



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

Trente-neuvième session

Budapest, Hongrie, 7 - 11 mai 2018

**CONFIRMATION DES DISPOSITIONS RELATIVES AUX MÉTHODES D'ANALYSE ET PLANS
D'ÉCHANTILLONNAGE FIGURANT DANS LES NORMES CODEX**

1. Ce document contient les méthodes d'analyse et /ou d'échantillonnage (Annexe I et II) proposées par les comités suivants:

- Comité sur les céréales, les légumes secs et les légumineuses (méthodes d'analyse pour le quinoa);
- Comité sur les contaminants dans les aliments (méthode d'échantillonnage pour les limites maximales pour le méthylmercure dans le poisson).

COMITÉ DU CODEX SUR LES CÉRÉALES, LES LÉGUMES SECS ET LES LÉGUMINEUSES (CCPL)

Méthodes d'analyse pour le quinoa¹

Note: le projet de norme pour le quinoa est envoyé à la Commission pour adoption à l'étape 8.

2. Le Comité **est invité à confirmer** les méthodes d'analyse qui se trouvent dans l'Annexe I.

COMITÉ SUR LES CONTAMINANTS DANS LES ALIMENTS (CCCF)

Plan d'échantillonnage pour les limites maximales de méthylmercure dans le poisson (CXS 193-1995)²

3. À sa douzième session, le Comité sur les contaminants dans les aliments (CCCF) est convenu d'envoyer le plan d'échantillonnage au Comité sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (CCMAS) pour confirmation.

4. Le Comité **est invité à confirmer** le plan d'échantillonnage de l'Annexe II.

Note: des questions sont fournies dans le document CX/MAS 18/39/2-Add.1.

¹ CL 2018/25-CPL Annexe II

² REP18/CF, par. 87, / Annexe IV, Partie B

COMITÉ DU CODEX SUR LES CÉRÉALES, LES LÉGUMES SECS ET LES LÉGUMINEUSES (CCCPL)***Méthodes d'analyse pour le quinoa***

	Méthode	Principe	Type
Teneur en eau	ISO 712	Gravimétrie	1
Teneur en protéines [(N x 6,25)] Sur base sèche	ISO 1871	Titrimétrie, Kjeldahl	1

COMITÉ SUR LES CONTAMINANTS DANS LES ALIMENTS (CCCF)**AVANT-PROJET DE PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE POUR LA CONTAMINATION DU POISSON PAR LE MÉTHYLMERCURE****DÉFINITIONS**

Les définitions suivantes doivent s'appliquer :

Lot	Quantité identifiable d'un produit alimentaire livré en une seule fois et qui, de l'avis de l'agent d'échantillonnage, présente des caractères communs, tels que l'origine, la variété, le type d'emballage, l'emballer, l'expéditeur ou le marquage.
Sous-lot	Partie déterminée d'un lot plus gros sur laquelle sera appliquée la méthode d'échantillonnage. Chaque sous-lot doit être physiquement séparé et identifiable.
Échantillon progressif	Quantité de matériel prélevé à un point unique aléatoire du lot ou du sous-lot.
Échantillon global	Total de tous les échantillons progressifs prélevés du lot ou du sous-lot. L'échantillon global doit être au moins aussi gros que l'échantillon de laboratoire ou les échantillons combinés.
Échantillon de laboratoire	Échantillon destiné à un laboratoire.

MÉTHODES D'ÉCHANTILLONNAGE**DISPOSITIONS GÉNÉRALES****Personnel**

L'échantillonnage doit être effectué par une personne autorisée désignée par l'autorité nationale.

Produit à échantillonner

Chaque lot ou sous-lot à examiner doit être échantillonné séparément.

Précautions à prendre

Au cours de l'échantillonnage, des précautions doivent être prises pour éviter tout changement qui affecterait les niveaux de contaminants, produirait un effet indésirable sur la détermination analytique ou rendrait les échantillons globaux collectés non représentatifs.

Échantillons progressifs

Dans la mesure du possible, des échantillons progressifs doivent être prélevés en différents points du lot ou du sous-lot.

Préparation de l'échantillon global

L'échantillon global doit être composé en associant les échantillons progressifs.

Échantillons à des fins de contrôle, de recours et d'arbitrage

Les échantillons à des fins de contrôle, de recours et d'arbitrage doivent être prélevés sur l'échantillon global homogénéisé, sauf si cela empiète sur les règles de l'autorité nationale quant aux droits de l'opérateur agroalimentaire.

Emballage et envoi des échantillons

Chaque échantillon doit être placé dans un récipient propre et inerte offrant une protection adéquate contre la contamination, contre la perte d'analytes due à l'adsorption par la paroi interne du récipient et contre tout dommage que pourrait subir l'échantillon pendant le transport. Toutes les précautions nécessaires doivent être prises pour éviter tout changement dans la composition de l'échantillon qui pourrait survenir durant le transport ou l'entreposage.

Fermeture et étiquetage des échantillons

Chaque échantillon prélevé pour un usage officiel doit être plombé sur le lieu de l'échantillonnage et identifié conformément aux règles applicables localement.

Il faut enregistrer chaque échantillon afin que chaque lot ou sous-lot puisse être identifié sans ambiguïté (une référence au numéro de lot doit être donnée), indiquer la date et le lieu de l'échantillonnage et fournir toute information supplémentaire qui pourrait être utile à l'analyste.

PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE

Division de lots en sous-lots

Les gros lots doivent être subdivisés en sous-lots à condition que le sous-lot puisse être séparé physiquement. Pour les produits commercialisés dans des cargaisons en vrac, le Tableau 1 doit s'appliquer. Pour les autres produits, le Tableau 2 doit s'appliquer. Étant donné que le poids du lot n'est pas toujours un multiple exact du poids des sous-lots, le poids du sous-lot peut dépasser le poids mentionné de 20 % au maximum.

Nombre d'échantillons progressifs

L'échantillon global doit peser au moins 1 kg sauf si ce n'est pas possible, par exemple lorsque l'échantillon consiste en 1 colis ou unité.

Le nombre minimal d'échantillons progressifs à prélever sur le lot ou sous-lot doit être conforme à ce qui est indiqué dans le Tableau 3.

Les échantillons progressifs doivent être de poids/volume similaire. Le poids/volume d'un échantillon progressif doit être au moins de 100 g, résultant en un échantillon global d'au moins 1 kg. Toute dérogation à cette méthode doit être enregistrée.

Tableau 1 Subdivision de lots en sous-lots pour les produits commercialisés dans des cargaisons en vrac

Poids du lot (tonne)	Poids ou nombre de sous-lots
$\leq 1\ 500$	500 tonnes
> 300 et $< 1\ 500$	3 sous-lots
≤ 100 et ≥ 300	100 tonnes
< 100	—

Tableau 2 Subdivision de lots en sous-lots pour les autres produits

Poids du lot (tonne)	Poids ou nombre de sous-lots
≤ 15	15-30 tonnes
< 15	—

Tableau 3 Nombre minimal d'échantillons progressifs à prélever sur le lot ou le sous-lot

Poids ou volume du lot/sous-lot (en kg)	Nombre minimal d'échantillons progressifs à prélever
< 50	3
≤ 50 et ≥ 500	5
> 500	10

Si le lot ou sous-lot comprend des colis individuels ou des unités, alors le nombre de colis ou unités à prélever pour former l'échantillon global est indiqué dans le Tableau 4.

Tableau 4 Nombre de colis ou d'unités (échantillons progressifs) qui doivent être prélevés pour former l'échantillon global si le lot ou le sous-lot comprend des colis individuels ou des unités

Nombre de colis ou d'unités dans le lot/sous-lot	Nombre de colis ou d'unités à prélever
≥25	au moins 1 colis ou unité
26-100	environ 5 %, au moins 2 colis ou unités
> 100	environ 5 %, au moins 10 colis ou unités

Dispositions spécifiques pour l'échantillonnage de gros poissons arrivant en gros lots

Si le lot ou sous-lot à échantillonner contient de gros poissons (poisson individuel pesant plus d'1 kg) et que le lot ou sous-lot pèse plus de 500 kg, l'échantillon progressif doit consister en la partie médiane du poisson. Chaque échantillon progressif doit peser au moins 100 g.

ÉCHANTILLONNAGE AU STADE DE LA VENTE AU DÉTAIL

L'échantillonnage des aliments au stade de la vente au détail doit être mené si possible en conformité avec les dispositions relatives à l'échantillonnage énoncées dans ce plan d'échantillonnage.

En cas d'impossibilité d'effectuer la méthode d'échantillonnage présentée dans le chapitre ci-dessus en raison de conséquences commerciales inacceptables (par exemple à cause de la forme de l'emballage, du dommage occasionné au lot, etc.) ou d'impossibilité dans la pratique d'appliquer la méthode d'échantillonnage susmentionnée, une autre méthode d'échantillonnage peut être appliquée, à condition qu'elle soit suffisamment représentative pour le lot ou sous-lot échantillonné et entièrement documentée.

PRÉPARATION ET ANALYSE DES ÉCHANTILLONS

NORMES DE QUALITÉ DES LABORATOIRES

Les laboratoires doivent pouvoir prouver qu'ils ont des procédures de contrôle de qualité interne. À titre d'exemple, on peut citer « ISO/ AOAC/IUPAC Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories »³.

Lorsque c'est possible, la véracité de l'analyse doit être estimée en incluant dans l'analyse des documents de référence certifiés appropriés.

Précautions et considérations générales

La prescription de base est qu'il faut obtenir un échantillon de laboratoire représentatif et homogène sans introduire de contamination secondaire.

Tout le produit de l'échantillon reçu par le laboratoire doit être utilisé pour la préparation de l'échantillon de laboratoire.

La conformité avec les limites maximales énoncées dans la Norme générale pour les contaminants et les toxines présents dans les produits de consommation humaine et animale doit être établie sur la base des niveaux déterminés dans les échantillons de laboratoire.

Procédures spécifiques de préparation de l'échantillon

L'analyste doit s'assurer que les échantillons ne sont pas contaminés lors de la préparation de l'échantillon. Dans la mesure du possible, les appareils et l'équipement entrant en contact avec l'échantillon ne doivent pas contenir de mercure et doivent être fabriqués en matériaux inertes, par exemple des matières plastiques, comme le polypropylène, le polytétrafluoroéthylène (PTFE) etc. Ces appareils doivent être nettoyés à l'acide pour réduire au minimum le risque de contamination. De l'acier inoxydable de haute qualité peut être utilisé pour les tranchants.

³ Édité par M. Thompson et R. Wood, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 649-666.

De nombreuses procédures spécifiques de préparation des échantillons peuvent être utilisées de manière satisfaisante pour les produits examinés. Pour les aspects non traités spécifiquement par ce plan d'échantillonnage, la norme du CEN « Foodstuffs. Determination of elements and their chemical species. General considerations and specific requirements »⁴ a été jugée satisfaisante, mais d'autres méthodes de préparation d'échantillons peuvent être également valables.

Traitement de l'échantillon reçu par le laboratoire

L'échantillon global complet doit être broyé finement, le cas échéant, et soigneusement mélangé selon une méthode garantissant une homogénéisation complète.

Échantillons à des fins de contrôle, de recours et d'arbitrage

Les échantillons destinés à des fins de contrôle, de recours et d'arbitrage sont prélevés sur les produits homogénéisés à condition que cette procédure soit conforme aux dispositions applicables au niveau national sur l'échantillonnage quant aux droits de l'opérateur agroalimentaire.

MÉTHODES D'ANALYSE

Définitions

r	Répétabilité : valeur en dessous de laquelle on peut s'attendre à ce que la différence absolue entre les résultats de deux tests individuels, obtenus dans des conditions de répétabilité (c'est-à-dire même échantillon, même opérateur, même appareillage, même laboratoire et court intervalle de temps), se situe dans une limite donnée de probabilité (en principe 95 %); d'où $r = 2,8 \times s r$.
s r	Écart type calculé à partir des résultats donnés dans des conditions de répétitivité.
RSD r	Écart type relatif calculé à partir des résultats donnés dans des conditions de répétitivité $[(s r /) \times 100]$.
R	Reproductibilité : valeur en dessous de laquelle on peut s'attendre à ce que la différence absolue entre les résultats de tests individuels, obtenus dans des conditions de reproductibilité (c'est-à-dire pour un produit identique, obtenu par des opérateurs dans différents laboratoires utilisant la méthode de test normalisée), se situe dans une certaine limite de probabilité (en principe 95 %); $R = 2,8 \times s R$.
s R	Écart type calculé à partir des résultats donnés dans des conditions de reproductibilité. « RSD R » = Écart type relatif calculé à partir des résultats donnés dans des conditions de reproductibilité $[(s R /) \times 100]$.
LOD	Limite de détection, plus petite teneur mesurée à partir de laquelle il est possible de déduire la présence de l'analyte avec une certitude statistique raisonnable. La limite de détection est numériquement égale à trois fois l'écart type de la moyenne des déterminations à blanc ($n > 20$).
LOQ	Limite de quantification : la concentration la plus faible de l'analyte pouvant être quantifiée avec une certitude statistique raisonnable. Si à la fois l'exactitude et la précision sont constantes sur une marge de concentration autour de la limite de détection, alors la limite de quantification est numériquement égale à dix fois l'écart type de la moyenne des déterminations de matrice à blanc ($n \leq 20$).
HORRAT⁵ r	RSD r observé divisé par la valeur du RSD r estimée à partir de l'équation (modifiée) de Horwitz (2) (cf. point C.3.3.1 (« Notes sur les critères de performance »)) en présumant que $r = 0,66 R$.
HORRAT⁶ R	RSD R observé divisé par la valeur du RSD R estimée à partir de l'équation (modifiée) de Horwitz ⁷ (cf. point « Notes sur les critères de performance »).
u	Incertitude de mesure type composée obtenue en utilisant les incertitudes de mesure type individuelles associées aux quantités d'entrées dans un modèle de mesure ⁸
U	Incertitude de mesure élargie, utilisant un facteur d'élargissement de 2, qui donne un niveau de confiance d'environ 95 % ($U = 2u$).
Uf	Incertitude de mesure type maximale.

⁴ Norme EN 13804:2013, « Foodstuffs. Determination of elements and their chemical species. General considerations and specific requirements », CEN, Rue de Stassart 36, B-1050 Bruxelles

⁵ Horwitz W. et Albert, R., 2006, The Horwitz Ratio (HorRat): A useful Index of Method Performance with respect to Precision, Journal of AOAC International, Vol. 89, 1095-1109. (2) M. Thompson, Analyst, 2000, p. 125 et 385-386.

⁶ Horwitz W. et Albert, R., 2006, The Horwitz Ratio (HorRat): A useful Index of Method Performance with respect to Precision, Journal of AOAC International, Vol. 89, 1095-1109.

⁸ International vocabulary of metrology –Basic and general concepts and associated terms (VIM), JCGM 200:2008.

Exigences de portée générale

Les méthodes d'analyse du mercure total conviennent aux fins de dépistage pour le contrôle des niveaux de méthylmercure. Si la concentration de mercure total est inférieure ou égale à la limite maximale pour le méthylmercure, aucun test supplémentaire n'est requis et l'échantillon est considéré comme conforme à la limite maximale pour le méthylmercure. Si la concentration de mercure total est supérieure ou égale à la limite maximale pour le méthylmercure, des tests de suivi devront déterminer si la concentration en méthylmercure est supérieure à la limite maximale pour le méthylmercure.

Exigences spécifiques

Critères de performance

Dans le cas où, au niveau du Codex, aucune méthode spécifique n'est prescrite pour la détermination des contaminants dans les aliments, les laboratoires peuvent sélectionner toute méthode d'analyse de la matrice respective pour autant qu'elle remplisse les critères de performance spécifiques indiqués dans le Tableau 5.

Il est recommandé d'utiliser des méthodes pleinement validées (c'est-à-dire des méthodes validées par un essai collaboratif pour la matrice respective) dans la mesure où elles sont appropriées et disponibles. D'autres méthodes validées adéquates (par exemple des méthodes validées en interne pour la matrice respective) peuvent également être utilisées à condition qu'elles remplissent les critères de performance énoncés dans le Tableau 5.

Si possible, la validation de méthodes validées en interne doit inclure un document de référence certifié.

Tableau 5 Critères de performance des méthodes d'analyse du mercure et du méthylmercure

Paramètre	Critère		
Applicabilité	Poisson spécifié dans la Norme générale pour les contaminants et les toxines présents dans les produits de consommation humaine et animale (NGCTPHA, CXS 193-1995)		
Spécificité	Pas d'interférences dues à la matrice ou spectrales		
Répétabilité (RSD _r)	Valeur HORRAT _r inférieure à 2		
Reproductibilité (RSD _R)	Valeur HORRAT _R inférieure à 2		
Récupération	Les dispositions des « Calculs de récupération » s'appliquent		
LOD	= trois dixièmes du LOQ		
LOQ	Méthylmercure	LM est < 0,100 mg/kg	LM est ≤ 0,100 mg/kg
		≥ deux cinquièmes de la LM	≥ un cinquième de la LM

Notes sur les critères de performance :

L'équation d'Horwitz⁹ (pour des concentrations $1,2 \times 10^{-7} \geq C \geq 0,138$) et l'équation modifiée d'Horwitz¹⁰

(pour des concentrations $C < 1,2 \times 10^{-7}$) sont des équations de fidélité généralisée qui sont indépendantes de l'analyte et de la matrice et qui ne dépendent que de la concentration pour les méthodes d'analyse les plus répandues.

Équation modifiée d'Horwitz pour des concentrations $C < 1,2 \times 10^{-7}$:

$$RSD R = 22 \%$$

où :

⁹ W. Horwitz, L.R. Kamps, K.W. Boyer, J.Assoc.Off.Analy.Chem.,1980, 63, 1344.

¹⁰ M. Thompson, Analyst, 2000, p. 125 et 385-386.

- RSD R est l'écart type relatif calculé à partir des résultats donnés dans des conditions de reproductibilité $[(s R /) \times 100]$
- C est le taux de concentration (c'est-à-dire 1 = 100 g/100 g, 0 001 = 1 000 mg/kg). L'équation modifiée d'Horwitz s'applique aux concentrations $C < 1,2 \times 10^{-7}$.

Équation d'Horwitz pour les concentrations $1,2 \times 10^{-7} \geq C \geq 0,138$:

$$RSD R = 2C^{(-0,15)}$$

où :

- RSD R est l'écart type relatif calculé à partir des résultats donnés dans des conditions de reproductibilité $[(s R /) \times 100]$
- C'est le taux de concentration (c'est-à-dire 1 = 100 g/100 g, 0 001 = 1 000 mg/kg). L'équation modifiée d'Horwitz s'applique aux concentrations $1,2 \times 10^{-7} \geq C \geq 0,138$.

Approche dite « aptitude aux fins recherchées »

Pour des méthodes validées en interne, comme alternative, une approche dite « aptitude aux fins recherchées »¹¹ peut être utilisée pour évaluer leur adaptabilité au contrôle officiel. Les méthodes adaptées au contrôle officiel doivent produire des résultats avec une incertitude de mesure type composée (u) inférieure à l'incertitude de mesure type maximale calculée à l'aide de la formule ci-dessous :

$$Uf = \sqrt{(LOD/2)^2 + (\alpha C)^2}$$

où :

- Uf est l'incertitude de mesure type maximale (µg/kg).
- LOD est la limite de détection de la méthode (µg/kg). La LOD doit remplir les critères de performance énoncés au point C.3.3.1 pour la concentration souhaitée.
- C est la concentration souhaitée (µg/kg);
- α est un facteur numérique à utiliser en fonction de la valeur de C. Les valeurs à utiliser sont données dans le Tableau 6.

Tableau 6 Valeurs numériques à utiliser pour α comme constante dans la formule énoncée ci-dessus, en fonction de la concentration souhaitée

C (µg/kg)	α
≥50	0,2
51-500	0,18
501-1 000	0,15
1 001-10 000	0,12
> 10 000	0,1

¹¹ M. Thompson et R. Wood, Accred. Qual. Assur., 2006, p. 10 et 471-478.

Tableau 7: Critères de performance calculés pour LM
 $\leq 0,1$ mg/kg

	LM mg/kg	LOD mg/kg	LOQ mg/kg	Fourchette applicable min.		Fidélité RSDR (%)
				De mg/kg	À mg/kg	
Tous les thons	1,2	0,12	0,24	0,64	1,76	31,1
Béryx	1,5	0,15	0,3	0,823	2,177	30,1
Tous les marlins	1,7	0,17	0,34	0,947	2,453	29,5
Requin	1,6	0,16	0,32	0,885	2,315	29,8

COMMUNICATION ET INTERPRÉTATION DES RÉSULTATS

Expression des résultats

Les résultats doivent être exprimés dans les mêmes unités et avec le même nombre de chiffres significatifs que les limites maximales énoncées dans la *Norme générale pour les contaminants et les toxines présents dans les produits de consommation humaine et animale* (NGCTAHA) (CXS 193-1995).

Calculs de la récupération

Si une mesure d'extraction est appliquée dans la méthode analytique, le résultat d'analyse doit être corrigé au titre de la récupération. Dans ce cas, le niveau de récupération doit être rapporté.

En l'absence de mesure d'extraction appliquée dans la méthode analytique, le résultat peut être rapporté en tant que résultat non corrigé au titre de la récupération si, en utilisant idéalement des documents de référence certifiés appropriés, des preuves sont fournies selon lesquelles la concentration certifiée permettant l'incertitude de mesure est atteinte (c'est-à-dire un niveau de précision élevé de la mesure), et donc que la méthode n'est pas biaisée. Si le résultat est rapporté en tant que résultat non corrigé au titre de la récupération, il faut le mentionner.

Incertitude de mesure

Le résultat analytique est consigné sous la forme $x \pm U$, où x représente le résultat analytique et U l'incertitude de mesure élargie, utilisant un facteur d'élargissement de 2, qui donne un niveau de confiance d'environ 95 % ($U = 2u$).

INTERPRÉTATION DES RÉSULTATS

Acceptation d'un lot/sous-lot

Le lot ou sous-lot est accepté si le résultat analytique de l'échantillon de laboratoire n'excède pas la limite maximale respective énoncée dans la *Norme générale pour les contaminants et les toxines présents dans les produits de consommation humaine et animale* (NGCTAHA, CXS 193-1995), en prenant en compte l'incertitude de mesure élargie et la correction du résultat au titre de la récupération si une mesure d'extraction a été appliquée dans la méthode analytique utilisée.

Rejet d'un lot/sous-lot

Le lot ou sous-lot est rejeté si le résultat analytique de l'échantillon de laboratoire excède au-delà du doute raisonnable la limite maximale respective énoncée dans la *Norme générale pour les contaminants et les toxines présents dans les produits de consommation humaine et animale* (NGCTAHA, CXS 193-1995), en prenant en compte l'incertitude de mesure élargie et la correction du résultat au titre de la récupération si une mesure d'extraction a été appliquée dans la méthode analytique utilisée.

Applicabilité

Les règles d'interprétation présentes doivent s'appliquer pour le résultat analytique obtenu sur l'échantillon destiné à des fins de contrôle. En cas d'analyse à des fins de recours ou d'arbitrage, les règles applicables localement doivent s'appliquer.