, poultry, and game products in whole pieces or cuts</i>)	33	As NO ₂	24 – 42	3.3	6.6	19	80 – 110	Multi-laboratory validation - EN 12014-3:2005, NMKL 165: 2000 Ed.; AOAC Method 973.31; Single-laboratory validation - Afanda, et al., (2025), Ferreira et al., (2008) for Ham; Siu et al., 1998 for Salami, Ham
09.0 (Fish and fish products, including molluscs, crustaceans, and echinoderms)									
Nitrite	09.3.3 (<i>Salmon substitutes, caviar, and other fish roe products</i>)	4.4	As NO ₂	2.7 – 6.1	0.44	0.88	26	80 – 110	Multi-laboratory validation – not available. Single-laboratory validation – not available.

Notes:

1. The subcategory doesn't match the description in 21/52/7 Appendix 5 Annex 2, as Food category No. 01.6.1 is "Unripened cheese"; while Food Category No 01.6.4 is "Processed cheese".

[^]. In the absence of LOD or LOQ being specified in the method, the collaborative study report being unavailable at-this-time, and relying on in-house validation data, the validation designated as SLV, although the SLV status may be reviewed with additional data).

Annexe VI**HARMONISATION DES NOMS DES PRINCIPES INDIQUÉS DANS LA NORME CXS 234-1999****(Pour élaboration complémentaire par le groupe de travail électronique)****1. Orientations générales**

Sous le nom du principe on ne mentionne que la description de la technique liée à la détermination du résultat d'essai (annexe A). Les techniques utilisées pour la préparation, l'extraction et la séparation des échantillons n'ont pas été incluses.

2. Définitions

Aux fins d'aligner et d'harmoniser ce qui est considéré comme le principe d'une méthode analytique, la définition suivante est proposée:

- **Le principe** est la technique utilisée pour déterminer la disposition, qui peut inclure des informations critiques telles que, par exemple, la gravimétrie - incinération à 550 °C

Afin d'harmoniser les descriptions des techniques d'analyse, les définitions suivantes ont été retenues pour les techniques d'analyse principales:

- **Essai biologique:** Il s'agit d'une méthode d'analyse permettant de déterminer la réaction, la puissance ou l'effet d'une substance in vivo ou in vitro.
- **Calcul:** lorsque la détermination est le résultat d'un calcul basé sur le(s) résultat(s) d'un essai. Dans ce cas, il faut préciser les dispositions utilisées.
- **Chromatographie:** Il s'agit d'une méthode utilisée pour séparer, identifier et quantifier un composant d'un mélange en répartissant les composants entre deux phases: la phase stationnaire et la phase mobile.
- **Colorimétrie:** C'est une technique qui implique uniquement une réaction couleur. L'intensité de la lumière (ou lumière filtrée) traversant l'échantillon coloré est observée ou mesurée visuellement et convertie en une concentration basée sur une courbe d'étalonnage.

Note: Il ne faut pas la confondre avec le colorimètre trichromatique utilisé pour mesurer les colorants alimentaires.

- **Gravimétrie:** C'est une méthode d'analyse quantitative, c'est-à-dire qu'elle détermine la quantité d'une substance en mesurant son poids (sur la base de l'action de la gravité).
- **Potentiométrie:** C'est une méthode de chimie électroanalytique. Il s'agit d'une analyse quantitative des ions dans une solution à l'aide de potentiels mesurés dans une cellule électrochimique.
- **Essai sensoriel:** C'est une technique qui utilise les sens pour évaluer les attributs organoleptiques (apparence, odeur, texture, goût et autres) d'un produit.
- **Spectroscopie:** Il s'agit d'une technique qui permet de mesurer le rayonnement électromagnétique par exemple: Spectrophotométrie UV-Vis (Ultraviolet-Visible), infrarouge, absorption atomique, PCI (Plasma à couplage inductif), résonance magnétique nucléaire (RMN)
- **Spectrométrie de masse (SM):** c'est une technique d'analyse utilisée pour mesurer le rapport masse/charge des ions.
- **Titrimétrie:** Il s'agit de la détermination d'un composant donné à partir d'une solution en ajoutant un réactif liquide de concentration connue jusqu'à ce qu'un résultat donné soit obtenu.
- **Examen visuel:** C'est une technique permettant de détecter la présence de défauts, de matière étrangère endogène ou exogène dans un aliment par la vue, avec ou sans le support d'un équipement optique (par exemple: loupe, microscope ou autres).
- **Volumétrie:** C'est une technique permettant de déterminer le volume sans avoir recours à une autre technique de détermination, telle que le titrage. Dans le cas d'essais où le titrage est utilisé, on ne parle pas de volumétrie.

3. Critères appliqués**3.1 Essais dont les résultats dépendent de la méthode**

- A. Description dans le principe du facteur qui le rend dépendant, si nécessaire, par exemple : température, facteur de conversion;

- B. Description uniquement de la technique analytique utilisée pour obtenir le résultat en terme de «disposition», les autres informations étant décrites dans les méthodes. Par conséquent, les éléments suivants ne peuvent pas être inclus, à moins qu'ils ne soient essentiels à la détermination de la «disposition », par exemple : l'équipement, les solvants ou les réactifs utilisés;
- C. Pour les essais impliquant le développement de micro-organismes à une certaine température, cette température a été incluse dans la description de la «disposition».

Exemples:

- *Teneur en eau à 105°C – Gravimétrie*
- *Protéine (Nx6.25) – Titrimétrie et calcul*
- *Glucides - Calcul basé sur les résultats de la teneur en eau, des protéines, de la matière grasse, des cendres et des fibres alimentaires.*
- *Colorant artificiel (qualitatif) – Colorimétrie*
- *Poids net égoutté – Gravimétrie*
- *Matière étrangère exogène - Examen visuel*
- *Matière grasse - Gravimétrie*

3.2 Essais dont les résultats ne dépendent pas de la méthode

Pour les essais instrumentaux, la technique utilisée doit se référer à l'équipement principal utilisé, par exemple: à la séparation, et au détecteur utilisé pour la détermination.

Exemples:

- *Nitrate – spectrophotométrie UV-Vis (Ultraviolet visible)*
- *Manganèse – spectrophotométrie d'émission optique à plasma à couplage inductif*
- *Potassium – potentiométrie à électrode sélective*
- *Mercure – spectrophotométrie d'absorption atomique avec générateur de vapeur froide*
- *Aflatoxine M1 – chromatographie liquide à haute performance avec détecteur de fluorescence*
- *Acides gras – chromatographie en phase gazeuse avec détecteur à ionisation de flamme*

4. Informations supplémentaires

Compte tenu de l'acceptation des critères décrits ci-dessus, il est jugé nécessaire de supprimer des informations telles que : «incinération», «filtration sur filtre céramique», «complexométrie», «centrifugation», «pesée», «distillation», «enzymatique», «flottation», «sulfatation simple», «tamisage» à moins qu'elles ne soient essentielles à la détermination de la «disposition».

ANNEXE A
(Uniquement en anglais)**PRINCIPES DES MÉTHODES D'ANALYSE**

1. Anodic Stripping Voltammetry (ASV)
2. Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS)
 - Cold Vapour (CV AAS)
 - Flame atomic absorption (FAAS)
 - Graphite furnace (GF AAS)
 - Hydride generation (HG AAS)
3. Biological assay
 - Bioassay (in animals, tissue, plants)
 - Microbioassay
4. Immunoassay
 - Enzyme Linked ImmunoSorbent Assay (ELISA)
5. Carbon Isotope Ratio Mass Spectrometry (Carbon IRMS)
6. Centrifugation
7. Colorimetry
8. Conductimetry/Resistivity
9. Confocal Laser Scanning Microscopy (CLSM)
10. Densitometry
11. Detect nuclear DNA Assay
 - DNA Comet Assay
 - Polymerase chain reaction (PCR):
 - PCR conventional (cPCR)
 - Real time qualitative (qPCR)
 - Reverse Transcriptase PCR (RT-PCR)
12. Electrophotometry
 - Electrometric
13. Enzymatic
14. Fluorimetry
15. Gas Chromatography (GC)
 - Electron Capture Detector (ECD)
 - Flame Ionization Detector (FID)
 - Flame Photometric Detector (FPD)
 - Flame Thermionic Detector (FTD)
 - Mass Spectrometry (MS)
 - Nitrogen Phosphorus Detector (NPD)
 - Tandem Mass Spectrometry (MS/MS)
 - Thermal Conductivity Detector (TCD)
 - Quadrupole Time-of-Flight (QTOF)
16. Gravimetry
 - Ashing at (temperature) °C
 - Drying at (temperature) °C
 - Rose-Gottlieb
 - Weibull-Berntrop
 - Schmid-Bondzynski- Ratslaff
 - Vacuum Drying at 70 °C

- Microwave oven drying

17. Inductively Coupled Plasma (ICP)

- Isotope Dilution Mass Spectrometry (ID MS)
- Mass Spectrometry (MS)
- Optical Emission Spectrometry (OES)
- Quadrupole Inductively couple plasma mass spectrometry (Q-ICPMS)

18. Ion Exchange Chromatography (IC)

- Diode Array Detector (DAD)
- Electrochemical (EC)
- Mass Spectrometry (MS)
- Pulsed Amperometric Detector (PAD)
- Refractive index (RI)
- Conductivity Detector (CD)
- Ultraviolet-Visible (UV/Vis)
- Variable Wavelength Detector (VWD)

19. Liquid Chromatography (LC)

- Diode Array Detector (DAD)
- Fluorescence Detector (FLD)
- High-performance liquid chromatography (HPLC)
- High-Resolution Mass Spectrometry (HRMS)
- Infrared (IR)
- Isotope Dilution Mass Spectrometry (ID MS)
- Mass Spectrometry (MS)
- Matrix-Assisted Laser Desorption Ionization Time of Flight (MALDI-TOF)
- Pulsed amperometry detection (PAD)
- Refractive index (RI)
- Tandem Mass Spectrometry (MS/MS)
- Ultraviolet (UV)

20. Microscopy

- Electronic microscopy
- Optical microscopy

21. Nephelometry

22. Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy (NMR)

23. Photometry

24. Photostimulated Luminescence (PSL)

25. Polarimetry

26. Potentiometry

- Ion selective electrode (EIS)
- Potential of hydrogen pH electrode (pH)

27. Pycnometry

28. Refractometry

29. Spectrometry

- Electron Spin Resonance (ERS)
- Fluorescence (FLD)
- Fourier transform infrared Spectroscopy (FTIR)
- Infrared Spectroscopy (IRS)
- Near Infrared Reflectance Spectroscopy (NIRS)
- Raman (RS)
- Stable isotope mass (IMS)
- Ultraviolet (UV)
- Ultraviolet-Visible (UV-Vis)

30. Thermoluminescence

31. Thermometry

32. Thin Layer Chromatography (TLC)

- Densitometric detector
- Fluorescence (FLD)
- Ultraviolet-Visible (UV-Vis)

33. Titrimetry

- Acidity
- Iodimetry & Iodometry
- Karl Fischer
- Kjeldahl Digestion
- Lane & Eynon
- Wijs

34. Visual examination

35. Volumetry

ANNEXE B
(Uniquement en anglais)

ACRONYMES ET ABRÉVIATIONS DES PRINCIPES DES MÉTHODES D'ANALYSE

AAS	Atomic Absorption Spectrophotometry
AES	Atomic Emission Spectrometry
ASV	Anodic Stripping Voltammetry
Carbon IRMS	Carbon Isotope Ratio Mass Spectrometry
CD	Conductivity Detector
CE	Capillary Electrophoresis
CLSM	Confocal Laser Scanning Microscopy
cPCR	PCR conventional
CVAAS	Cold Vapour Atomic Absorption Spectrophotometry
DAD	Diode Array Detector
EC	Electrochemical Detector
ECD	Electron Capture Detector
EIS	Ion selective electrode
ELISA	Enzyme Linked ImmunoSorbent Assay
ESR	Electron Spin Resonance
FAAS	Flame Atomic Absorption Spectrophotometry
FIA- AAS	Flow injection Analysis Atomic Absorption Spectrophotometry
FID	Flame Ionization Detector
FLD	Fluorescence Detector
FPD	Flame Photometric Detector
FTD	Flame Thermionic Detector
FTIR	Fourier transform infrared spectroscopy
GC	Gas Chromatography
GFAAS	Graphite furnace Atomic Absorption Spectrophotometry
HGAAS	Hydride generation Atomic Absorption Spectrophotometry
HPLC	High Performance Liquid Chromatograph
HPTLC	High Performance Thin Layer Chromatography
HRMS	High-Resolution Mass Spectrometry
IC	Ion Chromatography
ICP	Inductively Coupled Plasma
ID	Isotope Dilution
IMS	Stable isotope mass
IR	Infrared
IRS	Infrared Spectroscopy
LC	Liquid Chromatograph
MALDI	Matrix-Assisted Laser Desorption Ionization
MS	Mass Spectrometry

MS/MS	Tandem Mass Spectrometry
NIRS	Near Infrared Reflectance Spectroscopy
NMR	Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy
NPD	Nitrogen Phosphorus Detector
OES	Optical Emission Spectrometry
PAD	Pulsed Amperometry Detection
PCR	Polymerase chain reaction
pH	pH electrode
PSL	Photostimulated Luminescence
qPCR	Real Time Qualitative
Q-ICPMS	Quadrupole Inductively couple plasma mass spectrometry
QTOF	Quadrupole Time-of-Flight
RI	Refractive Index
RS	Raman Spectroscopy
RT-PCR	Reverse Transcriptase PCR
TLC	Thin-layer chromatography
TOF	Time of Flight
UHPLC	Ultra-High Performance Liquid Chromatograph
UV	Ultraviolet
UV-Vis	Ultraviolet-Visible
VWD	Variable Wavelength Detector

ANNEXE C
(Uniquement en anglais)

LISTE DES ACRONYMES POUR LES RÉFÉRENCES DE MÉTHODES NORMALISÉES

AACC	Cereals & Grains Association	(www.cerealsgrains.org/)
AIIBP	International Association of the Bouillon and Soup Industry	(www.culinaria-europe.eu/)
Anal. Chim. Acta.	Analytica Chimica Acta	(https://www.sciencedirect.com/journal/analytica-chimica-acta)
AOAC	AOAC International	(www.aoac.org/)
AOCS	American Oil Chemists' Society	(www.aocs.org/)
BS	British Standard	(www.bsigroup.com)
COI	Collection of methods by the International live	(www.internationaloliveoil.org/)
EN	European Standards	(www.en-standard.eu/)
EPA	Environmental Protection Agency	(www.epa.gov/)
EUsalt	European Salt Producers Association	(https://eusalt.com/)
FDA	Food and Drug Administration [Laboratory methods]	(www.fda.gov/)
ICC	International Association for Cereal Science and Technology	(https://icc.or.at/)
ICUMSA	International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis	(www.icumsa.org/)
IDF	International Dairy Federation	(https://fil-idf.org/)
IFU	International Fruit and Vegetable Juice Association [IFU Methods Analysis IFUMA]	(https://ifu-fruitjuice.com/)
IHC	International Honey Commission	(www.ihc-platform.net/)
ICA	International Office of Cocoa, Chocolate, and Sugar Confectionery	(www.icco.org/)
IS	Indian Standard	(www.bis.gov.in/)
ISI	International Starch Institute	(www.starch.dk/)
ISO	International Organization for Standardization	(www.iso.org/)
IUPAC	International Union of Pure and Applied Chemistry	(www.iupac.org/); (www.old.iupac.org/)
NMKL	Nordic-Baltic Committee on Food Analysis	(www.nmkl.org/)
OIV	International Organisation of Vine and Wine	(www.oiv.int/)
Ph. Eur	European Pharmacopoeia	(https://www.edqm.eu/en/the-european-pharmacopoeia)
USP	US Pharmacopeia	(www.usp.org/)
WEFTA	West European Fish Technologists Association	(www.wefta.org)