

commission du codex alimentarius



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

ORGANISATION
MONDIALE
DE LA SANTÉ



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

Point 2 de l'ordre du jour

CX/GP 01/2

PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES COMITE DU CODEX SUR LES PRINCIPES GENERAUX

Seizième session

Paris, France, 23 – 27 avril 2001

QUESTIONS SOUMISES PAR LA COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS ET D'AUTRES COMITES DU CODEX

COMITE SUR L'HYGIENE ALIMENTAIRE (33ème session, Octobre 2000)

Le Comité a décidé de proposer un amendement à son mandat pour refléter son travail dans le domaine de l'évaluation des risques et de la gestion des risques, et de le soumettre au CCGP pour examen, comme suit:

Section III du Manuel de procédure. Organes subsidiaires créés en vertu de l'article IX.1 (b) (i)

Ajouter les dispositions suivantes au Mandat du Comité sur l'hygiène alimentaire:

- ◆ Proposer et donner un ordre de priorité aux domaines qui requièrent une évaluation des risques au niveau international et élaborer les questions qui seront soumises aux évaluateurs des risques;
- ◆ Examiner les questions de gestion des risques en liaison avec l'hygiène alimentaire et avec les activités de la FAO et de l'OMS en matière d'évaluation des risques¹

COMITE SUR LES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE (23ème session, Mars 2001)

Antécédents

A sa 11ème session, le CCGP a demandé aux Comités chargés de l'élaboration des « *Lignes directrices pour l'incorporation de dispositions spécifiques dans les normes Codex et textes apparentés* » de les revoir et de les réviser de façon à leur conférer un champ d'application général (ALINORM 95/33, para. 50). Les dispositions dans les Lignes directrices concernant les méthodes d'analyse et d'échantillonnage n'avaient pas été révisées car la question des critères pour la sélection des méthodes était encore en discussion dans le CCMAS et n'était pas arrivée à une conclusion.

Le Comité a noté que le Comité sur les Méthodes d'analyse et d'échantillonnage (CCMAS) avait entrepris la révision des *Principes pour l'élaboration ou le choix des méthodes d'analyse du Codex* et de la section du Manuel de procédure traitant des relations entre les comités s'occupant de produits et les comités s'occupant des questions générales à propos des méthodes d'analyse et d'échantillonnage. Il a noté que ce travail avait été entrepris suite aux recommandations formulées par le CCGP, à sa 11e session, aux comités du Codex concernés. Le Comité est convenu que de telles révisions visaient à faire en sorte que le Manuel de procédure n'aborde que les sujets concernant les procédures de la Commission. Les lignes directrices ou autres recommandations destinées davantage aux gouvernements membres devraient être retirées du Manuel de procédure, révisées le cas échéant et, après avoir été adoptées par la Commission, incorporées au Codex Alimentarius.

¹ ALINORM 01/13A, par. 28-30, Annexe III

Le CCMAS discute l'application de la démarche par critères depuis plusieurs sessions. La 23ème session est convenue que la démarche « critères » serait appliquée aux méthodes d'analyse de Type III et que les méthodes de Type II seraient retenues pour utilisation dans les situations de litige. Le Comité a proposé les amendements suivants au Manuel de Procédure pour refléter cette démarche :

- Critères généraux régissant le choix des méthodes d'analyse à l'aide de la démarche-critères
- Relations entre les comités s'occupant de produits et les comités s'occupant de questions générales – méthodes d'analyse et d'échantillonnage

Le Comité a aussi considéré les Directives destinées à clarifier l'application de la démarche critères. Comme il a été reconnu que ces Directives étaient actuellement destinées à une utilisation dans le cadre du Codex, le Comité a décidé de proposer leur inclusion dans le Manuel de Procédure à la fin de la présente section sur les ***Principes pour l'élaboration des méthodes d'analyse du Codex*** avec le titre suivant :

- Directives et instructions de travail pour faciliter l'application de la démarche «critères» à la sélection des méthodes d'analyse aux fins du Codex

Suite aux recommandations du CCGP et du Comité Exécutif concernant le développement de textes applicables par les gouvernements et pour inclusion dans le Volume 13 du Codex Alimentarius, le CCMAS est aussi convenu de réviser les présentes Directives pour les rendre généralement applicables par les gouvernements, pour circulation à l'étape 3 et considération par la prochaine session du Comité (ALINORM 01/23, par. 33-34 et 41, Annexe II).

Le CCGP est invité à considérer les amendements proposés présentés à l'**Annexe 1**.

COMITE SUR LES SYSTEMES D'INSPECTION ET DE CERTIFICATION DES IMPORTATIONS ET DES EXPORTATIONS ALIMENTAIRES (9ème session, Décembre 2000)

Le Comité a discuté la question de la traçabilité et est convenu que le Comité sur les principes généraux devrait être informé de ses discussions, comme suit (ALINORM 01/30A, par. 110-114).

TRAÇABILITE

110. La délégation du Japon a présenté un document concis sur la question de la traçabilité² dans lequel elle notait que cette question avait été soumise à divers comités du Codex dont le CCFICS, le Comité sur les poissons et les produits de la pêche, le Groupe spécial sur l'alimentation animale et le Groupe spécial sur les aliments dérivés des biotechnologies, ou était en cours d'examen par ceux-ci. Elle a ajouté que le concept de traçabilité concernait un large éventail de questions relevant du domaine alimentaire. Elle a en outre remarqué qu'il n'existait à ce jour aucun forum dans le cadre de la Commission du Codex Alimentarius où ce concept avait été débattu de manière approfondie et que le Codex n'avait toujours pas défini l'objet ni le cadre de ce concept. La délégation du Japon était d'avis qu'étant donné l'importance de ce concept dans le contexte des systèmes d'inspection et de contrôle des importations et des exportations alimentaires, il s'agissait d'une question propre à être examinée par le Comité. Le Comité a remercié la délégation du Japon d'avoir soulevé cette question et est convenu que les points soulevés devaient être abordés dans le cadre du Codex.

111. À la demande du Président, le Secrétariat a fait observer que différents comités et groupes spéciaux du Codex avaient entrepris ou entreprenaient des travaux liés à la traçabilité, notamment les Comités sur l'hygiène alimentaire, l'étiquetage des denrées alimentaires, les additifs alimentaires et les contaminants en plus des organes subsidiaires mentionnés par le Japon. Le Secrétariat a noté que les modalités requises pour les systèmes de traçabilité semblaient relever du mandat du CCFICS alors que l'examen d'une définition du concept s'appliquant à l'ensemble du Codex incomberait logiquement au Comité sur les principes généraux.

² CRD 12

112. La représentante de la Communauté européenne a déclaré que la traçabilité était un instrument de gestion des risques et devrait en tant que tel être examinée par le Comité sur les principes généraux. Elle a ajouté que cette question n'intéressait pas exclusivement l'innocuité des aliments. Par exemple, dans le domaine des produits biologiques ou des aliments prétendant être « sans OGM », il s'agissait d'assurer l'intégrité du produit pour des raisons liées à la confiance des consommateurs. Au vu de la portée générale de ce concept, la représentante de la Communauté européenne a recommandé que le Comité sur les principes généraux établisse la définition ainsi que les orientations générales relatives à la traçabilité.

113. La délégation du Canada, appuyée par plusieurs autres délégations, a déclaré que le statut et l'application du concept devraient faire l'objet d'un document de travail général soulignant les problèmes, défis et opportunités présentés au Codex. La délégation de la République de Corée a déclaré qu'il s'agissait d'une question importante pour les systèmes d'innocuité des aliments intervenant dans le commerce international. Le représentant de l'International Association of Consumer Food Organizations a proposé qu'une « approche par le bas » soit envisagée, qui permette de dégager une définition plus générale de l'application pratique du concept par des comités particuliers dans le cadre de leur mandat. La délégation des Etats-Unis était d'avis que l'accent devrait être placé sur l'objet et l'application du concept plutôt que sur sa définition. La délégation de la Nouvelle-Zélande était d'avis que l'expérience actuelle dans l'application du concept au niveau national devrait être examinée et que des exemples devraient être inclus dans tout document de discussion. .

114. Le Comité est convenu qu'aux termes de son mandat, il lui incombait d'envisager des travaux dans ce domaine et qu'un débat de fond était nécessaire à ce sujet à sa prochaine session. Au vu de l'intérêt et de la portée de la question à l'échelle du système, le Comité a recommandé que le Secrétariat prépare un document concis pour examen par la Commission du Codex Alimentarius à sa prochaine session afin d'obtenir ses orientations dans ce domaine. Dans l'intervalle, les autres comités et groupes spéciaux pertinents, y compris le Comité sur les principes généraux, seraient informés de cette recommandation.

**COMITE SUR LES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE
PROPOSITION D'AMENDEMENTS AU MANUEL DE PROCEDURE**

1ère PARTIE - AMENDEMENTS AUX SECTIONS ACTUELLES

1. PRINCIPES POUR L'ÉLABORATION DES MÉTHODES D'ANALYSE DU CODEX³

Adjonction d'une nouvelle sous-section à la fin des **Critères généraux régissant le choix des méthodes d'analyse**

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

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

2. Relations entre les comités s'occupant de produits et les comités s'occupant de questions générales – méthodes d'analyse et d'échantillonnage⁴

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

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

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

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

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

(à inclure à la fin des *Principes pour l'élaboration des méthodes d'analyse du Codex*)

INTRODUCTION ET HISTORIQUE

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

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

³ Manuel de Procédure, 11ème édition, p. 76-77

⁴ Manuel de Procédure, 11ème édition, p. 101-102

SYSTÈME ACTUEL

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

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

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

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

De plus,

- ◆ la méthode devrait être choisie en fonction de son utilité pratique et la préférence accordée aux méthodes applicables aux fins de routine,
- ◆ toutes les méthodes d'analyse proposées doivent être directement appropriées à la norme Codex à laquelle elles sont destinées,
- ◆ les méthodes d'analyse applicables uniformément à divers groupes de produits devraient être préférées aux méthodes qui ne sont applicables qu'à des produits individuels,
- ◆ il convient d'accorder la préférence aux méthodes officielles d'analyse élaborées par des organisations internationales s'occupant elles-mêmes d'une denrée alimentaire ou d'un groupe de denrées alimentaires.

LA NOUVELLE DÉMARCHE

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

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

Méthode de type I

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

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

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

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

Méthodes de type II et III

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

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

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

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

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

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

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

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

Normalement, le CCMAS produira les données correspondant aux critères indiqués ci-dessus. Le CCMAS a défini les termes à employer pour chacune des caractéristiques à évaluer. Cette terminologie est indiquée

dans l'Annexe I. Le laboratoire devra démontrer que quelle que soit la méthode utilisée, son application correspond aux normes de qualité des laboratoires telles qu'elles sont adoptées à présent par la Commission du Codex Alimentarius.

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

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

Méthodes de type IV

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

ACCEPTABILITÉ DES VALEURS UTILISÉES

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

MESURES RÉTROACTIVES

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

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

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

TERMINOLOGIE

Le Manuel de procédure donne la définition des termes suivants:

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

AUTRES TERMES POUVANT ÊTRE UTILISÉS DANS LA DEMARCHE-CRITÈRES

Limite de détection

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

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

Limite de détermination

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

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

Récupération

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

Sélectivité

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

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

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

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

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

Les valeurs sont les suivantes:

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

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

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

Ho_r La valeur HORRAT pour la répétabilité est la valeur RSD_r observée divisée par la valeur RSD_r estimée à l'aide de l'équation d'Horwitz en supposant que $r=0.66R$.

Ho_R La valeur HORRAT pour la reproductibilité est la valeur RSD_R observée divisée par la valeur RSD_R calculée à l'aide de l'équation d'Horwitz.

Valeurs inférieures à 120µg/kg

Il convient de noter que l'équation a été recalculée à la lumière d'essais interlaboratoires récents. Ceci a été récemment publié par Thompson¹, qui recommande que pour les valeurs inférieures à 120µg/kg, une valeur constante de l'écart-type relatif de 22% soit utilisé

REFERENCE

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