

commission du codex alimentarius F



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 8(a) de l'ordre du jour

CX/MMP 06/7/13

Janvier 2006

PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES

COMITÉ DU CODEX SUR LE LAIT ET LES PRODUITS LAITIERS

Septième Session

Queenstown, Nouvelle-Zélande, 27 mars - 1 avril 2006

METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE POUR LES PRODUITS LAITIERS

Ce document comprend trois parties:

Première partie - Rapport du "groupe de travail international Norme FIL/ISO sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage" sur l'étude des méthodes actuelles d'analyse et d'échantillonnage du lait et des produits laitiers et sur ses recommandations concernant la mise à jour de la liste des méthodes (page 1)

Seconde partie - Rapport du "groupe de travail international Norme FIL/ISO sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage" sur les méthodes d'analyse, demandé par le CCMMP dans le cadre de l'élaboration du projet de Normes du Codex pour le lait et les produits laitiers actuellement en cours (page 6)

Troisième partie - Rapport du "groupe de travail international Norme FIL/ISO sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage" sur les recommandations pour des plans d'échantillonnage pour des produits laitiers basé sur les Directives générales du Codex sur l'échantillonnage (page 19)

Première partie

Rapport du "groupe de travail international Norme FIL/ISO sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage" sur l'étude des méthodes actuelles d'analyse et d'échantillonnage du lait et des produits laitiers et sur ses recommandations concernant la mise à jour de la liste des méthodes

1 INTRODUCTION

Pendant sa sixième session, le Comité du Codex sur le lait et les produits laitiers a demandé au groupe de travail Norme FIL/ISO/AOAC sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage, d'effectuer une étude des méthodes actuelles d'analyse et d'échantillonnage du lait et des produits laitiers et de formuler des recommandations concernant la mise à jour de la liste de méthodes. Le Comité est également convenu que le rapport du Groupe de travail Norme FIL/ISO/AOAC couvrant ce point, serait diffusé et examiné à sa prochaine session.¹

2 RAPPORT DU GROUPE DE TRAVAIL INTERNATIONAL NORME FIL/ISO SUR LES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE

Suite à la décision de septembre 2005 de mettre un terme à la collaboration tripartite Norme FIL/ISO/AOAC, le "Groupe de travail international Norme FIL/ISO sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage" a étudié les dispositions relatives aux méthodes ISO/Norme FIL en vigueur pour l'analyse et l'échantillonnage du lait et des produits laitiers, telles qu'elles figurent dans le document CODEX STAN 234-1999 - Méthodes d'analyse et d'échantillonnage recommandées, Première partie, Méthodes d'analyse et d'échantillonnage par ordre alphabétique des catégories et noms de produit, pages 18-24.

¹ Codex ALINORM 04/27/11, para. 135 et 136

Les recommandations du Groupe de travail international Norme FIL/ISO sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage du lait et des produits laitiers sont annexées au présent rapport. Les modifications proposées sont signalées par du texte barré et les références mises à jour apparaissent en *italique et caractères gras*.

Il convient de relever que le travail d'étude effectué par le Groupe de travail international Norme FIL/ISO ne comprenait pas les méthodes NMKL et AOAC qui figurent dans le document CODEX STAN 234-1999 - Méthodes d'analyse et d'échantillonnage recommandées, Première partie, Méthodes d'analyse et d'échantillonnage par ordre alphabétique des catégories et noms de produit, pages 18-24.

Lait et Produits Laitiers				
Produits Laitiers	Fer	Norme FIL 103A:1986 Norme ISO 6732:1985 (confirmée 1995)	Photométrie (bathophénanthroline)	IV
Produits Laitiers	Echantillonnage	Norme FIL 50C:1995 Norme ISO 707:1997 Norme FIL 50 / ISO 707:2005	Directives générales pour obtenir un échantillon provenant de lots en vrac	-
Produits Laitiers	Echantillonnage	Norme FIL 113A:1990 Norme ISO 5538:1987 (confirmée 1992) Norme FIL 113 / ISO 5538:2004	Contrôle par attributs	-
Produits Laitiers	Echantillonnage	Norme FIL 136A:1992 Norme ISO 8197:1988 (confirmée 1993)	Contrôle par mesures	-
Produits laitiers (pour les produits non complètement solubles dans l'ammoniac)	Matière grasse laitière	Norme FIL 126A:1988 ISO 8262-3:1987 Norme FIL 124-3 / ISO 8262-3:2005	Gravimétrie (Weibull-Berntrop)	I
Beurre	Matière sèche non grasse du lait	Norme FIL 80:1977 Norme ISO 3727:1977 Norme FIL 80-2 / ISO 3727-2:2002	Gravimétrie	I
Beurre	Matière grasse laitière	Norme FIL 80:1977 Norme ISO 3727:1977 Norme FIL 80-3 / ISO 3727-3:2003	Gravimétrie	I
Beurre	Sel	Norme FIL 12B: 1988 Norme ISO 1738:1997 Norme FIL 12 / ISO 1738:2004	Titrimétrie (Mohr: détermination du chlorure, exprimé en chlorure de sodium)	II
Beurre	Sel	Norme FIL 179:1997 Norme FIL 179 / ISO 15648:2004	Potentiométrie (détermination du chlorure, exprimé en chlorure de sodium)	III
Beurre	Echantillonnage	Norme FIL 50C:1995 Norme ISO 707:1997 Norme FIL 50 / ISO 707:2005	Directives générales pour obtenir un échantillon provenant de lots en vrac	-
Beurre	Matière grasse végétale	Norme FIL 54:1970 Norme ISO 3594:1976 (confirmée 1996)	Chromatographie en phase gazeuse	II
Beurre	Matière grasse végétale	Norme FIL 32:1965 Norme ISO 3595:1976 (confirmée 1996)	Test à l'acétate de phytostérol	III
Beurre	Eau	Norme FIL 80:1977 Norme ISO 3727:1977 Norme FIL 80 / ISO 3727:2001	Gravimétrie	I

Lait et Produits Laitiers				
Fromage	Acide citrique	Norme FIL 34C:1992 Norme FIL RM 34 / ISO TS 34:2005	Méthode enzymatique	II
Fromage	Acide citrique	Norme ISO 2963:1997	Photométrie	III
Fromage	Matière grasse laitière	Norme FIL 5B:1986 Norme ISO 1735:1987 Norme FIL 5 / ISO 1735:2004	Gravimétrie (Schmid-Bonzynski-Ratzlaff)	I
Fromage	Echantillonnage	Norme FIL 50C:1995 Norme ISO 707:1997 Norme FIL 50 / ISO 707:2005	Directives générales pour obtenir un échantillon provenant de lots en vrac	-
Fromage (et croûtes de fromage)	Natamycine	Norme FIL 140A:1992 Norme ISO 9223:1991 (confirmée 1996)	Spectrophotométrie d'absorption moléculaire et CLHP après extraction	II
Fromages en saumure	Matière grasse laitière dans l'extrait sec	Norme FIL 5B:1986 Norme ISO 1735:1987 Norme FIL 5 / ISO 1735:2004	Gravimétrie (Schmid-Bonzynski-Ratzlaff)	I
Fromages en saumure	Echantillonnage	Norme FIL 50C:1995 Norme ISO 707:1997 Norme FIL 50 / ISO 707:2005	Directives générales pour obtenir un échantillon provenant de lots en vrac	-
Crème	Matière grasse laitière	Norme FIL 16C:1987 Norme ISO 2450:1985	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Crème	Matière sèche	Norme FIL 21B:1987 Norme ISO 6731:1989	Gravimétrie (dessiccation à 102 °C)	I
Produits à base de caséine comestible	Acides libres	Norme FIL 91:1979 (confirmée 1986) Norme ISO 5547:1978 (confirmée 1993)	Titrimétrie (extrait aqueux)	IV
Produits à base de caséine comestible	Cendres (y compris P ₂ O ₅)	Norme FIL 90:1979 (confirmée 1986) Norme ISO 5545:1978	Four à 825°C	IV
Produits à base de caséine comestible	Cuivre	Norme FIL 76A:1980 Norme ISO 5738:1980 (confirmée 1995) Norme FIL 76 / ISO 5738:2004	Colorimétrie (diéthylthiocarbamate)	III
Produits à base de caséine comestible	Lactose	Norme FIL 106:1982 Norme ISO 5548:1980 (confirmée 1996) Norme FIL 106 / ISO 5548:2004	Photométrie (phénol et H ₂ SO ₄)	IV
Produits à base de caséine comestible	Plomb	Norme FIL 133A:1992	Spectrophotométrie (diphényl-1,5 thiocarbazone)	III
Produits à base de caséine comestible	Matière grasse laitière	Norme FIL 127A:1988 ISO 5543:1986 (confirmée 1996)	Gravimétrie (Schmid-Bonzynski-Ratzlaff)	I
Produits à base de caséine comestible	Teneur en eau	Norme FIL 78C:1990 Norme ISO 5550:1978 Norme FIL 78 / ISO 5550:2005	Gravimétrie (dessiccation à 102 °C)	I
Produits à base de caséine comestible	pH	Norme FIL 115A:1989 Norme ISO 5546:1979 (confirmée 1996)	Electrométrie	IV
Produits à base de caséine comestible	Protéines (N total x 6,38 dans l'extrait sec)	Norme FIL 92:1979 (confirmée 1986) Norme ISO 5545:1978 (confirmée 1993)	Titrimétrie, digestion de Kjeldahl	IV

Lait et Produits Laitiers				
Produits à base de caséine comestible	Echantillonnage	Norme FIL 50C:1995 Norme ISO 707:1997 Norme FIL 50 / ISO 707:2005	Directives générales pour obtenir un échantillon provenant de lots en vrac	-
Produits à base de caséine comestible	Sédiment (particules brûlées)	Norme FIL 107A:1995 Norme ISO 5739:1983 Norme FIL 107 / ISO 5739:2002	Comparaison visuelle avec disques standard, après filtration	IV
Laits concentrés non sucrés	Matière grasse laitière	Norme FIL 13C: 1987 Norme ISO 1737:1985	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Laits concentrés non sucrés	Echantillonnage	Norme FIL 50C:1995 Norme ISO 707:1997 Norme FIL 50 / ISO 707:2005	Directives générales pour obtenir un échantillon provenant de lots en vrac	-
Laits concentrés non sucrés	Matière sèche	Norme FIL 21B:1987 Norme ISO 6731:1989	Gravimétrie (dessiccation à 102 °C)	I
Laits en poudre et crèmes en poudre	Matière grasse laitière	Norme FIL 9C: 1987 Norme ISO 1736:1985	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Laits en poudre et crèmes en poudre	Protéines (dans la matière sèche non grasse du lait)	Norme FIL 20B:1993 Norme FIL 20-1 / ISO 8968-1:2001	Titrimétrie, digestion de Kjeldahl	I
Laits en poudre et crèmes en poudre	Echantillonnage	Norme FIL 50C:1995 Norme ISO 707:1997 Norme FIL 50 / ISO 707:2005	Directives générales pour obtenir un échantillon provenant de lots en vrac	-
Laits en poudre et crèmes en poudre	Particules brûlées	Norme FIL 107A:1995 Norme ISO 5739:1983 Norme FIL 107 / ISO 5739:2002	Comparaison visuelle avec disques standard, après filtration	IV
Laits en poudre et crèmes en poudre	Solubilité	Norme FIL 129A:1988 Norme ISO 8156:1987 Norme FIL 129 / ISO 8156:2005	Centrifugation	I
Laits en poudre et crèmes en poudre	Acidité titrable	Norme FIL 86:1981 Norme ISO 6091:1980	Titrimétrie, titrage à pH 8.4	I
Laits en poudre et crèmes en poudre	Eau	Norme FIL 26A:1993 Norme FIL 26 / ISO 5537:2004²	Gravimétrie (dessiccation à 102 °C)	IV
Produits à base de matière grasse laitière	Antioxydants (phénoliques)	Norme FIL 165:1993	Chromatographie liquide en gradient de phase inversée	II
Produits à base de matière grasse laitière	Acides gras libres (exprimés en acide oléique)	Norme FIL 6B:1989 Norme ISO 1740:1991 (confirmée 1996) Norme FIL 6 / ISO 1740:2004	Titrimétrie	I
Produits à base de matière grasse laitière	Matière grasse laitière	Norme FIL 24:1964	Gravimétrie (calcul de la matière sèche non grasse et de la teneur en eau)	IV
Produits à base de matière grasse laitière	Echantillonnage	Norme FIL 50C:1995 Norme ISO 707:1997 Norme FIL 50 / ISO 707:2005	Directives générales pour obtenir un échantillon provenant de lots en vrac	-
Produits à base de matière grasse laitière	Matière grasse végétale (stérols)	Norme FIL 54:1979 Norme ISO 3594:1976 (confirmée 1996)	Chromatographie en phase gazeuse	II

² La méthode de substitution n'a été validée que pour les laits en poudre et pas pour les crèmes en poudre

Lait et Produits Laitiers				
Produits à base de matière grasse laitière	Matière grasse végétale	Norme FIL 32:1965 Norme ISO 3595:1976 (confirmée 1996)	Test à l'acétate de phytostérol	III
Produits à base de matière grasse laitière	Eau	Norme FIL 23A:1988 Norme FIL 23 / ISO 5536:2002	Titrimétrie (Karl Fischer)	II
Préparations à base de fromage fondu	Acide citrique	Norme FIL 34C:1992 Norme FIL RM 34 / ISO TS 2963:2005	Méthode enzymatique	II
Préparations à base de fromage fondu	Acide citrique	Norme ISO 2963:1997	Photométrie	III
Préparations à base de fromage fondu	Matière grasse laitière	Norme FIL 5B:1986 Norme ISO 1735:1987 Norme FIL 5 / ISO 1735:2004	Gravimétrie (Schmid-Bondzynski- Ratzlaff)	I
Préparations à base de fromage fondu	Phosphate ajouté (exprimé sous forme de phosphore)	Norme FIL 51B:1991	Calcul	IV
Préparations à base de fromage fondu	Phosphore	Norme FIL 33C: 1987 Norme ISO 2962:1984 (confirmée 1994)	Spectrophotométrie (molybdate - acide ascorbique)	II
Préparations à base de fromage fondu	Sel	Norme FIL 88A:1979 Norme ISO 5943:1988 (confirmée 1996) Norme FIL 88 / ISO 5943:2004	Potentiométrie (détermination du chlorure, exprimé en chlorure de sodium)	II
Lait concentré sucré	Matière grasse laitière	Norme FIL 13C: 1987 Norme ISO 1737:1985	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Laits concentrés sucrés	Echantillonnage	Norme FIL 50C:1995 Norme ISO 707:1997 Norme FIL 50 / ISO 707:2005	Directives générales pour obtenir un échantillon provenant de lots en vrac	-
Fromage de lactosérum	Extrait sec	Norme FIL 58:1970 (confirmée 1993) Norme ISO 2920:1974 (confirmée 1996) Norme FIL 58 / ISO 2920:2004	Gravimétrie (dessiccation à 88±2°C)	IV
Fromage de lactosérum	Matière grasse laitière (dans l'extrait sec)	Norme FIL 59A:1986 Norme ISO 1854:1987	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Fromage de lactosérum	Echantillonnage	Norme FIL 50C:1995 Norme ISO 707:1997 Norme FIL 50 / ISO 707:2005	Directives générales pour obtenir un échantillon provenant de lots en vrac	-
Poudres de lactosérum	Cendres	Norme FIL 90:1979 (confirmée 1986) Norme ISO 5545:2978	Four à 825°C	IV
Poudres de lactosérum	Cuivre	Norme FIL 76A:1980 Norme ISO 5738:1980 (confirmée 1995) Norme FIL 76 / ISO 5738:2004	Photométrie (diéthylthiocarbamate)	III
Poudres de lactosérum	Matière grasse laitière	Norme FIL 9C:1987 Norme ISO 1736:1985	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Poudres de lactosérum	Eau "libre", teneur en	Norme FIL 58:1970 (confirmée 1993) Norme ISO 2920:1974 (confirmée 1996) Norme FIL 58 / ISO 2920:2004	Gravimétrie (dessiccation à 88±2°C)	IV

Lait et Produits Laitiers				
Poudres de lactosérum	Protéines (N total x 6,38)	Norme FIL 92:1979 (confirmée 1986) Norme ISO 5549:1978 (confirmée 1978)	Titrimétrie, digestion de Kjeldahl	IV
Poudres de lactosérum	Echantillonnage	Norme FIL 113A:1990 Norme ISO 5538:1987 (confirmée 1992) Norme FIL 113 / ISO 5538:2004	Contrôle par attributs	-
Poudres de lactosérum	Echantillonnage	Norme FIL 50C:1995 Norme ISO 707:1997 Norme FIL 50 / ISO 707:2005	Directives générales pour obtenir un échantillon provenant de lots en vrac	-
Yogourt et produits à base de yogourt	<i>Lactobacillus bulgaricus et Streptococcus thermophilus</i>	Norme FIL 117A:1988 Norme FIL 117 / ISO 7889:2003	Dénombrement des colonies à 37°C	
Yogourt et produits à base de yogourt	<i>Lactobacillus bulgaricus et Streptococcus thermophilus</i>	Norme FIL 146:1991 Norme FIL 146 / ISO 9232:2003	Test d'identification	
Yogourt et produits à base de yogourt	Matière sèche totale	Norme FIL 151:1991 Norme FIL 151 / ISO 13580:2005	Gravimétrie (dessiccation à 102°C)	I

Seconde partie

Rapport du "groupe de travail international Norme FIL/ISO sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage" sur les méthodes d'analyse, demandé par le CCMMP dans le cadre de l'élaboration du projet de Normes du Codex pour le lait et les produits laitiers actuellement en cours

1 INTRODUCTION

Pendant sa sixième session, le Comité du Codex sur le lait et les produits laitiers a demandé au groupe de travail Norme FIL/ISO/AOAC sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage, de préparer une liste de méthodes d'analyse que le CCMMP devrait inclure dans le projet de Normes du Codex pour le lait et les produits laitiers actuellement en cours d'élaboration, en se basant sur les informations reçues. Le Comité est également convenu que le rapport du Groupe de travail Norme FIL/ISO/AOAC couvrant ce point, serait diffusé et examiné à sa prochaine session.³

2 RAPPORT DU GROUPE DE TRAVAIL INTERNATIONAL NORME FIL/ISO SUR LES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE

Suite à la décision de septembre 2005 de mettre un terme à la collaboration tripartite Norme FIL/ISO/AOAC, le "Groupe de travail international Norme FIL/ISO sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage" a préparé une liste de méthodes d'analyse que le CCMMP devrait inclure dans le projet de Normes du Codex pour le lait et les produits laitiers actuellement en cours d'élaboration, en se basant sur les informations reçues. La liste est annexée au présent rapport. Elle comprend également des observations des experts du groupe de travail international Norme FIL/ISO sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage.

³ Codex ALINORM 04/27/11, para. 135 et 136

Produit	Disposition	Exigence	Méthode	Principe	Observations	Type	Statut
Mélange de lait écrémé concentré et de matière grasse végétale. (à l'étape 5)	Matière grasse totale	$\geq 7.5\%$ m/m	Norme FIL 13C:1987 Norme ISO 1737:1999	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	La portée de la méthode ne couvre pas ce type de produits. On considère néanmoins, que la méthode s'applique.	I	E 22 CCMAS
	Matière sèche non grasse du lait *	$\geq 17.5\%$ m/m	Norme FIL 21B:1987 Norme ISO 6731:1989 Norme FIL 13C:1987 ISO 1737:1999	Calcul à partir des teneurs totales de matière sèche et de matière grasse Gravimétrie (Röse-Gottlieb)		I	E 22 CCMAS
	Protéine du lait dans la matière sèche non grasse du lait*	$\geq 34\%$ m/m dans la matière sèche non grasse du lait	Norme FIL 20-partie 1 ou 2 :2001 Norme ISO 8963-partie 1 ou 2:2001	Titrimétrie (Kjeldahl)	La portée de la méthode ne couvre pas ce type de produits. On considère néanmoins, que la méthode s'applique.	I	E 23 CCMAS
Mélange de lait partiellement écrémé concentré et de matière grasse végétale. (faisant partie de la norme ci-dessus)	Matière grasse totale	$\leq 7.5\%$ m/m $\geq 1\%$ m/m	Norme FIL 13C:1987 Norme ISO 1737:1999	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	La portée de la méthode ne couvre pas ce type de produits. On considère néanmoins, que la méthode s'applique.	I	E 22 CCMAS
	Matière sèche non grasse du lait *	$\geq 19\%$ m/m	Norme FIL 21B:1987 Norme ISO 6731:1989 Norme FIL 13C:1987 ISO 1737:1999	Calcul à partir des teneurs totales de matière sèche et de matière grasse		I	E 22 CCMAS (pour le concentré non sucré)

* La matière sèche totale du lait et la matière sèche non grasse du lait contiennent de l'eau provenant de la cristallisation du lactose

Produit	Disposition	Exigence	Méthode	Principe	Observations	Type	Statut
	Protéine du lait dans la matière sèche non grasse du lait*	>=34% m/m dans la matière sèche non grasse du lait	Norme FIL 20-1:2001 Norme ISO 8963-1:2001	Titrimétrie (Kjeldahl)	La portée de la méthode ne couvre pas ce type de produits. On considère néanmoins, que la méthode s'applique.	I	E 23 CCMAS
Mélange de lait écrémé et de matière grasse végétale en poudre (à l'étape 5)	Matière grasse totale	>=26% m/m	Norme FIL 9C:1987 Norme ISO 1736:1999	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	La portée de la méthode ne couvre pas ce type de produits. On considère néanmoins, que la méthode s'applique.	I	
	Eau*	<= 5% m/m	Norme FIL 26:2004 Norme ISO 5537:2004	Gravimétrie, dessiccation à 87 °C	La portée de la méthode ne couvre pas ce type de produits. On considère néanmoins, que la méthode s'applique. Il a été constaté que les résultats obtenus par cette méthode pour les poudres de lait entier et de lait écrémé ne sont pas nettement différents de ceux obtenus avec la Norme FIL 26A:1993	I	
	Protéine du lait dans la matière sèche non grasse du lait*	>=34% m/m dans la matière sèche non grasse du lait	Norme FIL 20-partie 1 ou 2:2001 Norme ISO 8961-partie 1 ou 2:2001	Titrimétrie (Kjeldahl)	La portée de la méthode ne couvre pas ce type de produits. On considère néanmoins, que la méthode s'applique.	I	

* L'eau qui ne comprend pas l'eau cristallisée liée au lactose (en fait, il convient de lire teneur en eau)

* La matière sèche totale du lait et et la matière sèche non grasse du lait contiennent de l'eau provenant de la cristallisation du lactose

** La teneur en eau qui ne comprend pas l'eau cristallisée liée au lactose (en fait, il convient de lire teneur en eau)

Produit	Disposition	Exigence	Méthode	Principe	Observations	Type	Statut
Mélange de lait partiellement écrémé en poudre avec de la matière grasse végétale en poudre (faisant partie de la norme ci-dessus)	Matière grasse totale	<=26% m/m >= 1.5% m/m	Norme FIL 9C:1987 Norme ISO 1736:1999	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	La portée de la méthode ne couvre pas ce type de produits. On considère néanmoins, que la méthode s'applique.	I	
	Eau**	<= 5% m/m	Norme FIL 26:2004 Norme ISO 5537:2004	Gravimétrie, dessiccation à 87 °C	La portée de la méthode ne couvre pas ce type de produits. On considère néanmoins, que la méthode s'applique. Il a été constaté que les résultats obtenus par cette méthode pour les poudres de lait entier et de lait écrémé ne sont pas nettement différents de ceux obtenus avec la Norme FIL 26A:1993	I	
	Protéine du lait dans la matière sèche non grasse du lait*	>=34% m/m dans la matière sèche non grasse du lait	Norme FIL 20-partie 1 ou 2:2001 Norme ISO 8961-partie 1 ou 2:2001	Titrimétrie (Kjeldahl)	La portée de la méthode ne couvre pas ce type de produits. On considère néanmoins, que la méthode s'applique.	I	
Mélange de lait concentré écrémé sucré et de matière grasse végétale. (à l'étape 5)	Matière grasse totale	>=[7-8%] m/m	Norme FIL 13C:1987 Norme ISO 1737:1999	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	La portée de la méthode ne couvre pas ce type de produits. On considère néanmoins, que la méthode s'applique.	I	E 22 CCMAS

Produit	Disposition	Exigence	Méthode	Principe	Observations	Type	Statut
	Matière sèche non grasse du lait*	$\geq 20\%$ m/m	Norme FIL 21B:1987 Norme ISO 6731:1989 Norme FIL 13C:1987 Norme ISO 1737:1999	Calcul à partir des teneurs totales de matière sèche et de matière grasse Gravimétrie (Röse-Gottlieb)		I	E 22 CCMAS
	Protéine du lait dans la matière sèche non grasse du lait*	$\geq 34\%$ m/m dans la matière sèche non grasse du lait	Norme FIL 20-partie 1 ou 2:2001 Norme ISO 8961-partie 1 ou 2:2001	Titrimétrie (Kjeldahl)	La portée de la méthode ne couvre pas ce type de produits. On considère néanmoins, que la méthode s'applique.	I	E 23 CCMAS
Mélange de lait concentré sucré partiellement écrémé et de matière grasse végétale (faisant partie de la norme ci-dessus)	Matière grasse totale $\leq 8\%$ m/m $\geq 1\%$ m/m	$\leq 8\%$ m/m $\geq 1\%$ m/m	Norme FIL 13C:1987 Norme ISO 1737:1999	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	La portée de la méthode ne couvre pas ce type de produits. On considère néanmoins, que la méthode s'applique.	I	E 22 CCMAS
	Matière sèche non grasse du lait* $\geq 20\%$ m/m	$\geq 20\%$ m/m	Norme FIL 21B:1987 Norme ISO 6731:1989 Norme FIL 13:1987 Norme ISO 1737:1999	Calcul à partir des teneurs totales de matière sèche et de matière grasse		I	E 22 CCMAS (pour le concentré non sucré)

* La matière sèche totale du lait et et la matière sèche non grasse du lait contiennent de l'eau provenant de la cristallisation du lactose

Produit	Disposition	Exigence	Méthode	Principe	Observations	Type	Statut
	Protéine du lait dans la matière sèche non grasse du lait*	>=34% m/m dans la matière sèche non grasse du lait	Norme FIL 20-partie 1 ou 2:2001 Norme ISO 8961-partie 1 ou 2:2001	Titrimétrie (Kjeldahl)	La portée de la méthode ne couvre pas ce type de produits. On considère néanmoins, que la méthode s'applique.	I	E 23 CCMAS
Cheddar (C-1) (s'applique, avec les adaptations nécessaires, aux Danbo (C-3), Edam (C-4), Gouda (C-5), Havarti (C-6), Samsø (C-7), Emmental (C-9), Tilsiter (C-11), St Paulin (C-13), Provolone (C-15), Coulommiers (C-18), (Cheddar et Danbo à l'étape 5, tous les autres, à l'étape 4)	Matière grasse laitière dans l'extrait sec (MGES)	>= 22% m/m Valeur de référence [48-60%] m/m La valeur ci-dessus ne s'applique qu'au Cheddar. Des exigences différentes, et plus complexes dans certains cas, s'appliquent pour les autres fromages cités.	Norme FIL 5:2004 Norme ISO 1735:2004	Gravimétrie (Schmid-Bonzynski-Ratzlaff)	L'ISO 5:2004/ISO 1735:2004 mesure la matière grasse et lorsque l'extrait sec est mesuré en utilisant la Norme FIL 4:2004/ISO 5534:2004, on calcule la MGES en utilisant les valeurs obtenues par la mesure ci-dessus.	I	E 22 CCMAS
	Extrait sec selon la MGES	MGES 22-30% m/m >=49% MGES 30-40% m/m >=53% MGES 40-48% m/m >=57% MGES 48-60% m/m >=61% MGES >60% m/m >=66%	Norme FIL 4:2004 Norme ISO 5534:2004	Gravimétrie, dessiccation à 102 °C		I	E 23 CCMAS
Emmental (C-9) uniquement (fromage prêt à la vente) (à l'étape 4)	Acide propionique >=150mg/100g				Il n'existe pas de méthode de mesure FIL/ISO pour la mesure de l'acide propionique dans le fromage		

Produit	Disposition	Exigence	Méthode	Principe	Observations	Type	Statut
Emmental (C-9) (à l'étape 4)	Calcium >= 800mg/100g		Norme FIL 154: 1992 Norme ISO 8070:1987	Spectrophotométrie d'absorption atomique avec flamme	La portée de la méthode ne couvre pas ce type de produits. On estime néanmoins qu'elle doit aussi fonctionner pour le fromage que l'on procède par séchage de cendres ou par digestion acide. (Note : L'expérience avec la méthode de séchage des cendres indique qu'il peut quelquefois y avoir une certaine perte de minéraux). La norme FIL 154 est une veille norme provisoire et elle sera retirée au moment de la publication de la Norme FIL 119/ISO 8070. En 2004, la Norme FIL 119/ISO 8070 a été soumise à une étude de validation inter laboratoires pour l'élargissement du champ d'application au Ca et au Mg et à «d'autres produits laitiers», y compris le fromage. La précision des données était satisfaisante.	III	
Cottage cheese (C-16) (à l'étape 4)	Matière grasse laitière	>= 0% m/m Niveau de référence 4-5% m/m	Norme FIL 124-3:2005 Norme ISO 8262-3:2005 Norme FIL 5:2004 Norme ISO 1735:2004	Gravimétrie (Weibull-Berntrop)	Utiliser la Norme FIL 5; sauf dans les cas où la teneur en lactose est >5% des matières sèches non grasses et où il convient d'utiliser la Norme FIL 124-3 :2005. La portée des méthodes ne couvre pas ce type de produit. On considère néanmoins, que les méthodes s'appliquent.	I	<i>? Ce sujet est en cours de travail en vue d'une publication conjointe FIL 124-3 / ISO 8262-3 en 2005</i>

Produit	Disposition	Exigence	Méthode	Principe	Observations	Type	Statut
	Extrait sec non gras	>=18% m/m	Norme FIL 4:2004 Norme ISO 5534:2004	Gravimétrie, dessiccation à 102 °C	La norme FIL 4:2004/ISO 5534:2004 mesure l'extrait sec lorsqu'elle est utilisée avec la norme FIL 5:2004/ISO 5534:2004 (ou FIL 124-3:2005 selon le cas) l'extrait sec non gras peut être obtenu par calcul.	I	E 23 CCMAS
Coulommiers (C-18) (à l'étape 4)	Matière grasse laitière dans l'extrait sec	40% Niveau de 40% à 50 % = >40% mais < 50% niveau de référence 42% = > 50% mais < 60% Niveau de référence 46% =>60% Niveau de référence 52%	Norme FIL 5:2004 Norme ISO 1735:2004	Gravimétrie (Schmid-Bonzynski-Ratzlaff)	La norme FIL 5:2004 / ISO 1735:2004 mesure la matière grasse et lorsque l'extrait sec est mesuré en utilisant la norme FIL 4:2004/ISO 5534:2004, on calcule la MGES en utilisant les valeurs obtenues par la mesure ci-dessus.	I	22 CCMAS
	Extrait sec	Niveau de référence de 40% à 50 %	Norme FIL 4:2004 Norme ISO 5534:2004	Gravimétrie, dessiccation à 102°C		I	23 CCMAS
Fromage à la crème (C-31) (à l'étape 4)	Matière grasse laitière dans l'extrait sec	25% Niveau de référence 60-70%	Norme FIL 5:2004 Norme ISO 1735:2004	Gravimétrie (Schmid-Bonzynski-Ratzlaff)	La norme FIL 5:2004/ISO 1735:2004 mesure la matière grasse et lorsque l'extrait sec est mesuré en utilisant la norme FIL 4:2004 / ISO 5534:2004, on calcule la MGES en utilisant les valeurs obtenues par la mesure ci-dessus.	I	E 22 CCMAS

Produit	Disposition	Exigence	Méthode	Principe	Observations	Type	Statut
	Teneur en eau du produit dégraissé	67% Valeur de référence non spécifiée	Norme FIL 4:2004 Norme ISO 5534:2004 Norme FIL 5:2004 Norme ISO 1735:2004	Calcul à partir de la teneur de matière grasse et de la teneur en eau Gravimétrie (Schmid-Bonzynski-Ratzlaff)	La portée des méthodes ne couvre pas ce type de produit. On considère néanmoins, que les méthodes s'appliquent.		E 22 CCMAS E 23 CCMAS
	Extrait sec	22% limité par l'absence d'une valeur de référence pour la teneur en eau du produit dégraissé	Norme FIL 4:2004 Norme ISO 5534:2004	Gravimétrie, dessiccation à 102°C	La portée des méthodes ne couvre pas ce type de produit. On considère néanmoins, que les méthodes s'appliquent.	I	E 23 CCMAS
Camembert (C-33) (à l'étape 4)	Matière grasse laitière dans l'extrait sec	Teneur minimale 30% Niveau de référence 45-55%	Norme FIL 5:2004 Norme ISO 1735:2004	Gravimétrie (Schmid-Bonzynski-Ratzlaff)		I	E 23 CCMAS
	Extrait sec	=>30% mais < 40% niveau de référence 38% =>30% mais < 45% niveau de référence 41% =>45 mais < 55% niveau de référence 43% => 55% Niveau de référence 48%	Norme FIL 4:2004 Norme ISO 5534:2004	Gravimétrie, dessiccation à 102°C		I	E 22 CCMAS
Brie (C-34) (à l'étape 4)	Matière grasse laitière dans l'extrait sec	Teneur minimale 40% Niveau de référence 45%-55%	Norme FIL 5:2004 Norme ISO 1735:2004	Gravimétrie (Schmid-Bonzynski-Ratzlaff)		I	

Produit	Disposition	Exigence	Méthode	Principe	Observations	Type	Statut
	Extrait sec	<p>=>40% mais < 45% niveau de référence 42%</p> <p>=>45% mais < 55% niveau de référence 43%</p> <p>=>55 mais < 60% niveau de référence 48%</p> <p>=> 60% Niveau de référence 51%</p>	Norme FIL 4:2004 Norme ISO 5534:2004	Gravimétrie, dessiccation à 102°C		I	E 22 CCMAS
Mozzarella (à l'étape 4)	Matière grasse laitière dans l'extrait sec – avec forte teneur en eau	20% minimum Niveau de référence 40%-50%	Norme FIL 5:2004 Norme ISO 1735:2004		La portée de la méthode ne couvre pas ce type de produits. On considère néanmoins, que la méthode s'applique.	I	
	Matière grasse laitière dans l'extrait sec – avec faible teneur en eau	18% minimum Niveau de référence 40%-50%	Norme FIL 5:2004 Norme ISO 1735:2004		La portée de la méthode ne couvre pas ce type de produits. On considère néanmoins, que la méthode s'applique.	I	
	Extrait sec	<p>=>18% mais <30% niveau de référence avec faible teneur en eau 34%</p> <p>=>20% mais <30% niveau de référence avec forte teneur en eau 24%</p> <p>=>30% mais <40% niveau de référence avec</p>	Norme FIL 4:2004 Norme ISO 5534:2004	Gravimétrie, dessiccation à 102°C		I	E 22 CCMAS

Produit	Disposition	Exigence	Méthode	Principe	Observations	Type	Statut
		<p>faible teneur en eau 39% niveau de référence avec forte teneur en eau 26%</p> <p>=>40% mais <50% niveau de référence avec faible teneur en eau 42% niveau de référence avec forte teneur en eau 29%</p> <p>=>45% mais <50% niveau de référence avec faible teneur en eau 45% niveau de référence avec forte teneur en eau 31%</p> <p>=>50% mais <60% niveau de référence avec faible teneur en eau 47% niveau de référence avec forte teneur en eau 34%</p> <p>=>60% mais <85% niveau de référence avec faible teneur en eau 53% niveau de référence avec</p>					

Produit	Disposition	Exigence	Méthode	Principe	Observations	Type	Statut
		forte teneur en eau 38%					
Provolone (C-15) Mozzarella	Texture fibreuse composée de longue fibres de protéine parallèles les unes aux autres	procédé “pasta filata”			Il n'existe pas de méthode FIL/ISO		
Fromages de lactosérum (à l'étape 5)	Matière grasse totale		Norme FIL 59A:1986 Norme ISO 1854:1999	Gravimétrie (Röse Gottlieb)		I	E 22 CCMAS
Fromages de lactosérum par concentration (faisant partie de la norme ci-dessus)	Matière grasse totale		Norme FIL 59A:1986 Norme ISO 1854:1999	Gravimétrie (Röse Gottlieb)			
Fromages de lactosérum par coagulation (faisant partie de la norme ci-dessus)	Matière grasse totale		Norme FIL 5:2004 Norme ISO 1735:2004				
Fromages de lactosérum par concentration (faisant partie de la norme ci-dessus)	Extrait sec (total matières sèches)		Norme FIL 58:2004 Norme ISO 2920:2004	Gravimétrie, dessiccation à 88 °C		I	E 23 CCMAS
Fromages de lactosérum par coagulation (faisant partie de la norme ci-dessus)	Extrait sec (total matières sèches)		Norme FIL 4:2004 ISO 5534:2004		La portée de la méthode ne couvre pas ce type de produits. On considère néanmoins, que la méthode s'applique.	I	
	Rapport caséine/protéine doit dépasser celui du lait				Il n'existe pas de méthode FIL/ISO		

Produit	Disposition	Exigence	Méthode	Principe	Observations	Type	Statut
Fromage de lactosérum (faisant partie de la norme ci-dessus)	Teneur en matière grasse du produit sec	Minimum 10% et < 33%	Norme FIL 59 A: 1986 Norme ISO 1854: 1999 et Norme FIL 58:2004 Norme ISO 2920:2004	Calcul à partir de la teneur de matière grasse et de la teneur en extrait sec	S'applique uniquement au fromage de lactosérum produit par concentration		
Fromage de lactosérum à la crème (faisant partie de la norme ci-dessus)	Teneur en matière grasse du produit sec	Minimum 33%	Norme FIL 59 A: 1986 Norme ISO 1854: 1999 et Norme FIL 58:2004 Norme ISO 2920:2004	Calcul à partir de la teneur de matière grasse et de la teneur en extrait sec	S'applique uniquement au fromage de lactosérum produit par concentration		
Fromage de lactosérum écrémé (faisant partie de la norme ci-dessus)	Teneur en matière grasse du produit sec	Inférieure à 10%	Norme FIL 59 A: 1986 Norme ISO 1854: 1999 et Norme FIL 58:2004 Norme ISO 2920 :2004	Calcul à partir de la teneur de matière grasse et de la teneur en extrait sec	S'applique uniquement au fromage de lactosérum produit par concentration		
Fromage fondu (à l'étape 2, projet actuel du leader DG FIL)	Matière grasse laitière sur extrait sec	Maximum 75%	Norme FIL 5:2004 ISO 1735:2004	Gravimétrie (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	Norme FIL 5:2004 / ISO 1735:2004 [ou Norme FIL 124-1/3:2005 / ISO 8262-1/3:2005] pour mesurer la matière grasse. Lorsque l'extrait sec est mesuré par	I	E 22 CCMAS

Produit	Disposition	Exigence	Méthode	Principe	Observations	Type	Statut
					norme FIL 4:2004 / ISO 5534:2004 la MGES peut être obtenue par calcul.		
	Extrait sec	=>30% mais <50% niveau de référence 34% =>50% mais <75% niveau de référence 50% <30% Niveau de référence 29%	Norme FIL 4:2004 ISO 5534:2004	Gravimétrie, dessiccation à 102°C	L'applicabilité de cette méthode n'a pas été vérifiée pour ce type de produit.		E 23 CCMAS
Fromage fondu, qualifié de «tartinable» (faisant partie de la norme ci-dessus)	Matière grasse laitière sur extrait sec	Maximum 75%	Norme FIL 5:2004 ISO 1735:2004	Gravimétrie (Schmid- Bondzynski- Ratzlaff)	Utiliser la norme FIL 5, sauf dans les cas où la teneur en lactose est >5% des matières sèches non grasses et où il convient d'utiliser la norme FIL 124-3:2005.	I	?
	Extrait sec	=>30% mais <50% niveau de référence 30% =>50% mais <75% niveau de référence 40% <30% Niveau de référence 25%	Norme FIL 4:2004 ISO 5534:2004	Gravimétrie, dessiccation à 102°C	L'applicabilité de cette méthode n'a pas été vérifiée pour ce type de produit.	I	E 23 CCMAS
Protéine		Déclarer la teneur en protéine du lait si les consommateurs peuvent être induits en erreur par l'omission de cette mention	Norme FIL/RM 25: 2005 ISO/TS 17837:2005	Méthode de Kjeldahl	Cette méthode mesure la teneur totale en protéine et ne mesure pas spécifiquement la teneur en protéine du lait.	I	

Produit	Disposition	Exigence	Méthode	Principe	Observations	Type	Statut
Pâtes à tartiner à base de produits laitiers (à l'étape 3)	Matière grasse laitière<	< 80% (m/m) > = 10% (m/m)	Norme FIL 194: 2003 ISO 17189:2003	Détermination directe de la teneur en matière grasse par extraction par solvant		I	
	Matière grasse laitière (beurre trois-quarts gras)	< = 62% (m/m) > = 60% (m/m)					
	(beurre demi gras)	< = 41% (m/m) > = 39% (m/m)					
Dispositions pour les boissons de lait fermenté (à l'étape 3)	Ingrédients laitiers	=>40%			Il n'existe pas de méthode Norme FIL/ISO		

Troisième partie

Rapport du "groupe de travail international Norme FIL/ISO sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage" sur les recommandations pour des plans d'échantillonnage pour des produits laitiers basé sur les Directives générales du Codex sur l'échantillonnage

1. INTRODUCTION

1. Pendant sa sixième session en 2004, le Comité du Codex sur le lait et les produits laitiers a demandé au groupe de travail Norme FIL/ISO/AOAC sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage, de formuler des recommandations pour des plans d'échantillonnage pour des produits laitiers en se basant sur les Directives générales du Codex sur l'échantillonnage, récemment terminées par le CCMAS. Le Comité est également convenu que le rapport du Groupe de travail Norme FIL/ISO/AOAC couvrant ce point, serait diffusé et examiné à sa prochaine session.⁴

2. BREF RAPPORT DU GROUPE DE TRAVAIL INTERNATIONAL NORME FIL/ISO SUR LES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE

2. Suite à la décision de septembre 2005 de mettre un terme à la collaboration tripartite Norme FIL/ISO/AOAC, le "Groupe de travail international Norme FIL/ISO sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage" a entrepris d'examiner les questions qu'impliquait la mise en oeuvre des plans d'échantillonnages figurant dans les Directives du Codex. La conclusion générale de cet examen est que plusieurs problèmes empêchent la mise en application immédiate des Directives du Codex dans le cadre de l'évaluation de conformité des produits laitiers. Parmi ces problèmes, on relève l'absence de définition de la rigueur nécessaire dans les plans d'échantillonnage, l'application de plans d'échantillonnage pour des lots d'éléments discrets à des produits présentés en vrac et la présence d'erreurs de mesures importantes dans le cadre de l'application de paramètres Codex pour les essais sur les produits laitiers.

3. RECOMMANDATIONS DU GROUPE DE TRAVAIL INTERNATIONAL NORME FIL/ISO SUR LES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE

3. Etant donné que les erreurs de mesure significatives constituent la raison principale pour laquelle le CCMMP n'est pas parvenu à identifier des plans d'échantillonnage adaptés à une utilisation générale, il est recommandé que la question des plans d'échantillonnage en présence d'erreurs de mesure significatives soit renvoyé à un groupe d'experts statisticiens afin de leur demander s'il est possible de trouver une solution.

4. Si le CCMMP désire mettre en oeuvre des plans d'échantillonnage à plus court terme, il dispose de plusieurs options décrites dans la présente étude. Néanmoins, toutes ces options présentent des faiblesses, principalement quant à leur validité ou leur rigueur. A défaut de pouvoir compenser l'effet d'erreurs de mesures significatives, il subsiste un risque de perte de rigueur de plans d'échantillonnage et il convient d'attirer l'attention des utilisateurs sur ce genre de risque avant d'utiliser l'une de ces options.

5. Les options suivantes sont abordées dans la présente étude :

- Faire abstraction de l'erreur de mesure et utiliser les plans d'échantillonnage des Directives du Codex.
- Utiliser les méthodes de la norme ISO 22110 / FIL 207 récemment réalisée pour vérifier que les évaluations du fournisseur et du « consommateur » sont identiques, en tenant compte des erreurs de mesure connues. L'inconvénient de cette option réside dans la nécessité de coopération entre le fournisseur et le consommateur; elle ne propose pas d'issue satisfaisante en cas de désaccord entre les parties, sans mécanisme destiné à déterminer quelle est la partie dont l'évaluation est la plus correcte.

⁴ Codex ALINORM 04/27/11, para. 135 et 136

- Utiliser des méthodes qui tiennent compte de l'incertitude des mesures. Ces méthodes sont principalement appliquées pour des évaluations d'échantillons uniques, et tout en considérant qu'elles peuvent être valables, elles sont relativement insensibles sauf quand il s'agit de détecter de grandes quantités de produits non conformes.
- Utiliser des méthodes fondées sur le règlement CE 2535/2001. L'inconvénient principal de cette méthode est qu'elle dépend d'estimations des écarts-type des procédés à long terme fournis par le fournisseur et calculées sur base d'une hypothèse de procédés stables.

L'utilisation de l'une des méthodes décrites ci-dessus ne saurait constituer qu'une mesure temporaire dans l'attente d'une approche plus valable où les risques d'erreur de décision de conformité seraient acceptables.

6. S'il s'avère impossible de mettre au point des plans d'échantillonnage pour imposer un degré de rigueur de conformité satisfaisant, le CCMMP peut envisager d'entreprendre une des démarches suivantes :

- Relâchement de la rigueur pour les normes sur les produits, de telle sorte que la rigueur désirée soit réalisable avec les méthodes d'essai et les plans d'échantillonnage existants.
- Redéfinir les normes existantes de manière à établir des paramètres conformes au champ d'application des Directives du Codex.
- Élimination pure et simple de ces normes.

7. Le CCMMP devrait réunir un forum pour décider de la rigueur adéquate à prévoir dans les normes sur les produits laitiers pour les évaluations de conformité.

8. Il est par ailleurs nécessaire d'étudier la question de l'application des Directives du Codex à des lots composés de produits continus; on pourrait par exemple choisir des plans d'échantillonnage basés sur la taille de lot typique pour un produit particulier.

9. Les raisonnements qui ont mené aux conclusions ci-dessus sont résumés ci-dessous et développés de manière plus détaillée dans l'étude technique en annexe.

3.1 TAILLE D'ÉCHANTILLON / TAILLE DE LOT

10. Par défaut, les plans d'échantillonnage, y compris ceux des Directives du Codex, considèrent que des lots sont faits d'unités discrètes. Il s'agit néanmoins d'une limitation inutile; les plans d'échantillonnage pour le contrôle par attributs et le contrôle par mesures s'appliquent aussi à des produits de type continu (matériel en vrac).

11. Les dispositifs d'échantillonnage publiés ont également présenté des plans d'échantillonnage sélectionnés en fonction de la taille du lot examiné. Les concepteurs de ces dispositifs ont intentionnellement, mais de manière arbitraire, augmenté la taille de l'échantillon en fonction de la taille du lot, afin de minimiser le risque de décision erronée sur des lots plus grands, parce que le coût qu'implique une décision erronée est plus important. Toutefois, le choix d'un plan d'échantillonnage selon la taille d'un lot et l'augmentation de la taille de l'échantillon en fonction de la taille du lot ne sont généralement pas adaptés aux produits laitiers où la taille des lots, à savoir le nombre d'emballages qu'ils contiennent, est conditionnée par l'utilisation finale du produit et pas nécessairement par la quantité de produit dans le lot lui-même.

12. Les Directives du Codex contiennent des plans d'échantillonnage pour l'échantillonnage de matériaux en vrac repris dans les normes ISO/FDIS 10725 et ISO 11648-1. Néanmoins ces plans d'échantillonnage servent à l'évaluation de conformité du niveau *moyen* d'un certain attribut par rapport à une valeur spécifiée. Bien qu'il s'agisse d'éléments importants dans le cadre de dispositions contractuelles, ces plans ne sont généralement pas adaptés aux fins du Codex qui requièrent la conformité par rapport à des limites supérieures et inférieures spécifiques.

3.2 RIGUEUR

13. Actuellement la plupart des normes du Codex ne spécifient que des limites sans fournir d'informations sur la démarche à suivre pour effectuer l'évaluation de conformité des produits par rapport à ces limites, ou sur la rigueur nécessaire pour ces évaluations. Ceci a généré tout un éventail d'interprétations et de procédures ad-hoc engendrant le risque d'évaluations différentes d'un même produit ou d'exposition des consommateurs ou des fournisseurs à des risques inutiles. Il avait été prévu de mettre un terme à cet état des choses en développant les Directives du Codex, qui devaient fournir un cadre pour le choix de plans d'échantillonnage à utiliser avec les normes du Codex.

14. Afin de choisir un plan d'échantillonnage pour une application spécifique, un Comité de produit doit d'abord décider de la rigueur exigée pour ce plan et donc de poser les risques inhérents à l'acceptation de produits de qualité médiocre et du rejet de produits de qualité acceptable. Les Comités de produits, y compris le CCMMP, n'ont pas encore pris les décisions de principe quant aux risques acceptables avant de pouvoir appliquer un plan d'échantillonnage établi.

3.3 ERREUR DE MESURE

15. De manière générale, sauf dans le cas où des dispositions particulières sont mises en place, l'utilisation d'une méthode d'essai imprécise augmente le risque de rejet d'un produit de qualité acceptable et d'acceptation d'un produit de qualité médiocre. Pour que les Directives du Codex soient applicables, l'erreur de mesure doit être inférieure à 30% de toutes les variations. Une étude limitée des données indique que de nombreuses méthodes utilisées pour mesurer les paramètres du Codex sur des produits laitiers ne satisfont pas à cette exigence. Alors qu'un certain nombre de solutions a été proposé pour résoudre ce problème, il ne semble pas exister dans la littérature de méthode statistique générale qui garantisse la rigueur exigée lorsque les erreurs d'essais inter-laboratoires sont significatives. Bien que les problèmes de rigueur pourraient être résolus aisément par des décisions politiques d'une part et que les problèmes d'utilisation de plans d'échantillonnage pour des lots non composés d'unités discrètes pourraient être résolus par l'utilisation de tailles de lots nominales d'autre part, il semble ne pas exister de plans d'échantillonnage généraux qui permettent de contrôler les risques de manière satisfaisante en présence d'erreurs de mesure significatives entre laboratoires.

Annexe 1**Etude technique****Introduction**

La présente annexe étudie les Directives du CCMAS sur l'échantillonnage et identifie les problèmes que pose la mise en œuvre des plans d'échantillonnage contenus dans ces directives. La conclusion générale est qu'il est impossible d'appliquer les Directives du Codex directement à l'évaluation de conformité des produits laitiers, en particulier parce que la présence d'erreurs de mesure significatives entre laboratoires pour de nombreux paramètres du Codex évalués sur des produits laitiers serait susceptible de rendre les Directives du Codex inutilisables. Il ne semble par ailleurs pas exister de solution simple pour surmonter ce problème et concevoir un plan d'échantillonnage pour contrôler les risques selon des niveaux imposés, en présence d'erreurs de mesure significatives.

Définitions

Les définitions suivantes sont utiles pour toute étude sur les plans d'échantillonnage :

Echantillon (ISO3534-1977; 3.2)

Un ou plusieurs individus extraits d'une population [d'un lot] destiné à fournir des informations sur cette population et éventuellement à servir de base à une décision concernant cette population ou le procédé qui l'a produite.

Plan d'échantillonnage (ISO3534-1977; 4.30)

Un plan selon lequel un ou plusieurs échantillons sont prélevés en vue d'obtenir de l'information et éventuellement prendre une décision [concernant le lot ou le procédé qui l'a produit].

Plan d'échantillonnage avec critère d'acceptation (ISO3534-1977; 4.37)

Un plan d'échantillonnage destiné à établir l'acceptation ou le rejet d'un lot.

Il s'agit du type de plan d'échantillonnage évoqué dans le Manuel de Procédure du Codex. Il convient de noter que ces plans d'échantillonnage ne spécifient pas seulement le nombre d'échantillons prélevés et éventuellement comment ces échantillons sont à prélever, mais aussi des critères d'acceptation du lot, fondés sur les résultats des essais effectués sur les échantillons.

Courbe d'efficacité d'un plan d'échantillonnage (ISO3534-1977; 4.44)

*Pour un plan d'échantillonnage donné, une courbe qui décrit la probabilité d'acceptation d'un lot en fonction de sa qualité réelle. **Risque du fournisseur (ISO3534-1977: 4 :45)***

*Un point sur la courbe d'efficacité d'un plan d'échantillonnage qui correspond à une probabilité de rejet prévisible et généralement faible. Cette probabilité de rejet s'appelle le **risque du fournisseur**.*

Risque du consommateur (ISO3534-1977 : 4.46)

*Un point sur la courbe d'efficacité d'un plan d'échantillonnage qui correspond à une probabilité d'acceptation prévisible et généralement faible. Cette probabilité s'appelle alors le **risque du consommateur** et la qualité du lot correspondant s'appelle le **niveau de qualité limite (QL)**.*

Niveau de qualité acceptable (ISO3534-1977: 4.51) (NQA/LQA^{NDT})

Sur un plan d'échantillonnage, un niveau de qualité qui correspond à une probabilité spécifique mais relativement élevée d'acceptation.

^{NDT} Les versions anglaise et française des documents ISO et Codex n'utilisent pas la même terminologie. Le traducteur propose d'utiliser les deux abréviations françaises. Celle de la norme ISO, à savoir LQA, pour Limite de Qualité Acceptable ainsi que NQA pour Niveau de Qualité Acceptable.

Contrôle par attributs

Une méthode qui consiste à prendre note, pour chaque prélèvement élémentaire d'une population ou pour un échantillon prélevé au sein de cette population, de la présence ou de l'absence de certains (attributs) qualitatifs et à compter combien d'éléments prélevés présentent cette caractéristique ou non.

Contrôle par mesures

Une méthode qui consiste à mesurer une caractéristique quantitative pour chaque prélèvement élémentaire d'une population ou pour un échantillon prélevé au sein de cette population.

Directives du Codex sur l'échantillonnage

Les Directives du Codex sur l'échantillonnage (DCE) sont une compilation de matériel provenant de différentes normes de l'ISO et d'autres organisations qui traitent de l'évaluation de conformité de produits selon des limites spécifiées. Les directives comprennent le contrôle du niveau moyen et du pourcentage non-conforme, même si le CCMMP s'intéresse plutôt à ce deuxième aspect.

L'objet des DCE est de fournir, sous la forme d'un document relativement succinct et abordable, un catalogue de plans d'échantillonnage valables, à utiliser dans les normes de produits du Codex aux fins de l'évaluation de conformité de produits d'après ces normes.

En effet, le Manuel de Procédure du Codex stipule que :

Les méthodes d'échantillonnage du Codex ont pour objet de garantir l'application de procédures d'échantillonnage objectives et valables pour vérifier la conformité d'un aliment à une norme Codex de produit.

Le Comité de produit du Codex devrait indiquer :

sur quelle base ont été établis les critères figurant dans la norme Codex pour le produit en cause

- *si la conformité à la norme est déterminée sur la base de chaque individu d'un lot⁵ ou d'une forte quantité donnée de ce lot.*
-
-

ou d'après la moyenne d'une série d'échantillons prélevés dans le lot, auquel cas il faudrait préciser si une tolérance minimale ou maximale, selon les cas, a été fixée

Le rapport d'échantillonnage peut fournir les renseignements suivants:

*Critères statistiques applicables pour l'acceptation ou le rejet du lot sur la base de l'échantillon
procédure à suivre en cas de litige*

Les directives contiennent aussi une certaine quantité de matériel explicatif quant à la théorie statistique sous-jacente et à la mise en oeuvre de plans d'échantillonnage.

Pourquoi utiliser des méthodes d'échantillonnage statistique ?

L'objectif principal de tout plan de contrôle de produit est de veiller à ce que le consommateur reçoive la qualité requise tout en rappelant que les ressources financières ne sont pas illimitées et que le coût du produit doit être le reflet du coût du contrôle ainsi que du coût de la production.

⁵ En principe un tel résultat n'est pas réalisable en utilisant des méthodes d'échantillonnage, puisque l'on ne contrôle pas chaque élément d'un lot. On estime que ce passage pourrait signifier "chaque élément de l'échantillon", et donc à des plans d'échantillonnages aux attributs avec des valeurs d'acceptation nulles.

Toutefois, les procédés de production et les méthodes d'essais sont variables - deux échantillons prélevés pendant la même campagne d'un même processus de fabrication présenteront généralement des "compositions" chimiques ou microbiologiques différentes, et des mesures effectuées à plusieurs reprises sur le même échantillon seront inévitablement différentes les unes des autres. En conséquence, chaque décision portant sur des échantillons et des essais de produit comporte une incertitude inhérente, susceptible d'entraîner un risque de décision erronée relatif à la conformité d'un produit par rapport à des spécifications. Du fait de cette incertitude, l'utilisation de méthodes d'échantillonnage ne permet pas de garantir à 100% que tous les produits d'un lot sont conformes à une spécification – il y a toujours un certain risque.

Toutefois, ayant reconnu qu'il existe des risques, l'utilisation de méthodes statistiques permet de créer des plans d'échantillonnage qui tiennent compte des erreurs d'échantillonnage et de mesure et d'accepter ou de rejeter des produits sans dépasser un niveau de risque supposé adéquat dans une situation donnée.

Il en résulte qu'à moins d'utiliser des principes statistiques pour la conception de plans d'échantillonnage, les utilisateurs de ces plans peuvent être exposés à des risques élevés, non calculés et éventuellement injustifiables.

Attributs / Mesures

Il existe essentiellement deux types de plans d'échantillonnage : le contrôle par attributs pour lequel les résultats mesurés sont évalués en fonction de considérations bon/mauvais, présence/absence ou similaires, et le contrôle par mesures pour lequel la décision est prise en fonction d'une certaine valeur statistique, généralement calculée à partir de l'écart moyen et de l'écart-type des données d'essai mesurées sur un échantillon. Le présent document n'étudie que ce dernier cas, dont on estime qu'il est le plus adéquat pour l'évaluation de la conformité de paramètres de composition. Même si certaines normes du Codex comprennent déjà des éléments de plans d'échantillonnage fondés sur le contrôle par attributs, ce type de plan d'échantillonnage est aussi sujet à des erreurs de mesure et ne peut être appliqué de manière universelle.

Problèmes

Plusieurs raisons d'ordre technique et pratique sont susceptibles d'empêcher l'application immédiate des Directives du Codex sur l'échantillonnage aux produits laitiers. Les problèmes sont étudiés ci-dessous. Il existe des solutions, mais dans certains cas des études plus avancées seront nécessaires avant de pouvoir proposer une solution satisfaisante.

Dans la présente étude, on utilise le terme *fournisseur* pour désigner le producteur même ou tout organisme qui représente le producteur ou agit en son nom, et on utilise le terme *consommateur* pour désigner le consommateur ou tout organisme qui représente le consommateur ou agit en son nom, y compris les organismes chargés de la réglementation.

Rigueur

Par tradition, la plupart des normes du Codex ne spécifient que des limites sans fournir d'informations sur la démarche à suivre pour effectuer l'évaluation de conformité des produits par rapport à ces limites, ou sur la rigueur nécessaire pour ces évaluations. Ceci a généré tout un éventail d'interprétations et de procédures ad-hoc engendrant le risque d'évaluations différentes d'un même produit ou d'exposition des consommateurs ou des fournisseurs à des risques inutiles.

Il avait été prévu de mettre un terme à cet état des choses en développant les Directives du Codex, qui devaient fournir un cadre pour le choix de plans d'échantillonnage à utiliser avec les normes du Codex.

Afin de choisir un plan d'échantillonnage pour une application spécifique, un Comité de produit doit d'abord décider de la rigueur exigée pour ce plan et donc de poser les risques inhérents à l'acceptation de produits de qualité médiocre et du rejet de produits de qualité acceptable. On établit généralement ces risques d'après deux paramètres, le niveau de qualité acceptable (NQA/LQA^{NDT}) et le niveau de qualité limite.

La plupart des normes publiées et les DCE proposent des plans d'échantillonnages classés selon :

- La taille de l'échantillon
- Le niveau de contrôle
- Le niveau de qualité acceptable

Il semble improbable que les consommateurs, qui désirent que les choses restent simples, mettent en œuvre les règles de permutation qui figurent dans la DCE et dans les normes. En effet, ces règles semblent bien mieux adaptées au contrôle de la qualité de production d'un fournisseur, puisqu'elles entraînent des contrôles renforcés (donc plus rigoureux) dès que l'on constate une perte de qualité et un relâchement de ceux-ci après une période de bonne qualité longue et continue.

Il est fréquent de ne spécifier qu'un seul risque, généralement un niveau de qualité acceptable, dans le cas du contrôle d'une série continue de lots provenant d'un seul producteur ou un niveau de qualité limite dans le cas de contrôles de lots isolés.

Les Norme FIL 113A et Norme FIL 136A donnent les indications suivantes:

Un défaut majeur est un défaut susceptible de rendre le produit impropre à l'emploi, c'est-à-dire dans le cas de produits laitiers, impropre à la vente au consommateur. Un défaut majeur provoquerait l'avarie du produit ou le rendrait impropre à la vente ou au traitement. Exemples:

- a) *Défaut de composition, dans la mesure où celui-ci influencerait la qualité de conservation;*
- b) *Contamination par des substances inhibitrices*

Un défaut mineur est l'absence de conformité d'après une spécification, mais qui ne rend pas l'unité impropre à l'emploi et à la vente et ne provoque pas d'avarie; par exemple, une unité dont la composition chimique ou dont la teneur nette est hors limites, mais reste proche des limites d'une spécification.

Les plans d'échantillonnage pour les défauts majeurs doivent être choisis parmi les tableaux de la norme ISO 3951 en utilisant un NQA/LQA inférieur ou égal à 6.5%.

Les plans d'échantillonnage pour les défauts mineurs doivent être choisis parmi les tableaux de la norme ISO 3951 en utilisant un NQA/LQA inférieur ou égal à 10%.

La norme ISO 3951 stipule que le choix du niveau de contrôle et du NQA/LQA doit être dicté par plusieurs facteurs, mais doit essentiellement constituer un juste milieu entre le coût total du contrôle et les conséquences de la mise en service d'unités non-conformes.

La Norme FIL 136A propose des plans d'échantillonnage pour des NQA/LQA avec des pourcentages de non-conformité de 1%, 1.5%, 2.5%, 4%, 6.5% et 10%.

La norme ISO 3951 propose des plans d'échantillonnage pour des NQA/LQA avec des pourcentages de non-conformité de 0.10%, 0.15%, 0.25%, 0.40%, 0.65%, 1%, 1.5%, 2.5%, 4%, 6.5% et 10%.

Les DCE contiennent des plans d'échantillonnage pour des NQA/LQA avec des pourcentages de non-conformité de 0.65%, 2.5% et 6.5%.

^{NDT} Les versions anglaise et française des documents ISO et Codex n'utilisent pas la même terminologie. Le traducteur propose d'utiliser les deux abréviations françaises. Celle de la norme ISO, à savoir LQA, pour Limite de Qualité Acceptable ainsi que NQA pour Niveau de Qualité Acceptable.

Taille d'échantillon / taille de lot

Par défaut, on a toujours considéré que des plans d'échantillonnage étaient destinés à des lots faits d'unités discrètes. Il s'agit néanmoins d'une limitation inutile; les plans d'échantillonnage pour le contrôle par attributs et le contrôle par mesures s'appliquent aussi à des produits de type continu.

Les dispositifs d'échantillonnage publiés ont également présenté des plans d'échantillonnage sélectionnés en fonction de la taille du lot examiné. Les concepteurs de ces dispositifs ont intentionnellement, mais de manière arbitraire, augmenté la taille de l'échantillon en fonction de la taille du lot, afin de minimiser le risque de décision erronée sur des lots plus grands, parce que le coût qu'implique une décision erronée est plus important. Toutefois cette approche n'est pas réellement nécessaire et n'est généralement pas adaptée aux produits laitiers non plus où la taille d'un lot, à savoir le nombre d'emballages qu'il contient, est conditionnée par l'utilisation finale du produit et non pas par la quantité de produit dans le lot lui-même.

Matériel en vrac

Les Directives du Codex contiennent des plans d'échantillonnage pour l'échantillonnage de matériaux en vrac repris dans les normes ISO/FDIS 10725 et ISO 11648-1. Néanmoins ces plans d'échantillonnage servent à l'évaluation de conformité du niveau *moyen* d'un certain attribut par rapport à une valeur spécifiée. Bien qu'il s'agisse d'éléments importants dans le cadre de dispositions contractuelles, ces plans d'échantillonnage ne sont généralement pas adaptés aux fins du Codex, où la conformité est évaluée par rapport à des limites supérieures et inférieures.

Problèmes des fournisseurs

On pense que les plans d'échantillonnage adoptés par le CCMMP seront principalement utilisés par les organismes de réglementation désireux d'évaluer la conformité de produits importés par rapport aux normes du Codex et d'autres organisations. Dans tous les cas, il n'est généralement pas correct que les fournisseurs et les consommateurs utilisent exactement les mêmes plans d'échantillonnage pour évaluer un même produit. Ceci découle du fait que dans la pratique, la quantité réelle de produit hors spécification sera inconnue et que le lot a une chance d'être accepté quel que soit le niveau de qualité. Dans le pire des cas, un lot qui a 50% de chances d'être accepté aura 50% de chances d'être rejeté au moment d'un contrôle renouvelé par un consommateur qui utilise le même plan d'échantillonnage.

Ce constat souligne les problèmes suivants :

- Les fournisseurs doivent avoir connaissance des méthodes que les consommateurs utiliseront pour évaluer leurs produits, y compris la rigueur de ces évaluations.
- Il convient soit de préparer des plans d'échantillonnage adéquats pour les fournisseurs pour leur permettre de contrôler les risques de manière satisfaisante, soit de leur donner des orientations pour qu'ils puissent mettre en place leurs propres plans d'échantillonnage adéquats.

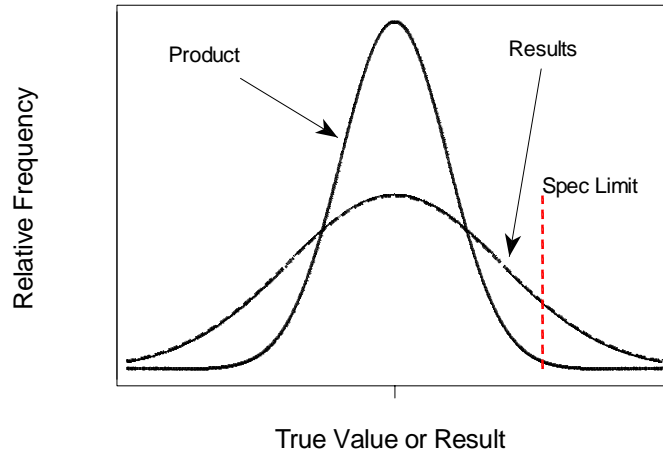
Cette dernière question a été soulignée dans des projets de Procédure de règlement de différends du Codex, qui abordent des considérations qui n'auraient pas été prises en compte normalement dans l'évaluation d'un produit par le fournisseur avant expédition.

Erreur de mesure

De manière générale, sauf dans le cas où des dispositions particulières sont mises en place, l'utilisation d'une méthode d'essai imprécise augmente le risque de rejet d'un produit de qualité acceptable et d'acceptation d'un produit de qualité médiocre. Dans le premier cas, la variation additionnelle due à l'erreur liée à la répétitivité de la méthode d'essai signifie que la proportion de résultats supérieurs à la limite de spécification semble supérieure à la quantité de produit qui dépasse la limite.

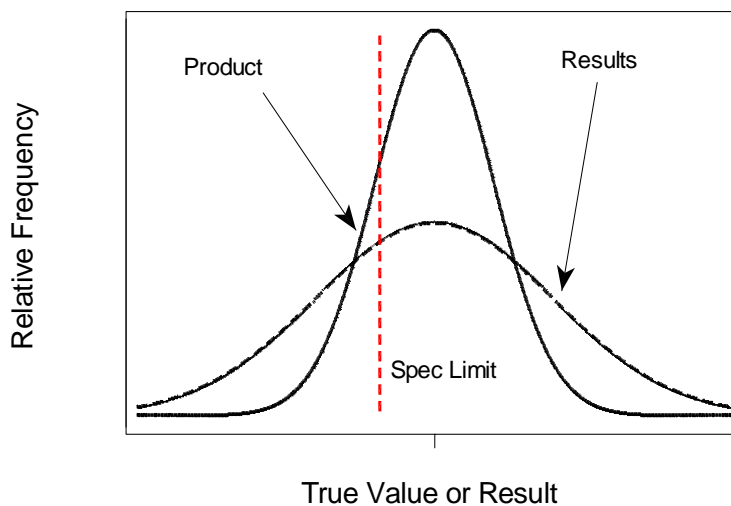
Dans le second cas, il s'agit de la situation inverse où l'on est en présence d'un produit qui est en grande partie

Distributions of Product and Results
Effect of Measurement Error



hors spécification par rapport à la limite supérieure, mais où l'erreur de mesure donnera l'impression qu'une proportion plus importante des résultats est conforme aux spécifications que ce n'est effectivement le cas.

Distributions of Product and Results
Effect of Measurement Error



Dans la plupart des cas, étant donné que la reproductibilité de toute méthode d'essai est généralement bien plus importante que sa répétabilité, la composante inter-laboratoires de l'erreur d'essai sera substantielle. Il en découle que les résultats de tout laboratoire seront naturellement biaisés par rapport aux valeurs réelles et par rapport aux résultats obtenus par un autre laboratoire.

Les DCE ne s'appliquent que si l'erreur de mesure est inférieure à 30% de toutes les variations (telles que mesurées selon les écarts-types). Il convient de noter que cet équivalent du rapport entre l'écart-type de l'erreur de mesure et l'écart-type du procédé ne doit pas dépasser 300% environ.

Plans d'échantillonnage en présence d'erreur de mesure significative

Comme ci-dessus, les DCE ne sont applicables que si l'erreur de mesure est inférieure à 30% de toutes les variations. Il ressort néanmoins d'une étude limitée des données que de nombreuses méthodes utilisées pour mesurer les paramètres du Codex sur des produits laitiers ne satisfont pas à cette exigence. Alors qu'il ne semble pas exister de méthode statistique générale dans la littérature pour un cas où les erreurs d'essais inter-laboratoires sont significatives, un certain nombre de solutions a été proposé pour résoudre ce problème.

- A. Faire abstraction de l'erreur de mesure et accepter la possibilité de risques plus importants.
- B. Utiliser des plans d'échantillonnage qui n'admettent pas de tolérance pour l'erreur de mesure mais qui requièrent une plus grande rigueur afin de compenser les risques supplémentaires dus aux erreurs de mesure.

Utiliser les méthodes de la norme ISO/DIS 22110 / FIL 207 récemment élaborée pour vérifier que les évaluations du fournisseur et du consommateur sont identiques, en tenant compte de la qualité connue des essais. Utiliser les méthodes du règlement CE 2535 / 2001 mis au point à l'origine pour évaluer la conformité de la teneur en matière grasse du beurre. Utiliser les évaluations à résultat unique. Ces options sont étudiées dans l'appendice suivant et concluent qu'à moins de pouvoir déterminer les biais qui résultent des erreurs d'essai inter-laboratoires, il ne semble pas exister de moyen simple pour concevoir un plan d'échantillonnage valable si les erreurs de mesure entre laboratoires ne sont pas négligeables, et encore moins un plan garantissant la rigueur imposée. Toutefois, même si les biais sont connus, la présence d'autres biais qui résultent des variations de campagne à campagne entre les lots d'échantillons mis à l'essai au sein d'un laboratoire peut être encore suffisamment significative pour poser des problèmes.

Appendice : Options pour des plans d'échantillonnage en présence d'erreur de mesure significative

Le problème de l'évaluation de conformité en présence d'erreur de mesure a été amplement étudié pour les cas où les mesures sont affectées par une source unique d'erreur d'essai décrite par la variation liée à la répétabilité.

Comme il a été dit plus haut, de nombreuses méthodes d'essai utilisées pour l'évaluation de produits laitiers présentent toutefois une composante d'erreur de mesure inter-laboratoires significative par rapport aux variations de procédé et à l'erreur de répétabilité. Il ne semble pas exister de méthode publiée pour la conception de plans d'échantillonnage destinés à contrôler les risques du fournisseur et/ou du consommateur selon les niveaux imposés dans ces situations.

Le paramètre σ_L .

La composante d'erreur de mesure inter-laboratoires décrite par le paramètre σ_L génère un biais uniforme mais aléatoire dans tout laboratoire et affecte tous les résultats produits par ce laboratoire lorsqu'il utilise la méthode. σ_L est la composante entre laboratoire de l'écart-type de reproductibilité σ_R . Les valeurs σ_L et σ_R sont généralement estimées dans le cadre d'études de validation.

De nombreuses études de validations sont fondées sur des données provenant d'un nombre limité de laboratoires, mais même avec le minimum habituel de huit laboratoires, les estimations de σ_L peuvent être assez incertaines. En se basant sur huit laboratoires, dans le pire cas de figure, l'incertitude (intervalle de confiance de 95%) de la valeur estimée pour σ_L par rapport à sa valeur réelle peut atteindre $\pm 50\%$.⁶

Bien évidemment, les variations de répétabilité et de reproductibilité ne sont pas les seules composantes de l'erreur de mesure; les variations entre les campagnes ou les lots [d'essai] provoquent également un biais permanent pour chaque résultat d'essai dans un lot d'échantillons mis à l'essai. Ce type d'erreur n'est généralement pas estimé dans les études de validation, mais il existe et peut avoir un effet réel sur des décisions de conformité.

σ_L semble jouer un rôle déterminant sur la qualité des résultats de tout plan d'échantillonnage en présence d'erreurs d'essai inter-laboratoires significatives, que les risques soient limités aux valeurs imposées ou non. Il en est ainsi parce que dans le cas de plans de contrôle par mesures, où les décisions sont prises d'après des fonctions de moyennes et d'écart-types, les termes qui impliquent les écart-types de procédé et de répétabilité tendent à être divisés par la racine carrée du nombre d'échantillons, alors que des termes qui impliquent σ_L ne le sont pas. Ceci pose également la question importante du fait qu'un laboratoire doit être certain de la conformité des résultats à σ_L avant d'utiliser cette valeur dans un critère d'acceptation, chose qu'aucun laboratoire ne peut établir indépendamment d'autres laboratoires.

La règle des 30%

On a toujours considéré que les plans d'échantillonnage des directives du Codex étaient applicables si l'erreur de mesure ne dépassait pas 30% du total des variations. Cette règle découlait de la considération selon laquelle l'écart-type de résultat d'essais ne serait que légèrement plus grand que l'écart-type du procédé réel si la condition des 30% s'appliquait.

Disponibilité de l'information

Dans la pratique, un *consommateur* n'aura pas accès à de l'information sur les variations des procédés d'un producteur à moins d'avoir reçu de grandes quantités de produit dans le passé et soumis celles-ci à des essais approfondis. Ce constat entraîne la question de savoir comment un *consommateur* peut déterminer si la condition d'erreur de mesure (30%) est remplie afin de décider si les DCE sont applicables.

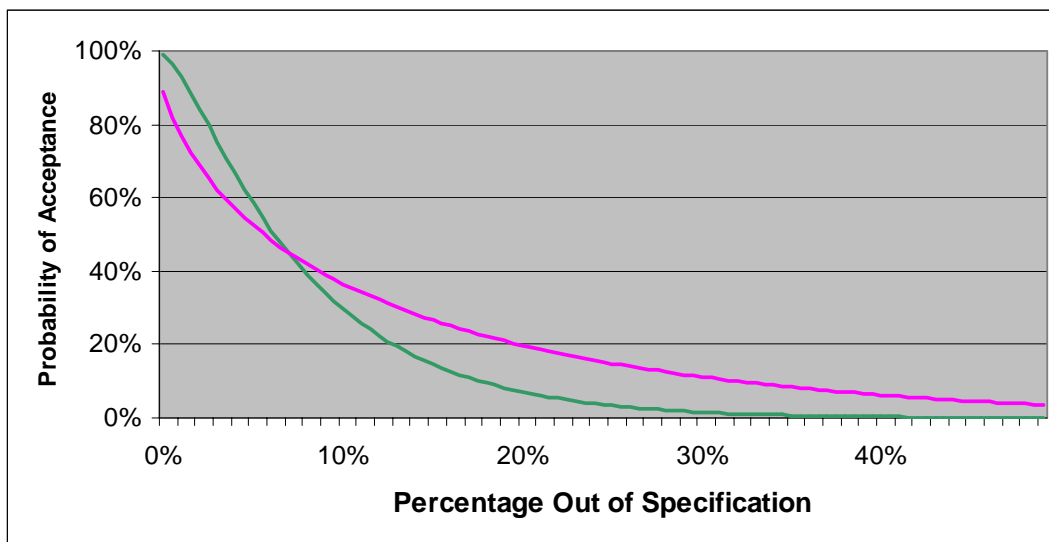
⁶ Selon le résultat figurant dans l'encadré, Hunter & Hunter, *Statistics for Experimenters*, Wiley 1978, que l'intervalle de confiance de 95%, exprimé en pourcentage, pour un écart-type estimé s de la valeur réelle σ est $+200/(\sqrt{2n})$ où n est le nombre de 'degrés de liberté (*degrees of freedom*)'

Une solution pourrait être que les consommateurs exigent des fournisseurs de fournir des mesures de la variabilité de leurs procédés. Il y a néanmoins le danger qu'un consommateur, ne faisant pas confiance à l'information fournie par un fournisseur, se sente contraint de vérifier les données et impose des contraintes supérieures à celles imposées par une Norme de produit du Codex pour de tels de paramètres. Une telle démarche augmenterait le *risque du fournisseur* en exigeant par exemple le respect de paramètres déclarés de procédé et des limites légales. Un autre élément de réflexion est le fait que les fournisseurs pourraient être réticents à diffuser de telles informations sur leurs procédés.

Evaluation des options de plans d'échantillonnage en présence d'erreur de mesure significative

Option A : Faire abstraction de l'erreur de mesure

Le graphique suivant montre les courbes d'efficacité pour un contrôle par plan d'échantillonnage aux mesures basé sur $n = 10$ échantillons et une constante d'acceptabilité $k = 1,5$. La courbe plus raide représente la courbe d'efficacité dans l'absence d'erreur de mesure, alors que la courbe plus aplatie représente l'efficacité du même plan en présence d'une erreur de mesure. On considère $\sigma = 0.2$ pour l'écart-type du procédé et $\sigma_r = 0.05$ et $\sigma_R = 0.15$ respectivement pour les écarts-types de répétabilité et reproductibilité⁷.



Probability of acceptance = Probabilité d'accepter les lots

Percentage out of specification = Pourcentage hors spécification.

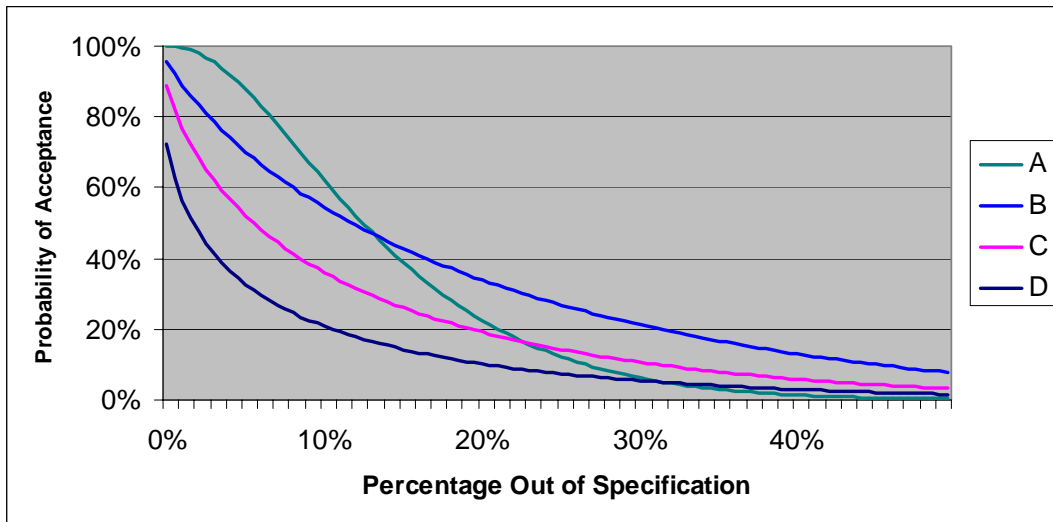
Ce graphique montre une augmentation simultanée du risque du fournisseur et du risque du consommateur provoquée par l'erreur de mesure. Il conviendrait évidemment de décider si l'augmentation des risques est acceptable, mais de telles décisions devraient intervenir au cas par cas en fonction des variations du produit et des erreurs de mesure pour chaque application du plan d'échantillonnage. Cette approche ne semble pas se prêter à une utilisation dans des normes génériques.

Option B: Appliquer une plus grande rigueur pour compenser l'erreur de mesure

L'option envisagée prévoyait l'utilisation de plans d'échantillonnage d'une plus grande rigueur pour compenser les effets d'erreurs de mesure. L'exemple suivant, qui fait appel à des plans d'échantillonnage des DCE (Tableau 17, p65), montre que cette approche ne marche pas pour ce cas de figure - il y a une augmentation du risque du fournisseur et dans certains cas du risque du consommateur, mais les profils de risques ne ressemblent pas à celui du plan d'échantillonnage initial sans erreur.

⁷ Les courbes d'efficacité des plans d'échantillonnage en présence d'une erreur de mesure ont été évaluées en utilisant la méthode décrite par Christie (2002).

La courbe A montre la courbe d'efficacité pour le contrôle par plan d'échantillonnage aux mesures (avec un écart-type connu) pour un NQA/LQA = 6,5%, c'est à dire $n = 15$ et $k = 1,13$, dans l'absence d'erreur de mesure. La courbe B montre la courbe d'efficacité dans la situation avec la même erreur de mesure décrite ci-dessus.



Probability of acceptance = Probabilité d'accepter les lots

Percentage out of specification = Pourcentage hors spécification.

Les courbes C et D sont les courbes d'efficacité (en présence d'erreur de mesure) pour les plans plus rigoureux qui figurent dans la même section du tableau des DCE, à savoir NQA/LQA = 2,5% ($n = 11$, $k = 1,51$) et NQA/LQA 0,65% ($n = 8$, $k = 1,96$).

Il en ressort que l'augmentation de la rigueur nominale d'un plan d'échantillonnage ne semble pas constituer une méthode satisfaisante pour surmonter l'erreur de mesure, tout au moins dans ce cas de figure-ci. Au mieux, on est confronté aux mêmes problèmes que ceux décrits plus haut, c'est-à-dire de devoir décider au cas par cas si l'augmentation du risque pour le consommateur et pour le fournisseur est acceptable.

Option C: Utiliser les méthodes du règlement CE 2535 / 2001

Ce règlement a été mis en place par la CE pour évaluer la conformité de la teneur en matière grasse du beurre. Selon ce règlement, on considère que le beurre est conforme à une limite supérieure de matière grasse (U), à condition que:

$$\bar{x} \leq U - 1.645\sigma + 1.645\sqrt{\sigma_L^2 + \frac{\sigma^2}{n} + \frac{\sigma_r^2}{n}}$$

où

\bar{x} est la valeur moyenne de la matière grasse, déterminée à partir de n échantillons.

σ est "l'écart-type normal du procédé" déclaré par le producteur.

σ_r est l'écart-type de la répétabilité de la méthode d'essai pour la matière grasse estimée à partir de données de validation

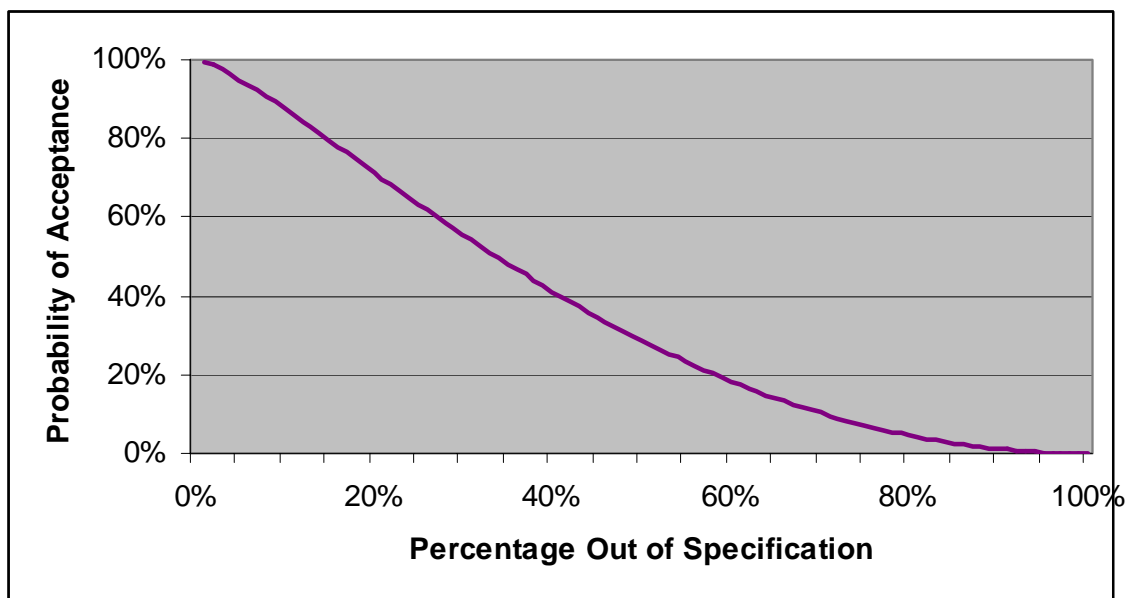
σ_R est l'écart-type de la reproductibilité de la méthode d'essai pour la matière grasse estimée à partir de données de validation

σ_L est la composante entre laboratoire de l'écart-type de reproductibilité, calculée en utilisant $\sigma_R^2 = \sigma_L^2 + \sigma_r^2$

Néanmoins cette démarche semble présenter certaines faiblesses:

- Elle dépend de la volonté du fournisseur de communiquer une valeur pour l'écart-type normal du procédé de production. Comme il est déjà dit plus haut, on peut s'attendre à ce que, dans de nombreux cas, les fournisseurs soient réticents à fournir ce genre d'informations sur leurs procédés.
- Ainsi que cela figure ailleurs dans le règlement CE 2535/2001, la vérification de la conformité des lots d'après cet écart-type s'ajoute à l'évaluation de conformité selon une limite supérieure de matière grasse. Les mesures prises en cas d'échec de cette vérification, à savoir le remplacement de l'écart-type normal par l'estimation de l'échantillon pour le lot, présentent le potentiel d'augmenter de manière considérable le risque du fournisseur [d'un échec injustifié].
- Cette approche présente un NQA/LQA de 5% - il y a une possibilité d'échec de 5% si 5% du produit dans un lot est hors spécification. Ce niveau de qualité n'est pas identique à ceux proposés dans les DCE, à savoir 0,65%, 2,5% ou 6,5%. Par ailleurs, cet NQA/LQA n'est qu'une valeur nominale car aucune tolérance n'est prévue pour le biais provoqué par la composante d'erreur de mesures inter-laboratoires.

La courbe d'efficacité suivante montre les résultats de ce plan d'échantillonnage avec des écarts-types de procédé et d'erreur de mesure représentatifs de ce qui se passe pour la matière grasse dans le beurre, en supposant que le biais provoqué par l'erreur de mesures inter-laboratoires soit nul.



Probability of acceptance = Probabilité d'accepter les lots

Percentage out of specification = Pourcentage hors spécification.

Option D: Utiliser les méthodes de la norme ISO 22110 / FIL 207

Cette norme, dont les travaux se terminent actuellement, reconnaît la présence d'un biais aléatoire dû à l'erreur d'essais inter-laboratoires et adopte une approche différente. Plutôt que d'effectuer une évaluation du produit, cette norme propose de vérifier si les évaluations indépendantes du produit effectuées par le fournisseur et le consommateur sont identiques, en tenant compte des erreurs de mesure connues. Les évaluations réalisées par le fournisseur et le consommateur sont basées sur les quantités $\bar{x} \pm k \cdot s$, afin de ne pas admettre de tolérances pour les erreurs d'essais inter-laboratoires ou de manière explicite pour les erreurs intra-laboratoire.

Alors que cette approche constitue un moyen de contourner la nécessité impérative de créer des plans d'échantillonnage qui admettent des erreurs de mesure significatives entre laboratoires, elle semble pourtant présenter certaines faiblesses.

- La mise en oeuvre de la méthode requiert la coopération entre le consommateur et le fournisseur. Cette coopération peut ne pas s'établir ou s'avérer inopportune.
- Les évaluations comparatives effectuées par le fournisseur et le consommateur ne sont que nominales dans le cadre de cette méthode, puisqu'elles font abstraction de la présence d'une erreur de mesure.
- Le résultat de la vérification n'est pas concluant sur la conformité du produit. On peut conclure que les évaluations effectuées par les deux parties sont identiques ou non.
- Il n'y a pas de mécanisme, statistique ou autre, prévoyant une étude plus approfondie afin d'établir quelle est la partie dont l'évaluation est la plus correcte.

Option E: Utiliser les évaluations à résultat unique.

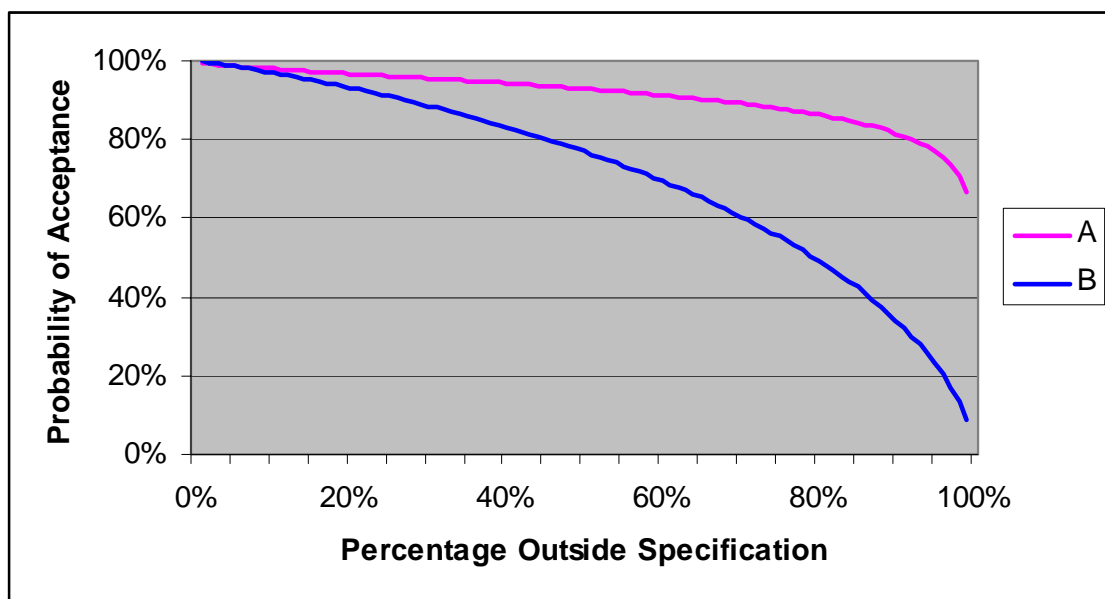
Même si elles ne figurent ni dans les DCE ni dans les normes ISO, les évaluations à résultat unique sont devenues de plus en plus fréquentes ces derniers temps, surtout suite aux travaux effectués sur l'incertitude des mesures.

Dans le cadre de cette approche, on considère que le produit n'est pas conforme si un seul résultat d'essai dépasse les limites de spécifications d'une valeur supérieure à celle qui peut être raisonnablement expliquée par l'incertitude de mesure de la méthode d'essai. C'est ce qu'on appelle généralement l'approche «en son âme et conscience» (*beyond reasonable doubt*).

Les évaluations à échantillon simple posent néanmoins des problèmes de rigueur et de cohérence par rapport aux DCE.

- Contrairement aux plans d'échantillonnage des DCE, ces plans ne sont pas conçus pour satisfaire à une rigueur imposée – il convient d'effectuer une vérification pour veiller à ce que ces plans aient une rigueur acceptable pour les utilisateurs.
- Contrairement aux DCE, le choix de la rigueur ne revient pas aux utilisateurs – de manière générale, l'incertitude de mesure [étendue] est pré-définie.
- L'incertitude de mesure est toujours prise en compte, et donc ces approches ne satisfont pas aux exigences de DCE qui exigent que l'erreur de mesure soit uniquement prise en compte lorsqu'elle est significative.
- Il est fait abstraction de l'erreur d'échantillonnage, même lorsqu'elle est significative, mais dans ces cas, la tolérance appliquée pour tenir compte de l'incertitude de mesure constitue une tolérance supplémentaire pour la conformité du produit.

Les courbes d'efficacité suivantes montrent les résultats constatés avec un dispositif d'évaluation d'échantillon unique:



Probability of acceptance = Probabilité d'accepter les lots
 Percentage out of specification = Pourcentage hors spécification.

La courbe A représente le cas où la variation du produit est faible mais la variation d'essai est élevée, alors que la courbe B représente le cas inverse où la variation de produit est élevée mais la variation d'essai est faible.

Que des erreurs de mesure soient significatives ou non, le plan d'échantillonnage présente une probabilité élevée d'acceptation d'un produit contenant une proportion non-conforme élevée.

Il serait possible de réduire les problèmes de rigueur en convenant d'une valeur de rejet inférieure à la limite de conformité [supérieure], conçue pour limiter le risque du consommateur. Néanmoins, ceci augmenterait le risque du fournisseur et ne semble pas souhaitable, étant donné que :

- en rejetant un produit provenant d'une source fiable sous prétexte qu'il est non-conforme, on considère normalement que la charge de la preuve de la non-conformité du produit revient au consommateur et qu'il n'incombe pas au fournisseur de prouver que son produit est conforme, et
- Etant donné que c'est normalement le consommateur qui choisit les dispositifs d'échantillonnage, les tailles d'échantillons et les méthodes d'essai analytiques, toute imperfection devrait être payée en termes de risque du consommateur plutôt qu'en termes de risque du fournisseur.

Ces deux principes sont dans l'esprit du principe du Codex selon lequel il convient d'utiliser des procédures loyales pour l'évaluation des aliments.

Références

ISO/DIS 22110/FIL 207 Lait et produits laitiers -- Échantillonnage -- Contrôle par variables en présence d'erreur de mesure

ISO 10725:2000 (E) Plans et procédures d'échantillonnage pour acceptation pour le contrôle de matériaux en vrac

ISO 2859-1:1999 Règles d'échantillonnage pour les contrôles par mesures -- Partie 1: Spécifications pour les plans d'échantillonnage simples indexés d'après la limite d'acceptation de qualité (LAQ) pour le contrôle lot par lot pour une caractéristique de qualité unique et une LAQ unique.

ISO8197/IDF113A Lait et produits laitiers -- Échantillonnage -- Contrôle par attributs

ISO8197/IDF136A Lait et produits laitiers -- Échantillonnage -- Contrôle par mesures

ISO3951:1989 (E) Règles et tables d'échantillonnage pour les contrôles par mesures des pourcentages de non conformes

ISO 3534:1977 (E/F) Statistique -- Vocabulaire et symboles

Christie, DS 2002 Equivalence Testing in Statistical Grading. Unpublished MPhil Thesis, University of Waikato, NZ.

Jowett JH 2005 Discussion Paper on an Application of the Criteria Approach