

COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS



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



Organisation
mondiale de la Santé

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

REP23/MAS Corrigendum*

PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES

COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS

Quarante-sixième session

Rome (Italie)

27 novembre - 2 décembre 2023

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

13-16 juin 2023 (réunion plénière présentielle) et

20 juin 2023 (adoption du rapport par visioconférence)

* *Se référer à l'appendice II*

F

TABLE DES MATIÈRES

Résumé et état d'avancement des travaux	page iii
Liste des abréviations	page vi
Liste des documents de séances (CRD)	page vii
Rapport de la quarante-deuxième session du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage	page 1
<u>Points de l'ordre du jour</u>	<u>Paragraphes</u>
Introduction	1
Ouverture de la session	2-3
Adoption de l'ordre du jour (point 1 de l'ordre du jour)	4
Questions soumises au Comité par la Commission du Codex Alimentarius et d'autres organes subsidiaires (point 2 de l'ordre du jour)	5-8
Confirmation des méthodes d'analyse et plans d'échantillonnage pour les dispositions des normes du Codex (point 3 de l'ordre du jour)	9-57
Comité du Codex sur les contaminants dans les aliments (CCCF) (15 ^e session/16 ^e session) ..	11, 31-34
Comité du Codex sur l'hygiène alimentaire (CCFH) (53 ^e session)	12
Comité du Codex sur les additifs alimentaires (CCFA) (53 ^e session)	13-14
Comité du Codex sur l'étiquetage des denrées alimentaires (CCFL) (47 ^e session)	15-18
Comité du Codex sur la nutrition et les aliments diététiques ou de régime (CCNFSDU) (43 ^e session)	19-22
Comité du Codex sur les épices et les herbes culinaires (CCSCH) (5 ^e session)	23-25
Comité FAO/OMS de coordination pour l'Afrique (CCAFRICA) (24 ^e session)	26
Comité FAO/OMS de coordination pour l'Asie (CCASIA) (22 ^e session)	27-28
Comité FAO/OMS de coordination pour l'Amérique du Nord et le Pacifique Sud-Ouest (CCNASWP) (16 ^e session)	29-30
Comité sur les contaminants présents dans les aliments (CCCF) (16 ^e session)	31-34
Autres propositions	35-46
Autres questions	47-56
Examen des méthodes d'analyse de la norme CXS 234 (point 4 de l'ordre du jour)	58-68
Ensemble exploitables pour les graisses et les huiles (point 4.1 de l'ordre du jour)	59-60
Ensemble exploitables pour les céréales, les légumes secs et les légumineuses (point 4.2 de l'ordre du jour)	61-63
Ensemble exploitables pour les fruits et légumes traités (point 4.3 de l'ordre du jour)	64-65
Autres questions	66-68
Document d'information: <i>Directives sur l'incertitude de mesure</i> (point 5 de l'ordre du jour)	69-74
Révision des <i>Directives générales sur l'échantillonnage</i> (CXG 50-2004) (point 6 de l'ordre du jour)	75-81
Document de travail sur les critères de sélection des méthodes de Type II à partir de plusieurs méthodes de type III (point 7 de l'ordre du jour)	82-95
Rapport de la réunion interinstitutions sur les méthodes d'analyse (point 8 de l'ordre du jour)	96-98
Autres questions et travaux futurs (point 9 de l'ordre du jour)	99-101
Date et lieu de la prochaine session (point 10 de l'ordre du jour)	102

Appendices

Appendice I – Liste des participants	page 18
Appendice II – Méthodes d’analyse et plans d’échantillonnage (approuvés et recommandés pour adoption / révocation, corrections de forme et questions portées à l’attention du groupe de travail électronique sur les céréales, les légumes secs et les légumineuses)	page 27
Appendice III – Document d’information Procédures pour l’estimation de l’incertitude de mesure	page 101
Appendice IV – Révision des <i>Directives générales sur l’échantillonnage</i> (CXG 50-2004)	page 121
Appendice V – Indications relatives au choix d’une méthode de Type II parmi plusieurs méthodes de Type II	page 164

RÉSUMÉ ET ÉTAT D'AVANCEMENT DES TRAVAUX

Partie(s) responsable(s)	Objet	Texte/Sujet	Code/Référence	Étape	Par.
Membres CCEXEC85 CAC46	Adoption/ Révocation/ Amendements	Méthodes d'analyse/critères de performance/plans d'échantillonnage pour les dispositions des normes du Codex	CXS 234-1999 CXS 193-1995	-	57 i, 60, 63, 65
Membres CCEXEC85 CAC46	Adoption	<i>Directives générales sur l'échantillonnage</i>	CXG 50-2004	8	81 i
CCEXEC85 CAC46	Révocation	<i>Méthodes d'analyse générales pour les contaminants</i>	CXS 228-2001	-	57 ii
CCSCH7	Action/ Réponse	Méthodes d'analyse pour les dispositions des normes du Codex sur diverses épices et herbes culinaires/glossaire	CXS 234-1999	-	23-25
CCAFRICA25	Action/ Réponse	Suppression/Maintien des méthodes AOAC 935.47 et AOAC 939.09b	CXS 350-2022/ CXS 234-1999	-	26, 57 iii
CCNASWP17/ GTP chargé de la confirmation des méthodes	Action	Procédures opérationnelles standard révisées pour l'identification des kavalactones et des flavokavaïnes dans les produits du kava frais et séchés, par chromatographie sur couche mince à haute performance (HPTLC), dans la <i>Norme régionale sur les produits du kava à usage de boisson lorsqu'ils sont mélangés à de l'eau</i>	CXS 234-1999 CXS 33R-2020	-	30, 57 iii
CCCF17	Action	Évaluer les plans d'échantillonnage et dispositions de la <i>Norme générale sur les contaminants et les toxines présents dans les produits de consommation humaine et animale</i>	CXS 193-1995		31
	Examen/ Mise à jour	Somme des composants par l'ajout du nouvel exemple	CXS 193-1995	-	34, 57 iv
	Information/ Action	Fournir des critères de performance numériques pour les méthodes d'analyse des aflatoxines en utilisant la notion de somme des composants pour tous les produits concernés, afin de remplacer les critères existants dans la norme	CXS 193-1995	-	34

Partie(s) responsable(s)	Objet	Texte/Sujet	Code/Référence	Étape	Par.
CCAFRICA25/ CCASIA23/ Tous les comités concernés	Action/ Information	Examen/Mise à jour des méthodes d'analyse de la <i>Norme générale sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage</i>	CXS 234-1999/ Norme régionale sur le riz cuit enveloppé dans des feuilles	-	26, 27, 57 iii; 81 iii
CCASIA23	Action	Études de validation visant à établir la performance de la procédure d'extraction d'huile à partir du riz	CXS 234-1999	-	28; 57 iii
Secrétariat du Codex	Publication	Document d'information <i>Directives sur l'incertitude de mesure</i>	CXG 54-2004	-	74 ii
		Document d'information: Indications relatives au choix de méthodes de Type II parmi plusieurs méthodes de Type III dans les <i>Indications détaillées sur le processus de soumission, d'examen et d'approbation des méthodes à inclure dans la norme CXS 234</i>	-	-	95
Membres/GTP chargé de la confirmation des méthodes/ CCMAS43 CCFH54 CCNFSDU44	Examen/ Mise à jour/ Information	Exemples de méthodes permettant de répondre aux critères de performance numériques pour l'analyse du plomb, du cadmium et des aflatoxines dans les céréales et les aliments à base de céréales, y compris destinés aux nourrissons et aux enfants en bas âge	CXS 234-1999		11, 34
		Méthodes d'analyse des aliments irradiés	CXS 231-2001	-	12
	Action/ Information	Méthodes d'analyse pour les dispositions de la <i>Norme pour les préparations de suite</i>	CXS 234-1999		21
	Examen/ Mise à jour	Méthodes d'analyse pour la détermination du taux d'humidité du lait en poudre (lait sec)			43-44
États-Unis d'Amérique/ GTP chargé de la confirmation/ CCMAS43	Action/ Confirmation	Critères de performance numériques pour les méthodes d'analyse de l'acide benzoïque, des sorbates, du calcium et de l'étain dans les fruits et les légumes traités	CXS 234-1999	-	64
GTE (États-Unis d'Amérique)/ GTP chargé de la confirmation des méthodes/ CCMAS43	Action/ Information	Méthodes d'analyse des nitrates et des nitrites	CXS 192-1995	-	13, 57 vii

Partie(s) responsable(s)	Objet	Texte/Sujet	Code/Référence	Étape	Par.
CCFA54					
GTP (États-Unis d'Amérique)/ GTP chargé de la confirmation des méthodes/ CCMAS43 CCFL48	Action/ Information	Étiquetage de précaution des allergènes: méthodes d'analyse	-	-	15-17, 57 vii
Brésil CCMAS43	Rédaction/ Discussion	Document de travail traitant de l'harmonisation des libellés et du format des principes	CXS 234-1999	-	50, 57 vi
Chili, Brésil CCMAS43	Rédaction/ Discussion	Document de travail traitant de la meilleure approche à adopter pour inclure les facteurs de conversion de l'azote	CXS 234-1999	-	53, 57 vi
GTE (Uruguay, Brésil)/ CCMAS43	Rédaction/ Discussion	Document de travail traitant du recensement de méthodes de Type IV dans la norme CXS 234 quand une méthode de Type I est déjà répertoriée pour le même produit et la même disposition	CXS 234-1999	-	56, 57 vii
GTE (Canada)/ GTP chargé de la confirmation des méthodes/ CCMAS43	Examen/ Mise à jour	Ensemble de méthodes exploitables pour les céréales, les légumes secs et les légumineuses	CXS 234-1999	-	63
GTE (Norvège)/ GTP chargé de la confirmation des méthodes/ CCMAS43	Examen/ Mise à jour	Poisson et produits de la pêche ou de l'aquaculture	CXS 234-1999	-	66 ii a
GTE (Allemagne)/ GTP chargé de la confirmation des méthodes/ CCMAS43	Examen/ Mise à jour	Jus de fruits	CXS 234-1999	-	66 ii b
GTE (Nouvelle-Zélande/ Allemagne)/ Membres/ CCMAS43	Rédaction/ Discussion	Document d'information (livret électronique et applications relatives aux plans d'échantillonnage)	CXG 50-2004	-	81 ii

LISTE DES ABRÉVIATIONS

ADN	Acide désoxyribonucléique
AOAC	AOAC international (anciennement Association des chimistes analytiques officiels)
AOCS	Société américaine des chimistes de l'huile
CAC	Commission du Codex Alimentarius
CCAFRICA	Comité FAO/OMS de coordination pour l'Afrique
CCASIA	Comité FAO/OMS de coordination FAO/OMS pour l'Asie
CCCF	Comité du Codex sur les contaminants dans les aliments
CCEXEC	Comité exécutif de la Commission du Codex Alimentarius
CCFA	Comité du Codex sur les additifs alimentaires
CCFH	Comité du Codex sur l'hygiène alimentaire
CCFL	Comité du Codex sur l'étiquetage des denrées alimentaires
CCFO	Comité du Codex sur les graisses et les huiles
CCMAS	Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage
CCNASWP	Comité FAO/OMS de coordination pour l'Amérique du Nord et le Pacifique Sud-Ouest
CCNFSDU	Comité du Codex sur la nutrition et les aliments diététiques ou de régime
CCSCH	Comité du Codex sur les épices et les herbes culinaires
CRD	Document de séance
ELISA	Essai d'immuno-absorption enzymatique
FAO	Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture
FIJU	Fédération internationale des producteurs de jus de fruits
FIL	Fédération internationale du lait
GTE	Groupe de travail électronique
GTP	Groupe de travail en présentiel
HPTLC	Chromatographie sur couche mince à haute résolution
IM	Incertitude de mesure
ISO	Organisation internationale de normalisation
LD	Limite de détection
LM	Limite maximale
LQ	Limite de quantification
NFCSO	Agence hongroise de sécurité sanitaire de la filière alimentaire
OMS	Organisation mondiale de la Santé
REU	Bureau régional pour l'Europe et l'Asie centrale
UE	Union européenne
USPC	Convention pharmaceutique des États-Unis

LISTE DES DOCUMENTS DE SÉANCES (CRD)

Numéro du document	Point de l'ordre du jour	Auteurs de la contribution
01	Répartition des compétences	UE (répartition des compétences entre l'UE et ses États membres)
02	Points 2, 3, 4.1, 4.2 et 4.3	Rapport du groupe de travail en présentiel chargé de la confirmation des méthodes
03	Point 6	Révision des Directives générales sur l'échantillonnage élaborées par le groupe de travail électronique
04	Point 5	Version révisée du projet de document d'information sur la mesure de l'incertitude de mesure
05	Point 3	Coordonnateur régional représentant le CCNASWP
06	Point 3	Informations soumises par l'AOAC, l'ISO et la FIL
07	Point 3	FIL et ISO
08	Point 4.1	Groupe de travail électronique chargé de l'ensemble de méthodes exploitables pour les graisses et les huiles
09	Point 2	Chili, Uruguay
10	Point 3	Chili, Ghana, UE, Uruguay
11	Point 4.1	Chili, Ghana
12	Point 4.2	Chili, Colombie, Ghana, Nigéria, Pérou, Uruguay
13	Point 4.3	Chili, Ghana, Nigéria, Pérou, Uruguay
14	Point 3	Argentine, Brésil, Uruguay
15	Point 5	Chili, Ghana, Nigéria, Pérou, Uruguay
16	Point 6	Ghana, Nigéria, Pérou, Thaïlande, Uruguay
17	Point 7	Chili, Ghana, Uruguay
18	Points 3, 5, et 6	Sénégal
19	Point 3	International Association for Convergence Science & Technology (IACST)
20	Points 1, 2, 3, 4.1, 4.2, 4.3, 5, 6, et 7	Kenya
21	Points 4.1, 4.2, 5, 6, et 7	Ouganda
22	Point 6	Eurachem
23	Points 4.2 et 4.3	Thaïlande
24	Point 8	Rapport de la réunion interinstitutions
25	Point 6	Rapport du groupe de travail de session sur la révision des Directives générales sur l'échantillonnage

INTRODUCTION

1. Le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (CCMAS) a tenu sa 42^e session du 13 au 16 juin 2023, avec adoption du rapport par visioconférence le 20 juin 2023, à l'aimable invitation du Gouvernement hongrois. La session a été présidée par M. Attila Nagy, Directeur de l'Agence hongroise de sécurité sanitaire de la chaîne alimentaire (NFCSO). M^{me} Zsuzsa Farkas, Scientifique de données de la chaîne alimentaire de l'Institut numérique des aliments, a fait office de Vice-Présidente. Ont participé à la session des délégués de 49 États membres, d'une organisation membre, de 13 organisations ayant le statut d'observateur et de la Palestine. La liste des participants figure à l'appendice I.

OUVERTURE DE LA SESSION

2. M. Márton Nobilis, Secrétaire d'État du Ministère hongrois de l'agriculture, a ouvert la session en souhaitant la bienvenue aux délégués. Il a souligné combien il était important que le Comité poursuive ses travaux sur l'harmonisation et la fiabilité des méthodes d'analyse et d'échantillonnage, afin d'améliorer les systèmes de laboratoire et d'assurer une meilleure sécurité sanitaire des aliments. M. Nabil Gangi, du Bureau régional pour l'Europe et l'Asie centrale (REU) de l'Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture (FAO), Président au nom de l'Organisation mondiale de la Santé (OMS), et M. Steve Wearne, Président de la Commission du Codex Alimentarius, se sont également adressés au Comité.

Répartition des compétences

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

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

4. Le Comité a adopté l'ordre du jour provisoire proposé pour la session.

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

5. Le Comité:
 - a pris note: - des questions soumises à titre d'information par la Commission du Codex Alimentarius (ci-après «la Commission») au Comité exécutif de la Commission du Codex Alimentarius (ci-après «le Comité exécutif»), et du fait que des questions demandant une action, découlant du Comité du Codex sur les additifs alimentaires (CCFA), du Comité sur les graisses et les huiles (CCFO), du Comité sur les contaminants présents dans les aliments (CCCF) et du Comité sur l'étiquetage des denrées alimentaires (CCFL) seraient examinées au titre du point 3 de l'ordre du jour (Confirmation des méthodes d'analyse et d'échantillonnage);
 - - des travaux en cours au sein du CCCF sur les plans d'échantillonnage pour le méthylmercure dans le poisson;
 - a encouragé les membres et les observateurs à planifier et à mettre en œuvre, à l'occasion du 60^e anniversaire du Codex, des activités visant à faire mieux connaître le Codex et à obtenir un soutien politique de haut niveau en faveur de ses travaux, ainsi qu'à envisager l'organisation d'une manifestation régionale à cette occasion;
 - a encouragé les membres et les observateurs à saisir activement les occasions de contribuer aux débats au sein du Comité exécutif et de la Commission (à savoir sur la mise en œuvre des Déclarations de principe concernant le rôle de la science dans la prise de décisions du Codex et les autres facteurs à prendre en considération, l'avenir du Codex, les nouvelles sources d'aliments et les nouveaux systèmes de production ainsi que le suivi de l'utilisation des normes du Codex), en répondant aux lettres circulaires correspondantes.
6. Le secrétariat du Codex a également présenté les nouveaux éléments concernant la publication des textes du Codex, le nouveau site web du Codex et les liens existant entre ces initiatives et l'objectif 3 du Plan stratégique du Codex pour 2020-2025, qui vise à «accroître les effets en faisant en sorte que les normes du Codex soient reconnues et utilisées».
7. Le nouveau site web permettra notamment au Comité d'associer des documents connexes aux textes qu'il élabore et de collaborer à la création d'une base de données pour les *Méthodes d'analyse et*

¹ CX/MAS 23/42/1.

² CX/MAS 23/42/2.

d'échantillonnage recommandées (CXS 234-1999), ainsi qu'aux applications électroniques pour les *Directives générales sur l'échantillonnage* (CXG 50-2004). Il a été recommandé que des débats approfondis soient menés sur ces innovations numériques afin de s'assurer que celles-ci répondent aux besoins de tous les utilisateurs.

8. Le secrétariat du Codex a proposé de réaliser une étude de cadrage sur la création d'une base de données pour la norme CXS 234, en collaboration avec les délégations intéressées du Comité. Cette démarche permettrait de s'assurer dès le départ que le projet tienne compte de l'expérience de l'utilisateur final ainsi que des besoins du Comité et de la communauté du Codex au sens large.

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

9. Le Comité a examiné les recommandations relatives aux méthodes d'analyse et d'échantillonnage proposées pour confirmation, ainsi que d'autres questions connexes présentées dans le document de séance CRD02.
10. Le Comité a pris les décisions suivantes, qui sont également présentées à l'appendice II.

Comité du Codex sur les contaminants dans les aliments (CCCF) (15^e session)

Examen des méthodes d'analyse des contaminants: critères de performance pour le plomb et le cadmium

11. Le Comité est convenu:
- d'accepter les critères de performance numériques (annexe II, partie A) et, par conséquent:
 - de proposer la suppression des *Méthodes d'analyse générales pour les contaminants* (CXS 228-2001) et des méthodes figurant dans la norme CXS 234 pour le plomb et le cadmium, pour les produits couverts par les critères de performance (appendice I, tableau II du document de séance CRD02);
 - de continuer à examiner les méthodes présentées dans le tableau II, appendice I du document de séance CRD02, et d'autres méthodes, afin de trouver des exemples de méthodes disponibles qui répondent aux critères;
 - d'inviter le secrétariat du Codex à publier une lettre circulaire sollicitant des exemples de méthodes et des informations concernant les méthodes qui pourraient répondre aux critères de performance numériques, pour examen par le groupe de travail en présentiel chargé de la confirmation des méthodes et par le Comité, à sa prochaine session.

Comité du Codex sur l'hygiène alimentaire (CCFH) (53^e session)

Examen des méthodes d'analyse des aliments irradiés figurant dans les *Méthodes générales pour la détection des aliments irradiés* (CXS 231-2001), et leur inclusion dans la norme CXS 234

12. Le Comité est convenu:
- de ne pas confirmer pour le moment les méthodes énumérées dans la norme CXS 231, en raison du manque d'informations disponibles sur ces méthodes et sur leur application et, par conséquent, de maintenir ces méthodes dans la norme CXS 231;
 - de réunir des informations supplémentaires sur ces méthodes en diffusant une lettre circulaire à cet effet;
 - de soumettre ces informations et ces méthodes pour examen complémentaire, au groupe de travail en présentiel chargé de la confirmation des méthodes et au Comité, à sa prochaine session.

Comité du Codex sur les additifs alimentaires (CCFA) (53^e session)

Méthodes d'analyse des nitrates et des nitrites

13. Le Comité a noté la nécessité d'un examen plus approfondi afin d'apporter une réponse au CCFA et a décidé de constituer un groupe de travail électronique présidé par les États-Unis d'Amérique, travaillant en anglais, dont le mandat serait le suivant:
- établir des critères de performance numériques permettant de détecter les ions nitrate et nitrite dans les matrices alimentaires énumérées à l'appendice 5, annexe 2, du document CX/FA 21/52/7;

³ CX/MAS 23/42/2; CX/MAS 23/42/2-Add.1; CX/MAS 23/42/3; CX/MAS 23/42/3-Add.1.

- examiner les méthodes présentées à l'appendice 5, annexe 1, du document CX/FA 21/52/7 et déterminer si ces méthodes répondent aux critères de performance numériques établis pour les matrices figurant à l'appendice 5, annexe 2, du document CX/FA 21/52/7;
 - examiner si les méthodes permettent de déterminer à la fois les ions nitrate et nitrite et, dans l'affirmative, si chaque ion peut être détecté séparément ou seulement en combinaison;
 - examiner si les différents systèmes de détection (c'est-à-dire séparément ou en combinaison) peuvent avoir une incidence sur la précision et l'exactitude des méthodes.
14. Le Comité est convenu que le rapport et les recommandations du groupe de travail électronique seraient examinés à sa prochaine session.

Comité du Codex sur l'étiquetage des denrées alimentaires (CCFL) (47^e session)

Étiquetage des allergènes alimentaires – étiquetage de précaution des allergènes: méthodes d'analyse et d'échantillonnage

15. Le Comité a noté qu'il n'était pas en mesure d'apporter une réponse au CCFL pour le moment et a décidé de créer un groupe de travail électronique présidé par les États-Unis et coprésidé par le Royaume-Uni, travaillant en anglais, chargé d'élaborer un document de travail qui examinerait les meilleures pratiques concernant la sélection de méthodes d'analyse validées et la validation de ces méthodes.
16. Le document de travail devrait prendre en considération les éléments suivants pour les allergènes énumérés dans le tableau 11 du rapport FAO/OMS intitulé *Risk Assessment of Food Allergens Part 2: Review and Establish Threshold Levels in Foods for the Priority Allergens* (Évaluation des risques liés aux allergènes alimentaires – partie 2: examiner et établir des niveaux seuils dans les aliments pour les allergènes prioritaires).
- Établissement d'une terminologie et de définitions normalisées et harmonisées pour les méthodes d'analyse des allergènes.
 - Méthodes d'analyse disponibles à l'heure actuelle et état d'avancement de leur validation pour les protéines allergènes prioritaires énumérées à l'appendice I du document CX/FL 23/47/5, compte tenu des champs d'application validés pour ces méthodes (matrices alimentaires, aliments transformés).
 - Informations requises pour l'évaluation et la validation d'une méthode, y compris les anticorps utilisés (si ELISA), la réactivité croisée, l'applicabilité de l'essai, la sélectivité, la stabilité (rigueur), les procédures d'étalonnage, la sensibilité, la plage de quantification, les limites de détection et de quantification (LD/LQ), l'exactitude/la justesse, l'efficacité de l'extraction, la précision, la robustesse, l'applicabilité, la récupération et la praticabilité, et si la méthode fournit des informations sur les protéines totales. Exigences de validation pour l'analyse des protéines allergènes dans les aliments, y compris l'exactitude/la justesse, l'efficacité de l'extraction, la précision, la robustesse, l'applicabilité, la récupération et la praticabilité.
 - Méthodes de confirmation pour les cas de réactivité analytique croisée potentielle et exemples de ces méthodes comprenant éventuellement une deuxième confirmation par ELISA, une détection par ADN et/ou des techniques de spectrométrie de masse.
 - Références à d'autres documents d'orientation traitant des «meilleures pratiques», y compris les procédures de validation des organisations de normalisation et les textes pertinents du Codex.
17. Le Comité est convenu que le groupe de travail électronique n'aborderait pas la question des plans d'échantillonnage et a noté que les plans d'échantillonnage sont couverts par les *Directives générales sur l'échantillonnage* (CXG 50-2004).
18. Un observateur a noté que la définition des allergènes alimentaires adoptée par le CCFL, à sa 47^e session, couvrait également d'autres réactions spécifiques à médiation immunitaire, à savoir la maladie cœliaque, que la maladie cœliaque telle que définie était une maladie intestinale chronique à médiation immunitaire chez les individus génétiquement prédisposés, provoquée par l'exposition au gluten (protéine alimentaire) provenant du blé et de toutes les espèces de *Triticum* (seigle, orge et triticale), et que la *Norme pour les aliments diététiques ou de régime destinés aux personnes souffrant d'une intolérance au gluten* (CXS 118-1979) traitait de ce sujet. Il a demandé que cette norme soit prise en compte lors de l'examen de la demande du CCFL.

Comité du Codex sur la nutrition et les aliments diététiques ou de régime (CCNFSDU) (43^e session)Méthodes d'analyse pour les dispositions de la Norme pour les préparations de suite (CXS 156-1987)

19. Le Comité a noté que la demande émanant du CCNFSDU (CX/MAS 23/42/3, par. 1) n'a pas été examinée par le groupe de travail en présentiel.
20. Le secrétariat du Codex a précisé que la demande émanant du CCNFSDU faisait suite à la révision de la Norme pour les préparations de suite (CXS 156-1987) qui comprenait deux parties traitant i) des préparations de suite pour les nourrissons du deuxième âge et ii) des produits pour enfants en bas âge. La norme CXS 234 dont on dispose actuellement contient des méthodes d'analyse pour certaines dispositions relatives aux préparations de suite et le Comité devrait examiner si ces méthodes pourraient également être applicables aux produits destinés aux enfants en bas âge. La norme révisée élaborée par le CCNFSDU a été transmise à la Commission, à sa 46^e session, pour adoption finale. Le Comité pourra examiner la demande une fois la norme adoptée.
21. Le Comité est convenu d'examiner cette question à sa prochaine session.

Norme pour les préparations destinées aux nourrissons et les préparations données à des fins médicales spéciales aux nourrissons (CXS 72-1981) – méthodes pour la vitamine B12, les acides aminés totaux (à l'exclusion de la taurine et du tryptophane) et le tryptophane

22. Le Comité a confirmé ces méthodes telles que proposées (appendice III, document de séance CRD02).

Comité du Codex sur les épices et les herbes culinaires (CCSCH) (5^e session)

23. Le Comité:

- n'a pas confirmé les méthodes proposées par le CCSCH et a décidé de les lui renvoyer afin qu'il les examine de manière plus approfondie;
- a demandé au CCSCH de répondre aux questions suivantes afin d'aider le Comité à confirmer les méthodes:

Norme pour les racines, rhizomes et bulbes séchés – gingembre séché ou déshydraté (CXS 343-2021); Norme pour les parties florales séchées – clous de girofle (CXS 344-2021) et Norme pour les feuilles séchées – basilic séché (CXS 345-2021)

1. La norme ISO 927 est reconnue comme étant une méthode de Type I pour la détection des «insectes entiers morts» et une méthode de Type IV pour celle des «insectes vivants». Existe-t-il une raison particulière justifiant cette différence de classement?
2. La méthode MPM-V8 est répertoriée comme étant de Type IV pour les «excréments de mammifères/autres excréments». Toutefois, la norme ISO 927 semble couvrir cette catégorie et la méthode est décrite comme étant de Type I dans d'autres parties du tableau. Existe-t-il une raison particulière justifiant le choix d'un Type IV pour cette disposition?

Norme pour les parties florales séchées – safran (CXS 351-2021)

1. Les dispositions relatives à l'intensité gustative et aromatique et au pouvoir colorant font appel aux méthodes figurant dans la norme ISO 3632-2, qui sont répertoriées comme étant de Type IV. Cette norme ISO étant spécifiquement consacrée au safran, existe-t-il une raison particulière justifiant son classement en tant que méthode de Type IV et non de Type I?

Norme pour le piment fort séché ou déshydraté et le paprika (CXS 353-2022)

1. En ce qui concerne la disposition relative aux «insectes vivants», deux méthodes sont répertoriées et sont toutes deux considérées comme étant de Type I. Ces méthodes sont-elles identiques? Si tel n'est pas le cas, l'une d'entre elles doit être confirmée comme étant de Type I et l'autre doit être supprimée.

Projet de norme pour les épices issues de fruits et de baies séchés (partie A – quatre épices, baies de genévrier, anis étoilé)

1. Des méthodes de Type I et de Type IV sont répertoriées pour les dispositions relatives aux «insectes entiers morts» et aux «fragments d'insectes». Il est possible de répertorier à la fois une méthode de Type I et une méthode de Type IV, mais cela doit être justifié par des arguments convaincants. Serait-il possible de clarifier les raisons de cette demande?
2. Dans la disposition relative aux «souillures» et aux «souillures légères», des observations figurant entre parenthèses indiquent qu'il convient de dresser la liste de toutes les souillures – par exemple, les excréments de mammifères? Il n'apparaît pas clairement si le texte devrait être supprimé.

Comparaison entre les différentes normes du CCSC

1. Dans la *Norme pour les racines, rhizomes et bulbes séchés – gingembre séché ou déshydraté* (CXS 343-2021), l'ISO 927 est répertoriée comme étant une méthode de Type IV pour la détection des « excréments de mammifères/autres excréments », tandis que dans la *Norme pour les graines séchées – noix de muscade* (CXS 352-2022), l'ISO 927 est répertoriée pour la même disposition comme étant une méthode de Type I. Existe-t-il une raison justifiant le fait que la même méthode soit répertoriée différemment pour la même disposition?
 2. Dans certaines normes, la disposition est répertoriée dans la catégorie « mould visible » (moisissure visible) et dans d'autres, dans celle de « visible mould » (moisissure visible). Cette différence a-t-elle une signification ou pourrait-on employer une désignation unique pour cette disposition afin d'assurer une cohérence dans l'ensemble des normes?
 3. Des différences concernant les ensembles de dispositions sont observées d'une norme à l'autre. Dans le projet de norme pour la petite cardamome séchée, par exemple, il est fait mention d'« insectes entiers vivants/morts », tandis que dans la *Norme pour les racines, rhizomes et bulbes séchés – gingembre séché ou déshydraté* (CXS 343-2021), les « insectes entiers morts » et les « insectes vivants » sont indiqués séparément. Ces différences sont-elles voulues?
24. En réponse à la question portant sur l'existence d'un ensemble de définitions/terminologies susceptibles d'aider le Comité à sélectionner une série de méthodes permettant de détecter les matières étrangères et exogènes, en vue de leur confirmation, le secrétariat du Codex a précisé que le CCSC avait élaboré un glossaire de termes destiné à un usage en interne, disponible dans le document CX/SCH 17/3/10.
25. Le Comité est convenu de demander au CCSC de confirmer la disponibilité de ce glossaire.

Comité FAO/OMS de coordination pour l'Afrique (CCAFRICA) (24^e session)

Méthodes d'analyse et d'échantillonnage pour les dispositions de la Norme pour la viande séchée (CXS 350-2022)

26. Le Comité est convenu:
- de confirmer les méthodes d'analyse (appendice II, partie 1);
 - de demander au CCAFRICA si la suppression des méthodes AOAC 935.47 et AOAC 939.09b pour la détermination du chlorure était délibérée ou si les méthodes auraient dû avoir été maintenues en tant que méthodes de Type III. Lors de sa 41^e session, le Comité avait demandé au CCAFRICA de choisir une méthode de Type II parmi les nombreuses méthodes soumises pour la détermination du chlorure et de maintenir les autres méthodes comme étant de Type III⁴;
 - de ne pas confirmer le plan d'échantillonnage et de demander au CCAFRICA d'élaborer un plan d'échantillonnage conformément à la version révisée des *Directives générales sur l'échantillonnage* (CXG 50-2005).

Comité FAO/OMS de coordination pour l'Asie (CCASIA) (22^e session)

Méthodes d'analyse et d'échantillonnage pour les dispositions du projet de norme régionale sur les produits à base de soja fermenté sous l'action de *Bacillus* spp

27. Le Comité:
- a confirmé les méthodes d'analyse (appendice II, partie 1);
 - n'a pas confirmé le plan d'échantillonnage et est convenu de demander au CCASIA d'élaborer un plan d'échantillonnage pour la *Norme régionale sur les produits à base de soja fermenté sous l'action de Bacillus spp* conformément aux *Directives générales sur l'échantillonnage* (CXG 50-2004) révisées, en prenant acte de la précision apportée par le secrétariat du Codex selon laquelle l'absence de plans d'échantillonnage dans les normes sur les produits ne faisait pas obstacle à l'adoption ou à la publication de ces normes.

Norme régionale sur le riz cuit enveloppé dans des feuilles

28. Le Comité:
- a confirmé les méthodes d'analyse utilisées pour la détermination de l'indice de peroxyde comme étant de Type IV (appendice II, partie 1);
 - a noté qu'il n'existait pas de données de validation permettant d'établir la performance de

⁴ REP21/MAS, par. 12 ii.

l'étape d'extraction d'huile à partir du riz (récupération, précision, par ex.) et a décidé de demander au CCASIA d'entreprendre des études de validation afin d'établir la performance de la procédure d'extraction (récupération, précision, par ex.), et de communiquer les données au Comité pour examen et réévaluation du classement.

Comité FAO/OMS de coordination pour l'Amérique du Nord et le Pacifique Sud-Ouest (CCNASWP) (16^e session)

Méthodes d'analyse pour les dispositions du projet de norme régionale sur le jus de noni fermenté

29. Le Comité:

- a confirmé les méthodes d'analyse pour la scopolétine et pour l'acide désacétyl-aspérulosidique en tant que méthodes de Type IV (appendice II, partie 1);
- a confirmé les méthodes AOAC 983.17 / EN 12143 / IFUMA 8 / ISO 2173 pour la valeur brix (solides solubles) en tant que méthodes de Type IV, celles-ci ayant été jugées identiques lors de la 41^e session du Comité, et a décidé d'attendre l'achèvement de l'étude dirigée par la Fédération internationale des producteurs de jus de fruits (FIJU) pour réexaminer le classement de la méthode⁵.

Procédures opérationnelles standard révisées pour l'identification des kavalactones et des flavokavaïnes dans les produits du kava frais et séchés, par chromatographie sur couche mince à haute performance (HPTLC), dans la Norme régionale sur les produits du kava à usage de boisson lorsqu'ils sont mélangés à de l'eau (CXS 336R-2020)

30. Le Comité:

- n'a pas approuvé la procédure opérationnelle standard car celle-ci ne décrivait pas la manière dont la décision finale devait être prise;
- a demandé au CCNASWP de procéder à d'autres révisions pour remédier au manque d'instructions concernant les étapes de la détermination finale ainsi que l'évaluation au regard d'une spécification.

Comité sur les contaminants présents dans les aliments (CCCF) (16^e session)

Plans d'échantillonnage et dispositions de la Norme générale sur les contaminants et les toxines présents dans les produits de consommation humaine et animale (CXS 193-1995)

31. Le Comité:

- a confirmé le plan d'échantillonnage (voir appendice II, partie 1: Plans d'échantillonnage pour les aflatoxines totales dans les céréales et les aliments à base de céréales, y compris destinés aux nourrissons et enfants en bas âge);
- a demandé au CCCF d'évaluer les plans d'échantillonnage figurant dans la norme CXS 193, y compris celui qui vient d'être approuvé, afin de déterminer si les plans sont toujours conformes à la version révisée des *Directives générales sur l'échantillonnage* (CXG 50-2004).

Critères de performance – somme des composants

32. Le Comité a noté que le groupe de travail en présentiel avait approuvé l'approche fondée sur la somme des composants, mais que la note de bas de page avait été supprimée car elle donnait lieu à un ensemble de critères numériques multiples pour chaque limite maximale (LM). Au lieu de cela, un rapport d'isomères de 1:1:1:1 a été utilisé pour calculer un ensemble unique de critères numériques en utilisant l'approche fondée sur la somme des composants, dans la mesure où cela avait été proposé dans une option présentée dans la note de bas de page originale.

33. Le Comité a noté que le document d'information sur la somme des composants (et les orientations du Manuel de procédure) permettait d'aborder la question de la somme des composants au cas par cas et que le document d'information fournissait des exemples. La mise à jour du document d'information a été demandée afin de refléter ce nouvel exemple.

34. Le Comité:

- a confirmé les critères de performance numériques révisés proposés par le groupe de travail en présentiel (appendice II, partie 1);
- a demandé au secrétariat du Codex de diffuser une lettre circulaire sollicitant des informations sur des exemples de méthodes satisfaisant aux critères de performance numérique;

⁵ Voir REP21/MAS, paragraphe 13 pour de plus amples informations sur l'étude dirigée par la FIJU.

- est convenu d'informer le CCCF de la raison d'être des critères de performance numériques révisés et de recommander que le CCCF fournisse des critères de performance numériques pour les méthodes d'analyse des aflatoxines en utilisant l'approche fondée sur la somme des composants pour tous les produits concernés afin de remplacer les critères numériques existants dans la norme CXS 193;
- est convenu de mettre à jour le document d'information sur la somme des composants, en ajoutant le texte suivant à la fin du document:

«si les composants inclus dans la définition de la limite maximale (LM) ne sont pas présents dans des rapports constants et lorsque l'inclusion de facteurs de pondération des composants individuels donne des valeurs LD/LQ ou une plage minimale applicable qui ne peuvent pas être validées, LM/n doit être utilisé pour déterminer le critère de LD (par exemple $1/5 \cdot LM/n$) et de LQ (par exemple $2/5 \cdot LM/n$) ou de la plage minimale applicable ($LM/n \pm 2S_R$, par exemple), n étant le nombre de composants inclus dans la définition de la limite maximale (LM)».

Autres propositions

Méthode d'analyse pour la détermination du taux d'humidité du lait sec

35. Le Comité a rappelé qu'à sa 41^e session, aucun consensus n'avait pu être obtenu sur la méthode ISO 5537 | FIL 26 permettant de déterminer le taux d'humidité du lait en poudre (lait sec) et a décidé que cette question ferait l'objet d'un examen plus approfondi à sa 42^e session. Il a également indiqué qu'il serait utile de disposer de données de performance afin d'évaluer la nécessité de remplacer une méthode de Type I répertoriée dans la norme CXS 234⁶.
36. Le Comité a noté qu'une autre proposition avait été soumise par l'Uruguay, l'Argentine et le Brésil, accompagnée de données de performance, pour examen par le groupe de travail en présentiel (CX/MAS 23/42/3, appendice II, annexe 2). La proposition visait à ce que le Comité approuve la méthode décrite dans le document CX/MAS 23/42/3 (appendice II, annexe 2), en tant que méthode de Type I pour la détermination de la teneur en eau dans le mélange de lait écrémé et de graisse végétale en poudre, le mélange de lait écrémé et de graisse végétale en poudre à teneur réduite en matières grasses, les poudres de perméats de produits laitiers, les laits et les crèmes en poudre, ainsi que les poudres de lactosérum.
37. Le Comité a noté que le groupe de travail en présentiel n'était pas parvenu à un consensus sur cette question, mais qu'une proposition avait été présentée au sein du groupe de travail afin que la méthode soit considérée comme une méthode de Type IV. Notant que le Manuel de procédure n'excluait pas l'utilisation d'une méthode de Type IV lorsqu'il existait une méthode de Type I reconnue pour la même combinaison disposition/produit, une solution de ce Type ne devrait être envisagée qu'à titre exceptionnel et devrait être pleinement justifiée.
38. Le Comité a procédé à l'examen de cette proposition.
39. Les délégations favorables à la proposition ont exprimé les points de vue suivants, dont certains avaient déjà été exprimés lors de réunions précédentes du Comité:
 - la méthode ISO | FIL présentait des limites d'utilisation, notamment dans la mesure où le matériel et les ustensiles étaient peu disponibles et coûteux, et donc inaccessibles à de nombreux pays;
 - le Comité ne devrait pas seulement prendre en compte les données de performance, mais aussi examiner l'applicabilité, la disponibilité et le coût des méthodes, conformément aux critères de sélection des méthodes énoncés dans le Manuel de procédure;
 - l'inclusion de la méthode en tant que méthode de Type IV permettrait aux pays de l'utiliser au cas où la méthode ISO | FIL n'était pas disponible, conformément au principe du Codex visant à garantir l'inclusivité;
 - les données de performance produites dans le cadre d'études menées dans plusieurs laboratoires accrédités en Amérique du Sud ont montré que la méthode était adaptée à l'objectif visé et répondait aux critères de sélection pour la norme CXS 234;
 - la méthode pouvait être confirmée comme étant de Type IV, étant entendu qu'il s'agissait d'une situation très spécifique relative à l'accessibilité de la méthode ISO | FIL et qu'une note de bas de page pouvait être introduite pour expliquer ce point. Cette approche était comparable à celle adoptée dans le cadre de l'examen de l'ensemble de méthodes exploitables pour les matières grasses et les huiles (voir point 4 de l'ordre du jour).

⁶ REP21/MAS, par. 36-41.

40. Les délégations qui ne s'étaient pas prononcées en faveur de la proposition à ce stade ont exprimé les points de vue suivants:
- une méthode disponible, validée par une organisation de normalisation, à savoir la méthode ISO 5537 | FIL 26, existait déjà;
 - le matériel était largement disponible et déjà présent dans de nombreux pays du monde et il était possible d'obtenir des instructions pour le fabriquer si le coût s'avérait être un obstacle;
 - dans l'éventualité où la méthode proposée à l'appendice II, annexe 2 du document CX/MAS 23/42/3 Add.1 était confirmée, il faudrait davantage de temps pour examiner les données de performance afin de confirmer l'applicabilité de la méthode à toutes les matrices recensées. Le champ d'application de la méthode devait également être revu car certaines des matrices étaient riches en lactose et la méthode pourrait ne pas être applicable à ces matrices;
 - la méthode était similaire à la méthode FIL 26A:1993 qui avait été retirée par l'organisation de normalisation;
 - la méthode avait été révoquée à la demande du CCMMP car sa reproductibilité n'avait pas été jugée acceptable et elle avait été remplacée par des méthodes de Type I. Il serait possible, à titre exceptionnel, de la répertorier en tant que méthode de Type IV au cas où il s'avérait difficile de procéder à l'étalonnage du matériel;
 - la méthode devrait faire l'objet d'un examen lors de la prochaine session, afin d'étudier les conséquences/implications de son inclusion en tant que méthode de Type IV;
 - il était important de disposer d'une bonne reproductibilité pour la détermination de la teneur en eau, étant donné que celle-ci influait sur d'autres paramètres tels que la détermination des protéines.
41. L'observateur de la Fédération internationale du lait (FIL) a rappelé les déclarations faites lors de la 41^e session du Comité concernant l'historique de la méthode, la disponibilité immédiate du matériel sur le marché et son coût réduit, en ajoutant qu'il ne devrait pas y avoir d'obstacle à l'utilisation de la méthode ISO | FIL.
42. Notant qu'aucune règle stricte ne s'opposait à la confirmation d'une méthode de Type IV lorsqu'il existait une méthode de Type I, que les données de performance avaient été soumises pour examen et qu'elles indiquaient que la méthode était adaptée à l'objectif visé, le Comité est convenu de confirmer la méthode en tant que méthode de Type IV pour les matrices énumérées à l'appendice II, partie 1.6, avec une note de bas de page expliquant que la méthode décrite dans la norme CXS 234 était répertoriée comme étant de Type IV «en raison de l'accessibilité du matériel et de l'étalonnage de la méthode ISO 5537 | FIL 26».
43. Le Comité est convenu d'examiner, à sa prochaine session, la méthode utilisée pour les perméats de produits laitiers et les poudres de lactosérum, et a demandé aux pays de soumettre des données supplémentaires à l'appui de cet examen. Le champ d'application de la méthode a également été modifié en conséquence.
44. Le Comité est convenu que le secrétariat du Codex diffuserait une lettre circulaire sollicitant des informations/données supplémentaires sur l'applicabilité de la méthode aux perméats de produits laitiers et aux poudres de lactosérum, pour examen par le groupe de travail en présentiel chargé de la confirmation des méthodes et par le Comité, à sa prochaine session.

Propositions émanant d'organisations ayant le statut d'observateur

Détermination de la teneur en lactose et en matières grasses dans la norme CXS 234 et mise à jour de la méthode ISO | FIL pour certains laits et produits laitiers

45. Le Comité a confirmé:
- la méthode ISO 22662 | FIL 198 en tant que méthode de Type II pour la détermination de la teneur en lactose des poudres de perméats de produits laitiers (appendice II, partie 1);
 - les modifications telles que proposées à l'annexe XI du document de séance CRD02 pour le lait et les produits laitiers.

Dispositions relatives aux fibres alimentaires dans la norme CXS 234

46. Le Comité a noté que la proposition était retirée et qu'une proposition serait soumise au CCFSDU pour examen et renvoi éventuel au Comité.

AUTRES QUESTIONS

47. Le Comité a noté qu'un certain nombre de questions générales avaient été soulevées lors des débats menés au sein du groupe de travail électronique sur les ensembles de méthodes exploitables (point 4), et au sein du groupe de travail en présentiel, et que le Comité devait réfléchir à la manière d'aborder ces questions.
48. Le Comité a pris les décisions suivantes concernant les questions d'ordre général:
Débat et décision sur les libellés et le format utilisés pour les principes recensés dans la norme CXS 234
49. Il a été noté que le même principe était souvent décrit de différentes manières et qu'il était difficile de déterminer quelles informations devaient y figurer.
50. Le Comité est convenu que le Brésil préparerait un document de travail traitant de l'harmonisation des libellés et du format des principes recensés dans la norme CXS 234 (version actualisée de l'annexe 3 de la norme CX/MAS 17/38/6) et de la manière dont il conviendrait d'harmoniser les libellés des dispositions (teneur en eau ou taux d'humidité, par exemple).
51. Un observateur a noté que lors de l'examen des libellés des principes figurant dans la norme CXS 234, il conviendrait de tenir compte de l'espace disponible dans la base de données. Il a rappelé que les libellés des dispositions devaient être harmonisés avec ceux figurant dans les normes sur les produits.
Inclusion des facteurs de conversion de l'azote dans la norme CXS 234
52. Le Comité a rappelé une décision antérieure selon laquelle le Comité ne devait pas fixer de facteurs de conversion, ce qui relevait de la responsabilité des comités s'occupant de produits, mais a noté qu'une approche cohérente était nécessaire afin que ces facteurs de conversion soient inclus, soit dans la norme CXS 234, soit uniquement dans les normes sur les produits.
53. Le Comité est convenu que le Chili et le Brésil prépareraient un document de travail examinant la meilleure approche à adopter pour inclure les facteurs de conversion de l'azote.
Équivalence des méthodes de Type I
54. Le Comité a noté la possibilité d'envisager, à sa prochaine session, l'élaboration d'un document de travail abordant cette question.
Référencement de méthodes de Type IV dans la norme CXS 234 lorsqu'une méthode de Type I est répertoriée pour le même produit et la même disposition
55. Le Comité a rappelé que lors de cette session, une approche avait été adoptée pour disposer à la fois d'une méthode de Type I et d'une méthode de Type IV, à condition que cela soit justifié par une raison valable et convaincante. Le recours à une telle approche exigerait de modifier le document d'information intitulé: *Indications détaillées sur le processus de soumission, d'examen et d'approbation des méthodes à inclure dans la norme CXS 234*, pour décrire cette situation.
56. Le Comité est convenu de créer un groupe de travail électronique présidé par l'Uruguay et coprésidé par le Brésil, travaillant en anglais, chargé d'élaborer un document de travail visant à:
- recenser dans la norme CXS 234 tous les produits et toutes les dispositions pour lesquels des méthodes de Type I et de Type IV sont répertoriées;
 - évaluer les raisons pour lesquelles des méthodes de Type I et de Type IV ont été recensées;
 - examiner les critères et les approches permettant de déterminer si des méthodes de Type I et de Type IV peuvent coexister;
 - formuler, le cas échéant, des recommandations concernant les modifications à apporter au document d'information et à la norme CXS 234.

Conclusion

57. Le Comité est convenu:
- i. de soumettre les méthodes d'analyse et les plans d'échantillonnage à la Commission, à sa 46^e session, pour adoption/révocation (appendice II, parties 1 et 2);
 - ii. de demander à la Commission, à sa 46^e session, de révoquer les *Méthodes d'analyse générales pour les contaminants* (CXS 228-2001);
 - iii. d'informer les comités concernés des décisions prises lors de la session (par. 11, 12, 13, 15-17) et de transmettre les demandes pertinentes au CCSC (par. 23 et 25), au CCAFRICA (par. 26), au CCNASWP (par. 30), au CCCF (par. 31-34) et au CCASIA (par. 27-28);

- iv. de mettre à jour le document d'information sur la somme des composants en ajoutant le nouvel exemple (par. 34) et d'informer le CCCF de cette décision.
- v. de demander au secrétariat du Codex de publier des lettres circulaires telles que mentionnées aux paragraphes 11, 12, 34 et 44;
- vi. de demander au Brésil et/ou au Chili de préparer des documents de travail tels que mentionnés aux paragraphes 50 et 53, afin que le Comité les examine à sa prochaine session;
- vii. de constituer les groupes de travail électroniques suivants chargés de formuler des recommandations/d'élaborer des documents de travail, afin que le Comité les examine à sa prochaine session:
 - a. un groupe de travail électronique présidé par les États-Unis d'Amérique, travaillant en anglais (voir par. 13);
 - b. un groupe de travail électronique présidé par les États-Unis d'Amérique et coprésidé par le Royaume-Uni, travaillant en anglais (voir par. 16);
 - c. un groupe de travail électronique présidé par l'Uruguay et coprésidé par le Brésil (voir par. 56);
- viii. de reconstituer, sous réserve de confirmation, le groupe de travail en présentiel chargé de la confirmation des méthodes, présidé par les États-Unis d'Amérique, les Pays-Bas, la Hongrie et l'Australie et travaillant en anglais, afin que celui-ci se réunisse immédiatement avant la prochaine session pour examiner toutes les méthodes d'analyse et d'échantillonnage soumises pour confirmation par les comités du Codex, y compris les propositions relatives aux ensembles de méthodes exploitables pour les céréales, les légumes secs et les légumineuses, les fruits et légumes traités, le poisson et les produits de la pêche, et les jus de fruits (voir point 4 de l'ordre du jour); les méthodes transmises par la présente session; et toutes les autres questions découlant des autres comités du Codex, ou soumises par les membres ou les observateurs.

EXAMEN DES MÉTHODES D'ANALYSE DE LA NORME CXS 234 (point 4 de l'ordre du jour)

58. Le Comité a rappelé que les recommandations des groupes de travail électroniques sur les trois ensembles de méthodes exploitables (graisses et huiles; céréales, légumes secs et légumineuses; fruits et légumes traités) avaient été examinées par le groupe de travail en présentiel chargé de la confirmation des méthodes. Le Comité a examiné les recommandations présentées dans le document de séance CRD02.

ENSEMBLE EXPLOITABLES POUR LES GRAISSES ET LES HUILES (point 4.1 de l'ordre du jour)⁷

59. Le Comité:
- a confirmé les méthodes telles que proposées (appendice X, document de séance CRD02), y compris la note de bas de page relative à l'AACS Cc 12-59 et son inscription sur la liste en tant que méthode de Type IV, même lorsqu'une méthode de Type I existe pour le même produit et la même disposition;
 - a noté que des travaux de révision avaient été entrepris par le groupe de travail électronique sur les méthodes relatives aux dispositions de la *Norme pour les huiles d'olive et les huiles de grignons d'olive* (CXS 33-1981) (CRD08), mais que l'examen de ces méthodes avait été suspendu dans l'attente de la révision en cours de la norme au sein du CCFO, conformément à la décision prise par le Comité, à sa 41^e session;
 - a noté que, suite à ces conclusions, l'examen des méthodes pour l'ensemble exploitable pour les graisses et les huiles avait été achevé et a remercié les Pays-Bas, la Présidente et les membres du groupe de travail électronique pour leurs efforts.

Conclusion

60. Le Comité est convenu de soumettre les méthodes d'analyse à la Commission, à sa 46^e session, pour adoption/révocation (appendice II, parties 1 et 2).

⁷ CL 2022/60/OCS-MAS; CX/MAS 23/42/4 (observations du Brésil, du Canada, du Chili, de la Colombie, de la Commission internationale pour l'unification des méthodes d'analyse du sucre [ICUMSA], de l'Égypte, de l'Iraq, du Kenya, de la Norvège, du Pérou, des Philippines, de la Société américaine des chimistes de l'huile [AOCS], de la Thaïlande et de l'Union européenne).

ENSEMBLE EXPLOITABLES POUR LES CÉRÉALES, LES LÉGUMES SECS ET LES LÉGUMINEUSES (point 4.2 de l'ordre du jour)⁸

61. Le Comité a noté que le groupe de travail électronique sur les céréales, les légumes secs et les légumineuses:
- avait achevé l'examen de certaines méthodes d'analyse qui avaient été recommandées en vue de leur approbation par le groupe de travail en présentiel (appendice XI, groupe 1 – CRD02);
 - avait identifié les méthodes nécessitant des mesures de suivi supplémentaires (appendice XI, groupe 2 – CRD02). La nécessité de disposer de méthodes appropriées, validées au niveau international, pour remplacer les méthodes de la CAC/RM, a été soulignée;
 - était convenu de ne pas prendre de mesures concernant les nouvelles méthodes proposées par les organisations de normalisation pour mettre à jour et/ou remplacer les méthodes figurant actuellement dans la norme CXS 234 (appendice XI, groupe 3 – CRD02) dans la mesure où l'examen des propositions de nouvelles méthodes ne relevait pas de la compétence du groupe de travail électronique.
62. Le Comité a également pris note de ce qui suit:
- les méthodes proposées pour les aflatoxines dans les arachides (crues/destinées à une transformation ultérieure) devraient être révoquées car il existait déjà des critères de performance numériques pour les méthodes adoptées et publiées dans la *Norme générale sur les contaminants et les toxines présents dans les produits de consommation humaine et animale* (CXS 193-1995). Il a toutefois été convenu que le CCCF devait procéder à une mise à jour de ces critères de performance et que cette question pourrait être examinée par le groupe de travail en présentiel chargé de la confirmation des méthodes;
 - a confirmé que le groupe de travail électronique devait poursuivre l'examen des méthodes pour le quinoa (une pseudo-céréale) en tenant compte des données de validation qui seront soumises pour examen.

Conclusion

63. Le Comité est convenu:
- de soumettre les méthodes d'analyse à la Commission, à sa 46^e session, pour adoption/révocation (appendice II, parties 1 et 2);
 - de convoquer à nouveau le groupe de travail électronique, présidé par le Canada et travaillant en anglais, afin que celui-ci poursuive l'examen des méthodes recensées à la partie 3 de l'appendice II;
 - est convenu que les nouvelles méthodes devaient être soumises conformément aux *Indications détaillées sur le processus de soumission, d'examen et d'approbation des méthodes à inclure dans la norme CXS 234*, en vue de leur examen par le groupe de travail en présentiel chargé de la confirmation des méthodes. Les propositions de nouvelles méthodes devraient être soumises en réponse à la lettre circulaire qui sera diffusée par le secrétariat du Codex.

ENSEMBLE EXPLOITABLES POUR LES FRUITS ET LÉGUMES TRAITÉS (point 4.3 de l'ordre du jour)⁹

64. Le Comité a pris note de ce qui suit:
- les méthodes d'analyse pour l'acide benzoïque, les sorbates, le calcium et l'étain dans les fruits et légumes traités seront maintenues dans la norme CXS 234 et des critères de performance numériques seront élaborés par les États-Unis d'Amérique en vue de leur examen par le groupe de travail en présentiel chargé de la confirmation des méthodes et par le Comité, à sa 43^e session;
 - le groupe de travail électronique a achevé ses travaux et a remercié les États-Unis d'Amérique, la Présidente et les membres pour leur travail;
 - la méthode utilisée pour le plomb dans certains fruits et légumes traités devrait être supprimée du tableau dans lequel figurent les méthodes qui doivent être examinées par le Comité

⁸ CL 2023/13-MAS; CX/MAS 23/42/5; CX/MAS 23/42/5-Add.1(REV) (observations de AACC International, de l'Australie, du Brésil, de l'Égypte, de l'Iraq, de la Jamaïque, du Paraguay, des Philippines, de Singapour et de l'Union européenne).

⁹ CL 2023/48-MAS; CX/MAS 23/42/6; CX/MAS 23/42/6-Add.1 (observations de l'Australie, du Brésil, de la Colombie, du Conseil mondial de la tomate transformée, de l'Égypte, de l'Iraq, du Paraguay et de l'Union européenne).

(appendice XI, CRD02) compte tenu du fait que des critères de performance numériques ont été approuvés par le Comité (voir par. 11) pour remplacer les méthodes d'analyse.

Conclusion

65. Le Comité est convenu de soumettre les méthodes d'analyse à la Commission, à sa 46^e session, pour adoption et révocation (appendice II, parties 1 et 2).

AUTRES QUESTIONS

66. Dans la perspective de l'achèvement de l'examen des ensembles de méthodes exploitables pour les graisses et les huiles et pour les fruits et légumes traités, le Comité est convenu:
- i. de commencer à examiner les méthodes utilisées pour les ensembles de méthodes exploitables pour le poisson et les produits de la pêche, et pour les jus de fruits;
 - ii. d'établir deux groupes de travail électroniques,
 - a. l'un présidé par la Norvège et travaillant en anglais, chargé d'examiner l'ensemble de méthodes exploitables pour le poisson et les produits de la pêche;
 - b. l'autre présidé par l'Allemagne et travaillant en anglais, chargé d'examiner l'ensemble de méthodes exploitables pour les jus de fruits.
67. Le Comité a rappelé que l'examen des méthodes figurant dans la norme CXS 234 consistait à supprimer les incohérences, à apporter des modifications d'ordre rédactionnel, à vérifier si les méthodes étaient toujours adaptées à l'objectif visé et à revoir le typage. Afin de faciliter le travail, les nouvelles méthodes ne devraient pas être examinées par le groupe de travail électronique, à moins qu'elles ne soient directement liées à la recherche de méthodes de remplacement pour celles qui ne sont plus adaptées à leur objectif.
68. Le Comité a rappelé aux membres et aux observateurs:
- qu'ils pouvaient présenter aux comités de produits actifs de nouvelles méthodes à inclure dans les dispositions des normes, afin que ceux-ci les examinent et les soumettent au Comité dans le cadre du processus de confirmation;
 - que dans l'hypothèse où le comité était ajourné *sine die*, les nouvelles méthodes pouvaient être soumises directement au Comité pour examen par le groupe de travail en présentiel chargé de la confirmation des méthodes.

DOCUMENT D'INFORMATION: *DIRECTIVES SUR L'INCERTITUDE DE MESURE* (point 5 de l'ordre du jour)¹⁰

69. L'Allemagne, qui assure la présidence du groupe de travail électronique, a présenté ce point et a rappelé que le Comité avait décidé, à 39^e session (2018), d'entamer de nouveaux travaux sur la révision des *Directives sur l'incertitude de mesure* (CXG 54-2004). Dans le cadre du processus de révision, le Comité, à sa 40^e session (2019), avait décidé de limiter le contenu des Directives aux aspects essentiels de l'incertitude de mesure et de fournir, dans un document d'information, des informations et des explications supplémentaires destinées à en faciliter la compréhension et la mise en œuvre. Le premier projet a été présenté au Comité, à sa 41^e session (2021), et a ensuite été révisé par l'Allemagne sur la base des observations formulées lors de la session, afin de préparer une nouvelle version, telle qu'elle figure à l'appendice I du document CX/MAS 23/42/7. Les principales modifications apportées étaient les suivantes:
- Quelques modifications d'ordre rédactionnel ont été apportées à l'ensemble du document. Une analyse de la méthode Monte Carlo (comprenant un exemple) a été ajoutée à la section 2.
 - Une nouvelle note traitant du cas dans lequel la précision dépendait de la concentration a été ajoutée à la fin de la section 3.
 - Un paragraphe concernant la nécessité de réaliser une étude de vérification a été ajouté à la fin de la section 5.
 - Une nouvelle note relative au sous-échantillonnage a été ajoutée à la fin de la section 7.

¹⁰ CL 2023/14-MAS; CX/MAS 23/42/7; CX/MAS 23/42/7-Add.1 (observations de l'Australie, du Brésil, du Canada, du Chili, de la Commission internationale pour l'unification des méthodes d'analyse du sucre [ICUMSA], de l'Égypte, de l'Iraq, du Japon, de Maurice, de la Nouvelle-Zélande, du Paraguay, des Philippines, de Singapour et de l'Union européenne).

- Le paragraphe concernant les intervalles de confiance pour les estimations de l'écart type a été remanié afin d'apporter des précisions sur la syntaxe d'Excel et les expressions mathématiques sous-jacentes.
 - Un paragraphe succinct résumant les différents types de procédures décrites dans la version révisée de la norme ISO 5725-3 et dans la nouvelle norme ISO TS 23471 a été ajouté au début de la section 9.
 - Les références ont été mises à jour.
70. La délégation a également expliqué que, suite à la demande d'observations adressée dans la lettre circulaire CL 2023/14-MAS, le document, tel qu'il figure dans le document de séance CRD04, avait été révisé une nouvelle fois, sur la base des observations soumises en réponse à cette lettre circulaire. Les principales modifications apportées étaient les suivantes:
- De nouvelles modifications d'ordre rédactionnel, notamment l'ajout de titres aux sections afin de permettre une articulation plus claire («Approche ascendante: approximation linéaire», «Approche ascendante: méthode de Monte Carlo» à la section 2, par exemple).
 - Les références (dates de publication des normes ISO, par exemple) ont été corrigées.
 - Une note concernant les biais et les matériels de référence certifiés a été ajoutée à la section 3.
 - Une note relative à la norme ISO 19036 a été ajoutée à la section 7.
 - Une nouvelle sous-section consacrée aux facteurs d'incertitude liés au sous-échantillonnage et à l'hétérogénéité a été ajoutée à la section 9.4. La section portant sur la variabilité fondamentale est désormais une sous-section de la section 9.4.
 - Une nouvelle section a été ajoutée sur les procédures permettant d'identifier les facteurs d'incertitude manquants dans les estimations de l'incertitude de mesure dérivées de données fiables issues d'études collaboratives (section 9.5).
71. La Secrétaire du Codex a précisé que les documents d'information n'étaient pas soumis à la procédure par étapes, contrairement aux normes ou directives du Codex, et qu'en tant que tels, ils n'étaient pas adoptés par la Commission du Codex Alimentarius, mais qu'ils demeuraient disponibles pour un usage interne par le Comité ou pour consultation publique sur la page web du Codex, avec l'accord du Comité. Elle a indiqué également que les documents d'information pouvaient être considérés comme des documents évolutifs susceptibles d'être révisés, si nécessaire. Par conséquent, d'autres mises à jour de ce document pourraient être effectuées à l'avenir, en cas de besoin.
72. Le CCMAS a noté l'appui général en faveur du document d'information tel qu'il a été révisé dans le document de séance CRD04.
73. En réponse à la demande visant à inclure une phrase concernant la méthode de Monte Carlo comme alternative appropriée pour vérifier une estimation déjà existante de l'incertitude de mesure dans certaines circonstances, il a été noté que cette méthode pouvait convenir à condition que toutes les différentes composantes de l'incertitude de mesure soient correctement prises en compte dans l'équation/le modèle. Après ces explications, il a été convenu d'inclure deux phrases supplémentaires pour indiquer que i) la méthode de Monte Carlo pouvait être utilisée pour vérifier des estimations de l'incertitude de mesure obtenues précédemment par approximation linéaire, mais que ii) si l'on ne pouvait pas garantir que toutes les sources d'incertitude pertinentes avaient été prises en compte dans l'équation/le modèle, il était alors suggéré de recourir à l'approche descendante.

Conclusion

74. Le Comité est convenu:
- i. des révisions apportées au document d'information tel qu'elles figurent dans le document de séance CRD04, avec l'inclusion des trois phrases mentionnées au paragraphe 73 ci-dessus;
 - ii. de la publication du document d'information sur la page web du Comité¹¹ (appendice III).

RÉVISION DES DIRECTIVES GÉNÉRALES SUR L'ÉCHANTILLONNAGE (CXG 50-2004) (point 6 de l'ordre du jour)¹²

75. La Nouvelle-Zélande, qui assure la présidence du groupe de travail électronique et s'exprime

¹¹ <https://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/committees/committee/related-information-documents/en/?committee=CCMAS>.

¹² CL 2023/15-MAS; CX/MAS 23/42/8; CX/MAS 23/42/8-Add.1 (observations de l'Australie, du Brésil, de l'Équateur, de l'Égypte, de l'Iraq, du Japon, de Maurice, des Philippines, de l'Ouganda et de l'Union européenne).

également au nom de l'Allemagne, coprésidente, a présenté ce point et résumé les travaux effectués dans le cadre de la révision des Directives. La Présidente du groupe de travail électronique/groupe de travail en présentiel a expliqué que les Directives révisées reflétaient les approches scientifiques et statistiques utilisées à l'heure actuelle pour l'élaboration et l'évaluation des plans d'échantillonnage.

76. La Présidente du groupe de travail électronique a rappelé que les Directives adoptées en 2004 étaient jugées volumineuses et difficiles à comprendre et à mettre en œuvre, et donc peu utiles. En outre, les plans d'échantillonnage figurant dans les normes de produits ne reflétaient pas les directives CXG 50. Dans ce contexte, le Comité, à sa 39^e session (2018), a décidé de réviser les Directives afin de fournir des indications simples pour l'élaboration de plans d'échantillonnage pour les dispositions des normes du Codex. Elle a expliqué que la révision comprenait, entre autres, des plans d'échantillonnage pour l'inspection de lots homogènes isolés dans lesquels les risques pour les consommateurs et les producteurs étaient maîtrisés, des plans d'échantillonnage pour le contrôle du pourcentage de non-conformité de lots homogènes, par attributs ou par variables, pour des produits en vrac ou des articles individuels, des indications sur les aspects liés à la conception de plans pour les produits en vrac et d'autres aspects tels que l'échantillonnage physique, la réinspection et les lots non homogènes. Les appendices des Directives révisées contiennent un guide étape par étape permettant de sélectionner des plans d'échantillonnage et une explication des plans d'échantillonnage de l'ISO. Elle a informé le Comité que les Directives ont fait l'objet de plusieurs révisions depuis l'approbation des nouveaux travaux par la Commission, à sa 41^e session (2018), lors de sessions du CCMAS, des réunions du groupe de travail électronique et de séminaires en ligne, et ont été adoptées à l'étape 5 par la Commission, à sa 45^e session (2021). Les présidents des groupes de travail électroniques, la Nouvelle-Zélande et l'Allemagne, ont révisé les Directives sur la base des observations reçues en réponse à la lettre circulaire CL 2023/15-MAS, telles qu'elles figurent dans le document de séance CRD03. Elle a remercié l'Allemagne, les membres du Codex et les organisations de normalisation pour l'intérêt qu'ils ont manifesté et l'aide qu'ils ont apportée à la révision des Directives.
77. La Présidente du groupe de travail électronique a également rappelé qu'en outre la révision des Directives, un document d'information complémentaire, à savoir un livre électronique et des applications relatives aux plans d'échantillonnage, seraient élaborés lors de la prochaine phase des travaux afin de faciliter la compréhension et la mise en œuvre des Directives révisées. Elle a expliqué que le document d'information serait achevé au cours de la période 2023-2024 et présenté au Comité, à sa 43^e session, en vue de sa mise au point définitive. Le document d'information contiendrait des exemples plus détaillés sur l'incertitude de mesure ainsi que des exemples pratiques de plans d'échantillonnage, entre autres.
78. Afin de mettre la dernière main aux Directives, le Comité a décidé de créer un groupe de travail de session présidé par la Nouvelle-Zélande, avec l'aide de l'Allemagne, pour traiter certaines questions restées en suspens qui ont été recensées dans les observations soumises en réponse à la lettre circulaire CL 2023/15-MAS.
79. Suite aux discussions menées au sein du groupe de travail réuni en session, le Comité est convenu d'examiner les Directives telles que révisées dans le document de séance CRD25. Le Comité a pris note de quatre principaux aspects des révisions et d'autres modifications, tels que résumés dans le document CRD25. Par ailleurs, le Comité a pris les décisions suivantes:
80. Le Comité:
- a procédé à l'harmonisation des termes utilisés dans les plans d'échantillonnage pour les produits en vrac avec ceux des plans d'échantillonnage définis dans la *Norme générale sur les contaminants et les toxines présents dans les produits de consommation humaine et animale* (CXS 193-1995). Dans ce contexte, certains termes ont été modifiés afin de leur donner un sens plus général et plus complet, conformément au champ d'application des Directives révisées, par exemple en supprimant les détails relatifs à la taille de l'échantillon qui varie en fonction du produit échantillonné, ainsi que la référence au broyeur spécifique qui était spécifique aux mycotoxines et incluait l'expression «dispositif approprié» en tant que mode de préparation de l'échantillon dans les définitions de la prise d'essai et de l'échantillon de laboratoire, etc.;
 - a ajouté une phrase à l'appendice I afin de préciser que les exemples étaient fournis pour faciliter la conception des plans d'échantillonnage et qu'ils ne sauraient constituer des recommandations définitives;
 - a corrigé certaines incohérences dans les tableaux de l'appendice II des Directives révisées;
 - a noté que toutes les références seraient supprimées des Directives révisées, conformément à l'approche adoptée pour les textes finaux du Codex.

Conclusion

81. Le Comité est convenu:
- i. de transmettre la version révisée des *Directives générales sur l'échantillonnage* (CXG 50-2004) à la Commission, à sa 46^e session, pour adoption à l'étape 8 (appendice IV);
 - ii. de reconstituer le groupe de travail électronique, présidé par la Nouvelle-Zélande et coprésidé par l'Allemagne, travaillant en anglais, afin que celui-ci poursuive les travaux sur le document d'information, à savoir le livre électronique et les applications relatives aux plans d'échantillonnage, afin que le Comité l'examine à sa 43^e session;
 - iii. d'informer les comités du Codex concernés de la révision des *Directives générales sur l'échantillonnage* (CXG 50-2004) et de demander à ces comités de revoir leurs plans d'échantillonnage à la lumière des Directives révisées; ainsi que de rappeler aux comités que les plans d'échantillonnage devraient être élaborés en fonction des besoins, conformément aux *Directives générales sur l'échantillonnage* et non en se référant à la directive CXG 50.

DOCUMENT DE TRAVAIL SUR LES CRITÈRES DE SÉLECTION DES MÉTHODES DE TYPE II À PARTIR DE PLUSIEURS MÉTHODES DE TYPE III (point 7 de l'ordre du jour)¹³

82. L'observateur de l'AOAC, s'exprimant au nom de la Suisse, a rappelé que le Comité avait décidé que des règles devraient être élaborées pour la sélection de méthodes de Type II à partir de plusieurs méthodes de Type III dans la norme CXS 234. Il a expliqué le processus d'élaboration du document et a rappelé qu'à sa 41^e session, le Comité avait décidé de diffuser les règles proposées pour la sélection des méthodes de Type II parmi plusieurs méthodes de Type III, pour observations et révision ultérieure par la Suisse, et examen par le Comité, à sa 42^e session. Le document actuel a été révisé en tenant compte des observations reçues en réponse à la lettre circulaire CL 2022/23-MAS.
83. Il a également expliqué que les règles proposées avaient été testées pour des combinaisons spécifiques de produits et de dispositions avec plusieurs méthodes de Type III de la norme CXS 234, ainsi que par le groupe de travail électronique chargé de l'examen de l'ensemble de méthodes exploitables pour les graisses et les huiles. Il a également indiqué que lors de la réunion du groupe de travail en présentiel chargé de la confirmation des méthodes, qui s'est tenue avant la session, il avait été convenu que le Japon et l'AOAC prépareraient des critères supplémentaires afin de s'assurer que les méthodes sélectionnées étaient celles qui pouvaient être utilisées dans la plupart des laboratoires et qu'elles ne faisaient pas intervenir des réactifs dangereux dans la section relative aux *Conditions préalables à l'inclusion de méthodes chimiques ou physiques de Type III dans les normes du Codex*.
84. Il a proposé que le Comité examine la proposition comme suit:
- «La méthode pouvant être mise en œuvre dans la plupart des laboratoires est privilégiée (utilisation d'un instrument plus conventionnel, etc.) ainsi que les méthodes ne nécessitant pas de réactifs dangereux (métaux lourds ou chlorure organique, par exemple).»*

Débat

85. Des avis divergents ont été exprimés quant au critère supplémentaire selon lequel la méthode la plus facile à mettre en œuvre dans la plupart des laboratoires serait privilégiée. La proposition a été soutenue, mais certains se sont interrogés sur son manque de précision, sur la manière de déterminer quelles méthodes étaient les plus faciles à mettre en œuvre et sur l'identité de la personne qui prendrait cette décision.
86. Le Comité a longuement débattu des propositions visant à remplacer le terme «faisabilité» par les termes «facilité de mise en œuvre et applicabilité», également utilisés dans le Manuel de procédure. Des questions subsistaient toutefois quant à la nécessité de réitérer des critères déjà couverts dans les *Critères généraux régissant le choix des méthodes d'analyse* énoncés dans le Manuel de procédure. Il a également été rappelé au Comité que le document avait pour objet de fournir des indications relatives au choix d'une méthode de Type II à partir de plusieurs méthodes de Type III. Les nombreuses méthodes de Type III ont vraisemblablement été sélectionnées conformément aux *Critères généraux régissant le choix des méthodes d'analyse* énoncés dans le Manuel de procédure et ont donc été jugées adaptées à l'objectif visé, ont déjà été adoptées par la Commission et ont été incluses dans la norme CXS 234; des critères supplémentaires ne seraient donc pas nécessaires.
87. Notant que la finalité du document était de fournir des indications relatives au choix d'une méthode de Type II parmi plusieurs méthodes de Type III dans la norme CXS 234, le Comité est convenu que la section en question serait supprimée puisque ces informations figuraient déjà dans les *Critères généraux régissant le choix des méthodes d'analyse* énoncés dans le Manuel de procédure.

¹³ CX/MAS 23/42/9.

88. Par conséquent, le tableau 1 a également été modifié de manière à être axé uniquement sur les méthodes de Type II et la note de bas de page 1 introduisant une certaine souplesse dans l'application des critères de sélection a été jointe à la section intitulée «Considérations relatives au choix d'une méthode de Type II parmi plusieurs méthodes de Type III».
89. Le Comité a également pris les décisions suivantes compte tenu des échanges susmentionnés:
- modifier le titre du document comme suit: «Indications relatives au choix d'une méthode de Type II parmi plusieurs méthodes de Type III», car celui-ci donnait des indications qui pouvaient être utilisées pour choisir des méthodes de Type II plutôt qu'un ensemble de règles définies régissant cette sélection; et utiliser cette expression, le cas échéant, dans l'ensemble du document;
 - modifier le titre de la section: «Règles de décision relatives au choix d'une méthode de Type II parmi plusieurs méthodes de Type III», comme suit: «Considérations relatives au choix d'une méthode de Type II parmi plusieurs méthodes de Type III», compte tenu du fait que les points soulevés dans cette section relèvent davantage de considérations plutôt que de règles définies;
 - le Comité a également noté que ces considérations n'étaient pas classées par ordre de priorité.
90. Le Comité a pris note d'une proposition visant à remplacer les deux critères relatifs à la sélectivité et aux meilleures données de précision (si la différence de précision est pertinente par rapport à la question posée) par un critère faisant référence à la praticabilité et à l'applicabilité de la méthode dans des conditions normales de laboratoire. Il a également été noté que le terme «pertinent» était subjectif et devrait être remplacé par le terme «significatif», que le terme «exactitude» était plus approprié que le terme «précision» et que le terme «récupération» devrait également être ajouté en tant que critère de sélection d'une méthode de Type II parmi des méthodes de Type III.
91. Les membres qui n'étaient pas d'accord avec ces propositions ont fait état des éléments suivants:
- les paramètres de performance mesurables ne peuvent pas être remplacés par la praticabilité et l'applicabilité de la méthode, même s'il importe de tenir compte de ces critères pour sélectionner une méthode de Type II parmi des méthodes de Type III, et ce en raison des capacités différentes dont disposent les pays et les régions;
 - il ne serait pas approprié de prendre en considération la «praticabilité et l'applicabilité» au stade de la sélection d'une méthode de Type II car ces éléments sont déjà pris en compte lorsqu'une méthode est classée en tant que méthode de Type III;
 - la récupération est déjà prise en considération dans la sélection des méthodes de Type III et, en cas de litige, lorsqu'une méthode de Type II est sélectionnée parmi des méthodes de Type III, la précision revêt plus d'importance que l'exactitude puisque c'est la précision des méthodes qui est déterminante afin d'obtenir des résultats cohérents;
 - la précision a déjà été prise en compte en tant que critère d'utilisation pour un matériel de référence certifié.
92. Un observateur a noté qu'il serait plus raisonnable d'utiliser le terme «pertinent» plutôt que celui de «significatif» car il était difficile de définir une différence significative qui comprenne des données statistiques et des considérations relatives à l'équivalence, ce qui supposait un travail important que le Comité n'était peut-être pas en mesure d'effectuer.
93. Un membre a noté également que la plupart des paramètres mentionnés, s'agissant de la sélection des méthodes, étaient déjà pris en compte dans le Manuel de procédure, mais que la discussion ne portait pas sur le choix d'une méthode de référence applicable mais sur celui d'une méthode de référence de Type II parmi plusieurs méthodes de Type III afin de résoudre un différend d'ordre commercial. Il était donc important de disposer de la meilleure précision possible pour établir cette distinction et déterminer les différentes matrices, la sélectivité et le matériel de référence utilisé pour confirmer l'exactitude de la méthode.
94. Compte tenu de ce qui précède, le Comité est convenu de conserver les critères relatifs à la sélectivité et à la précision et de retenir le terme «pertinent», jugé plus pratique, ainsi que d'ajouter un autre paramètre, en l'occurrence la praticabilité et l'applicabilité de la méthode dans des conditions normales de laboratoire.

Conclusion

95. Le Comité a approuvé les «Indications relatives au choix d'une méthode de Type II parmi plusieurs méthodes de Type III» tel que modifiées (appendice V) en vue de leur inclusion dans le document d'information du Comité intitulé: *Indications détaillées sur le processus de soumission, d'examen et d'approbation des méthodes à inclure dans la norme CXS 234.*

RAPPORT DE LA RÉUNION INTERINSTITUTIONS SUR LES MÉTHODES D'ANALYSE (point 8 de l'ordre du jour)

96. L'observateur de la Convention pharmaceutique des États-Unis, en qualité de Président de la réunion interinstitutions, a présenté le rapport de la réunion et souligné les diverses questions examinées à cette occasion en rapport avec les travaux du Comité ainsi que d'autres questions connexes, à savoir l'état d'avancement de l'examen des méthodes de la norme CXS 234, d'autres questions intéressant le Comité, notamment la sélection d'une méthode de Type II parmi plusieurs méthodes de Type III, ainsi que des mises à jour concernant les manifestations et les travaux en cours menés par les organisations de normalisation, tel qu'il est décrit dans le document de séance CRD24.
97. Le Comité a noté que plusieurs des questions soulevées dans le document CRD24 avaient été examinées dans le cadre des points correspondants de l'ordre du jour.

Conclusion

98. Le Comité remercie les membres de la réunion interinstitutions pour leur contribution précieuse aux travaux du Comité.

AUTRES QUESTIONS ET TRAVAUX FUTURS (point 9 de l'ordre du jour)

99. Le Comité a noté qu'aucune autre question n'était à l'ordre du jour.
100. La Secrétaire du Codex a noté qu'il pourrait être utile pour le Comité d'entamer des débats sur l'avenir du Comité et d'étudier de nouveaux domaines de travail que le Comité pourrait être amené à examiner, en particulier après l'achèvement des travaux sur les *Directives générales sur l'échantillonnage* (CXG 50-2004) et les *Directives sur l'incertitude de mesure* (CXG 54-2004). Elle a invité les délégués à réfléchir à des questions qu'ils pourraient soumettre au Comité, pour examen lors de sa 43^e session, et à envisager de passer en revue d'autres textes du Comité afin de déterminer si ceux-ci étaient toujours adaptés, s'ils devaient être révisés ou s'ils devraient être révoqués.

Conclusion

101. Le Comité a pris note de la proposition du secrétariat du Codex.

DATE ET LIEU DE LA PROCHAINE SESSION (point 10 de l'ordre du jour)

102. Le Comité a été informé de la date prévue de sa 43^e session, qui devrait se tenir du 13 au 17 mai 2024, à Budapest. Les modalités finales doivent être confirmées par le pays hôte et le secrétariat du Codex.

APPENDICE I

**LIST OF PARTICIPANTS
LISTE DES PARTICIPANTS
LISTA DE PARTICIPANTES**

CHAIRPERSON – PRÉSIDENT – PRESIDENTE

Dr Attila Nagy
Director
National Food Chain Safety Office
Budapest

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

Dr Zsuzsa Farkas
Food data analyst
University of Veterinary Medicine
Budapest

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

ALGERIA - ALGÉRIE - ARGELIA

Mrs Yasmina Benaichouche
Directrice des laboratoires d'essai et d'analyse de
qualité
Ministère du commerce et de la Promotion des
Exportations.
Alger

ARGENTINA - ARGENTINE

Mr Jonatan Osvaldo Pietronave
Jefe de Área
Instituto Nacional de Alimentos (INAL)
Ciudad Autónoma de Buenos Aires

AUSTRALIA - AUSTRALIE

Mr Richard Coghlan
Senior Technical Expert
National Measurement Institute
North Ryde

Ms Tanya Daniels
Deputy Sector Manager
National Association of Testing Authorities,
Australia
Sydney

Dr Mark Lewin
Technical and Development Manager
National Measurement Institute
North Ryde

Ms Susan Maddalena
Assistant Director
Department of Agriculture, Fisheries and Forestry
ACT

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

AUSTRIA - AUTRICHE

Mr Thomas W. Kuhn
Head of Institute
Austrian Agency for Health and Food Safety
Vienna

BELGIUM - BELGIQUE - BÉLGICA

Mr Rudi Vermeylen
Expert
Belgian Federal Agency for the Safety of the food
chain
Brussels

BELIZE - BELICE

Mr Luis Ugarte

BRAZIL - BRÉSIL - BRASIL

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

Mrs Eugênia Azevedo Vargas
Federal Agricultural Inspector
Laboratory of the State of Minas Gerais - MAPA

Mrs Fernanda Maciel Rebelo
Health Regulation Expert
Brazilian Health Regulatory Agency - Anvisa
Brasília

Ms Ana Claudia Marquim Firmo De Araujo
Health Regulation Expert
Brazilian Health Surveillance Agency - ANVISA
Brasília-DF

Mr Nilton Silva
Analyst and researcher in health and technology
Fundação Ezequiel Dias
Belo Horizonte

CANADA - CANADÁ

Dr Thea Rawn
Research Scientist
Health Canada
Ottawa

Ms Faith Chou
Food Chemistry Specialist
Canadian Food Inspection Agency
Ottawa

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

Mr Jeffrey Van De Riet
National Manager, Food Chemistry
Canadian Food Inspection Agency
Ottawa

CHILE - CHILI

Mrs Soraya Sandoval Riquelme
Head of Subdepartment of Metrology
Ministerio de Salud
Santiago

CHINA - CHINE

Dr Jing Xiao
Researcher
China National Center for Food Safety Risk
Assessment
Beijing

Dr Yu Wei
Associate Researcher
China National Center for Food Safety Risk
Assessment
Beijing

Dr Jiangge Zheng
Research Assistant
China National Center for Food Safety Risk
Assessment
Beijing

**CZECH REPUBLIC – RÉPUBLIQUE TCHÈQUE
– REPÚBLICA CHECA**

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

DOMINICA - DOMINIQUE

Dr Natalia Lugay
Agriculture Officer II (Temp)
Ministry of Agriculture, Fisheries, Blue and Green
Economy
Roseau

Ms Indira Constant
Laboratory Technician
Dominica Bureau of Standards
Roseau

ECUADOR - ÉQUATEUR

Eng Carla Rebeca Moreno Valarezo
Directora de Inocuidad de Alimentos
Agencia de Regulación y Control Fito y
Zoosanitario
Quito

EGYPT - ÉGYPTE - EGIPTO

Eng Mariam Barsoum Onsy Barsoum
Food Standards Specialist
Egyptian Organization For Standardization and
Quality (EOS)
Cairo

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

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

Ms Judit Krommer
Administrator
European Commission
BRUSSELS

Mr Franz Ulberth
Scientific Expert
European Commission
Geel

FRANCE - FRANCIA

Mr Jean-Luc Deborde
Responsable d'établissement
Service Commun des Laboratoires DGCCRF –
DGDDI
ILLKIRCH

GERMANY - ALLEMAGNE - ALEMANIA

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

Mr Bertrand Colson
Scientist
Quodata
Dresden

Dr Petra Gowik
Head of Unit
BVL - The Federal Office of Consumer Protection
and Food Safety
Berlin

Dr Steffen Uhlig
CEO
Quo data
Dresden

Mr Stephan Walch
Executive Director
CVUA
Karlsruhe

GHANA

Ms Janet Agyaben
Principal Research Officer
Quality Control Company Ltd (COCOBOD)
Accra

Dr Paul Ayiku Agyemang
Head of Research
Ghana Cocoa Board
Accra

Mr Derry Dontoh
Head, Mycotoxins and Histamine Laboratory
Ghana Standards Authority
Accra

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

HONDURAS

Mr Sergio Enamorado
Director Nacional de Alimentos y Bebidas
Agencia de Regulación Sanitaria (ARSA)
Tegucigalpa

HUNGARY - HONGRIE - HUNGRÍA

Ms Kitti Annamária Bognár
Food safety officer
Ministry of Agriculture
Budapest

Dr Ákos Jozwiak
research director
University of Veterinary Medicine
Budapest

Ms Fanny Becsey
Food safety officer
Ministry of Agriculture
Budapest

Dr Barbara Bóné
Head of Coordination and Audit Unit
Ministry of Agriculture
Budapest

Ms Noémi Kiss
Pesticide Evaluation Expert
National Food Chain Safety Office
Budapest

Dr Csilla Németh
Head of authorization unit
National Food Chain Safety Office
Budapest

Mr Tamás Racskó
Federation Secretary
Federation of Hungarian Food Industries
Budapest

Ms Ágnes Stier
Pesticide Evaluation Expert
National Food Chain Safety Office
Budapest

INDONESIA - INDONÉSIE

Mrs Ratri Alfitasari
Standardization Analyst
National Standardization Agency of Indonesia
Jakarta

JAMAICA - JAMAÏQUE

Ms Allison Richards
Inspector/ Codex Secretariat Member
Bureau of Standards Jamaica/ National
Compliance & Regulatory Authority
Kingston

JAPAN - JAPON - JAPÓN

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

Ms Ai Kanehama
Deputy Director
Ministry of Health, Labour and Welfare
Tokyo

Mr Hiroshi Kitazono
Assistant Director
Ministry of Health, Labour and Welfare
Tokyo

Mr Takahiro Mori
Associate Director
Ministry of Agriculture, Forestry and Fisheries
Tokyo

Dr Kayo Takimura
Director, Office of International Food Safety
Ministry of Health, Labour and Welfare
Tokyo

Dr Takahiro Watanabe
Section Chief
National Institute of Health Sciences
Kawasaki

MALAYSIA - MALAISIE - MALASIA

Mrs Norakmar Ismail
Research Officer
Department of Veterinary Services Malaysia
Sepang

MONGOLIA - MONGOLIE

Ms Khurandaabaatar Delger
Chemist
State Central Veterinary Laboratory

MOROCCO - MAROC - MARRUECOS

Mr Abdelaziz El Idrissi Boutaher
Chef du SCPI
ONSSA
Casablanca

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

NETHERLANDS - PAYS-BAS - PAÍSES BAJOS

Mr Paul Bontenbal
Senior Inspector
Dutch food and consumer product safety authority
Utrecht

Mrs Nilüfer Sezer
Project Leader Authenticity & Nutrients
Wageningen University & Research
Wageningen

Mr Yannick Weesepeel
Researcher Authenticity and Fast Detection
Methods
Wageningen University & Research
Wageningen

NEW ZEALAND - NOUVELLE-ZÉLANDE - NUEVA ZELANDIA

Ms Susan Morris
Principal Adviser
Ministry for Primary Industries
Wellington

Mr Roger Kissling
Statistician
Fonterra Co-operative Group Ltd

NIGERIA - NIGÉRIA

Dr Charles Uchenna Nwachukwu
 Director
 National Agency for Food and Drug Administration
 and Control
 Lagos

NORWAY - NORVÈGE - NORUEGA

Mrs Hilde Johanne Skår Norli
 Senior Advisor
 Norwegian Food Safety Authority
 Oslo

OMAN - OMÁN

Eng Abeer Al-Aamri
 FOOD SPECIALIST
 MAFWR

PAKISTAN - PAKISTÁN

Dr Uzma Maqbool
 Deputy Chief Scientist
 Nuclear Institute for Agriculture & Biology (NIAB),
 Pakistan Atomic Energy Commission (PAEC)
 Faisalabad

**PAPUA NEW GUINEA - PAPOUASIE-
NOUVELLEGUINÉE - PAPUA NUEVA GUINEA**

Ms Hilda Sim
 Quality Control Chemist
 National Agriculture Research Institute
 Port Moresby

Mr Randy Kepino
 Chemist
 National Agriculture Research Institute
 Port Moresby

PARAGUAY

Prof Mauricio Armando Rebollo González
 Técnico
 INTN Paraguay
 Asuncion

PERU - PÉROU - PERÚ

Ms Jenny Esperanza Huamán Tupac
 Coordinadora Titular de la Comisión Técnica de
 Métodos de Análisis y Toma de Muestra
 INACAL
 Lima

PHILIPPINES - FILIPINAS

Ms Christmas Oblepias
 Co-Chairperson, NCO Sub-Committee on
 Methods of Analysis and Sampling (SCMAS)
 Food and Drug Administration
 Muntinlupa

Ms Danica Angeline Dimaya
 Chemist III
 National Meat Inspection Service
 Quezon City

POLAND - POLOGNE - POLONIA

Mr Szymon Jasiocki
 Expert
 Agricultural and Food Quality Inspection
 Poznań

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

PORTUGAL

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

QATAR

Dr Aneez Yossoff
 Laboratory Specialist
 MOPH

**REPUBLIC OF KOREA - RÉPUBLIQUE DE
CORÉE - REPÚBLICA DE COREA**

Dr Hyejeong Kim
 Senior Scientific Officer
 Ministry of Food and Drug Safety

Dr Soyoung Chun
 Scientific Officer
 Ministry of Food and Drug Safety

Dr Won Tae Jeong
 Scientific Officer
 Rural Development Administration

Dr Dong Jin Kang
 Scientific Officer
 National Agricultural Products Quality
 Management Service

Mr Youngjun Kim
 CODEX Researcher
 Ministry of Food and Drug Safety

Dr Chang-won Park
 Senior Researcher
 Korea Food Research Institute

Dr You-shin Shim
 Principal researcher
 Korea Food Research Institute

Dr Junghyuck Suh
 Senior Scientific Officer
 Ministry of Food and Drug Safety

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

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

Abdullah Al Tamim
Head of Toxins & organic contaminants section
Saudi Food and Drug Authority
Riyadh

Mr Mamdouh Al-jabri
Monitoring Expert
Saudi Food and Drug Authority
Riyadh

SERBIA

Ms Marija Vujic-stefanovic
Deputy CEO of Genetical and Physcial Chemical
Analisis
SP Laboratorija A.D. Member of Hamilton Group
Bečej

Ms Milica Rankov
Director of Customer support Dpt.
SP Laboratorija A.D. Member of Hamilton Group
Bečej

SINGAPORE - SINGAPOUR - SINGAPUR

Mr Ken Lee
Branch Head
Singapore Food Agency
Singapore

SPAIN - ESPAGNE - ESPAÑA

Mrs Ana Lopez-Santacruz Serraller
Directora del Centro Nacional de Alimentación
Organismo Autónomo Agencia Española de
Seguridad Alimentaria y Nutrición (AESAN OA)-
Ministerio de Consumo
Majadahonda (Madrid)

SWEDEN - SUÈDE - SUECIA

Mr Joakim Engman
Chemist, Team Manager
Swedish Food Agency
Uppsala

Ms Maria Gunnarsson
Principal Regulatory Officer
Swedish Food Agency
Uppsala

Mrs Carmina Ionescu
Codex Coordinator
Swedish Food Agency
Uppsala

THAILAND - THAÏLANDE - TAILANDIA

Mr Paisarn Dunkum
Secretary General, Food and Drug Administration
Food and Drug Administration, Ministry of Public
Health
Nonthaburi

Mr Phichet Banyati
Deputy Director General of Department of Medical
Sciences
Ministry of Public Health
Nonthaburi

Mrs Uma Boriboon
Medical Scientist, Expert Level
Ministry of Public Health
Nonthaburi

Mr Lertchai Lertvut
Director of Food Division
Food and Drug Administration, Ministry of Public
Health
Nonthaburi

Ms Rungrassamee Mahakhaphong
Standard Officer
Ministry of Agriculture and Cooperatives
Ladyao Chatuchak

Mrs Sitanun Poonpolsub
Director of International Affairs Division
Food and Drug Administration
Ministry of Public Health
Nonthaburi

Mrs Lekha Prasartthong
Deputy Director General
Department of Medical Sciences
Ministry of Public Health
Nonthaburi

Mr Wattanasak Sorrungr
Director of Import and Export Inspection Division
Ministry of Public Health
Nonthaburi

Mr Sirichai Sunya
Medical Scientist
Ministry of Public Health
Nonthaburi

Mr Somchai Wongsamoot
Veterinarian, Expert Level
Ministry of Agriculture and Cooperatives
Pathumthani

UNITED KINGDOM - ROYAUME-UNI – REINO UNIDO

Mr David Franklin
Team Leader
Food Standards Agency

Dr Duncan Arthur
Public Analyst
Scientific Services Limited
Wolverhampton

Mrs Selvarani Elahi
UK Deputy Government Chemist
LGC Limited

Mrs Bhavna Parmar
Senior Scientific Advisor
Food Standards Agency

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

Dr Patrick Gray
Chemist
US Food and Drug Administration
College Park, MD

Dr Gregory Noonan
Director
Food and Drug Administration
College Park, MD

Dr Timothy Norden
Chief Scientist
United States Department of Agriculture
Kansas City

Mrs Heather Selig
International Issues Analyst
U.S. Codex Office
Washington

URUGUAY

Mrs Laura Flores
Senior Consultant
Technological Laboratory of Uruguay
Montevideo

VIET NAM

Mrs Thi Hong Nuong Bui
Official
Vietnam Foo
Hanoi

Mr Huu Dung Nguyen
DIRECTOR
VIN
Hanoi

Mr Xuan Duong Nguyen
Advisor
Vinacert Certification and Inspection Joint Stock
Company
Hanoi

Mrs Thi Mai Huong Nguyen
Official
Directorate for Standards, Metrology and quality

Mrs Thi Minh Ha Nguyen
Vietnam National Codex Committee
Hanoi

Mrs Hoang Thi Sam
Deputy Head
Food Association
Hanoi

OBSERVER COUNTRY**PALESTINE**

Mr Hashem Jaas
 Head of Residue Analysis Unit
 Ministry of Health

OBSERVERS - OBSERVATEURS - OBSERVADORES

**INTERGOVERNMENTAL ORGANIZATIONS
 ORGANISATIONS INTERGOUVERNEMENTALES
 ORGANIZACIONES INTERGUBERNAMENTALES**

INTER-AMERICAN INSTITUTE FOR COOPERATION ON AGRICULTURE (IICA)

Mrs Lorena Medina
 Especialist SAIA
 IICA
 Quito

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

AACC INTERNATIONAL

Mr Paul Wehling
 Standard Methods Review Director
 Cereals and Grains Association
 St Paul, MN

Dr Anne Bridges
 Scientific Director
 AACC International
 Malvern

AOAC INTERNATIONAL (AOAC)

Mr Darryl Sullivan
 Liaison
 AOAC INTERNATIONAL
 Rockville

Mr Erik Konings
 Past President
 AOAC INTERNATIONAL

Dr Katerina Mastovska
 Chief Science Officer
 AOAC INTERNATIONAL

AMERICAN OIL CHEMISTS' SOCIETY (AOCS)

Scott Bloomer
 CSO
 American Oil Chemists' Society
 Urbana

ASSOCIATION OF EUROPEAN COELIAC SOCIETIES (AOECS)

Mrs Hertha Deutsch
 Codex and Regulatory Affairs
 AOECS
 Vienna

Ms Tunde Koltai
 Board director
 Association of European Coeliac Societies
 Brussels

INTERNATIONAL ASSOCIATION FOR CEREAL SCIENCE AND TECHNOLOGY (IACST)

Claudio Cornaggia
 ICC Delegate
 ICC International Association for Cereal Science
 and Technology
 Vienna

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

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

CHAMBRE DE COMMERCE INTERNATIONALE (ICC)

Ms Valentina Narducci
 ICC Technical Co-Director
 ICC

INTERNATIONAL DAIRY FEDERATION (IDF/FIL)

Mr Philippe Trossat
 Head of Cevalait activities
 Actalia cecalait
 Poligny

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

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

Dr Anabel Mulet Cabero
Science Officer
International Dairy Federation
Brussels

**INTERNATIONAL FRUIT AND VEGETABLE
JUICE ASSOCIATION (IFU)**

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

**INTERNATIONAL SPECIAL DIETARY FOODS
INDUSTRIES (ISDI)**

Mr Dustin Starkey
Director Research & Development, Nutrients &
Bioanalytical, Global Analytical & Food Safety
Abbott Nutrition
Brussels

**INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR
STANDARDIZATION (ISO)**

Mrs Sandrine Espeillac
Committee Manager for ISO/TC 34
ISO
Vernier, Geneva

**NORDIC-BALTIC COMMITTEE ON FOOD
ANALYSIS (NMKL)**

Dr Eystein Oveland
NMKL Executive Director
NMKL
BERGEN

**UNITED STATES PHARMACOPEIAL
CONVENTION (USP)**

Mrs Kristie Laurvick
Senior Manager - Food Standards
USP
Chesterfield

Dr Richard Cantrill
IAM Chair
USP
Chesterfield

CCMAS SECRETARIAT

Mrs Krisztina Bakó-Frányó
Officer
National Food Chain Safety Office
Budapest

Ms Dorottya Gerlei
Officer
National Food Chain Safety Office
Budapest

CODEX SECRETARIAT

Ms Verna Carolissen Mackay
Food Standards Officer
Joint FAO/WHO Food Standards Programme
Food and Agriculture Organization of the U.N.
(FAO)
Rome

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

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

Mr David Massey
Special Advisor
Joint FAO/WHO Food Standards Programme
Food and Agriculture Organization of the U.N.
(FAO)
Rome

APPENDICE II***Partie 1. MÉTHODES D'ANALYSE ET PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE PRÉSENTÉS À LA COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS À SA 46^e SESSION POUR ADOPTION**

- 1.1. COMITÉ DU CODEX SUR LA NUTRITION ET LES ALIMENTS DIÉTÉTIQUES OU DE RÉGIME
- 1.2. Comité FAO/OMS de coordination pour l'Afrique (24^e session)
- 1.3. COMITÉ FAO/OMS DE COORDINATION POUR L'ASIE
- 1.4. COMITÉ FAO/OMS DE COORDINATION POUR L'AMÉRIQUE DU NORD ET LE PACIFIQUE SUD-OUEST
- 1.5. COMITÉ DU CODEX SUR LES CONTAMINANTS DANS LES ALIMENTS
- 1.6. LAIT ET PRODUITS LAITIERS
- 1.7. GRAISSES ET HUILES
- 1.8. CÉRÉALES, LÉGUMES SECS ET LÉGUMINEUSES
- 1.9. FRUITS ET LÉGUMES TRAITÉS

Partie 2. MÉTHODES D'ANALYSE PRÉSENTÉES À LA COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS À SA 46^e SESSION POUR RÉVOCATION

- 2.1 COMITÉ DU CODEX SUR LES CONTAMINANTS DANS LES ALIMENTS
- 2.2 GRAISSES ET HUILES
- 2.3 CÉRÉALES, LÉGUMES SECS ET LÉGUMINEUSES
- 2.4 FRUITS ET LÉGUMES TRAITÉS
- 2.5 LAIT ET PRODUITS LAITIERS

Partie 3. ENSEMBLE EXPLOITABLE SUR LES CÉRÉALES, LES LÉGUMES SECS ET LES LÉGUMINEUSES PORTÉ À L'ATTENTION DU GROUPE DE TRAVAIL ÉLECTRONIQUE

* Les corrections suivantes ont été apportées à cette appendice: élimination des doublons; ajout de notes de bas de page aux méthodes pour le titre dans les Graisses animales portant un nom spécifique et pour la matière insaponifiable dans les huiles végétales portant un nom spécifique ainsi que l'ajout de méthodes pour révocation de normes de produits spécifiques qui avaient été omises par inadvertance.

PARTIE 1

MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE PRÉSENTÉES À LA COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS À SA 46^e SESSION POUR ADOPTION

(Les méthodes et les critères de performance seront insérés dans la norme CXS 234-1999: modifications indiquées en caractères **gras** ou soulignés.)

1.1 COMITÉ DU CODEX SUR LA NUTRITION ET LES ALIMENTS DIÉTÉTIQUES OU DE RÉGIME

Méthodes d'analyse se rapportant aux dispositions de la Norme pour les préparations destinées aux nourrissons et les préparations données à des fins médicales spéciales aux nourrissons (CXS 72-1981)

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
Préparation pour nourrissons	<u>Vitamine B12</u>	<u>AOAC 2014.02</u>	<u>LC-UV</u>	<u>III</u>
	<u>Acides aminés totaux (à l'exception de la taurine et du tryptophane)</u> <u>À utiliser conformément aux notes de bas de pages 3 et 4 de la section 3.1.3 a) de la norme CXS 72-1981</u>	<u>AOAC 2018.06 / ISO 4214 </u> <u>FIL 254 / AACC 07-50.01</u>	<u>UHPLC-UV</u>	<u>II</u>
	<u>Tryptophane</u> <u>À utiliser conformément aux notes de bas de pages 3 et 4 de la section 3.1.3 a) de la norme CXS 72-1981</u>	<u>AOAC 2017.03</u>	<u>HPLC</u>	<u>II</u>

1.2 COMITÉ FAO/OMS DE COORDINATION POUR L'AFRIQUE (24^e session)*Méthodes d'analyse et d'échantillonnage se rapportant aux dispositions de la Norme régionale sur la viande séchée (CXS 350-2022)*

Disposition	Méthode	Principes	Type
Teneur en eau	AOAC 950.46B	Gravimétrie	I
Matières grasses totales	ISO 1443	Gravimétrie	I
Azote <u>Protéines</u> * <u>* facteur de conversion de l'azote en protéines = 6,25</u>	ISO 937*	<u>Calcul et</u> titrimétrie	I
Chlorure sous forme de chlorure de sodium (≥ 1,0 %)	ISO 1841-1	<u>Titrimétrie</u> (méthode Volhard)	III
Chlorure sous forme de chlorure de sodium (≥ 0,25 %)	ISO 1841-2	<u>Titrimétrie</u> (potentiométrie)	II
Cendres	ISO 936	Gravimétrie	I
Activité de l'eau	ISO 18787	Électrométrie	II

1.3 COMITÉ FAO/OMS DE COORDINATION POUR L'ASIE

Méthodes d'analyse et d'échantillonnage se rapportant aux dispositions du projet de norme régionale sur les produits à base de soja fermenté sous l'action de Bacillus spp

Produit	Disposition	Méthode	Principes	Type
<u>Natto</u>	<u>Teneur en eau</u>	<u>AOAC 925.09</u>	<u>Gravimétrie</u>	!
<u>Natto</u>	<u>Teneur en protéines</u> <u>(* facteur de conversion de l'azote en protéines = 5,71)</u>	<u>AOAC 988.05</u>	<u>Titrimétrie</u> <u>(Kjeldahl)</u>	!
<u>Natto</u>	<u>Teneur en lipides (quantité d'échantillons: 4 g)</u>	<u>AOAC 963.15</u>	<u>Gravimétrie</u> <u>(Soxhlet)</u>	!
<u>Cheonggukjang</u>	<u>Teneur en eau</u>	<u>AOAC 934.01</u>	<u>Gravimétrie</u>	!
<u>Cheonggukjang</u>	<u>Teneur en protéines</u> <u>(* facteur de conversion de l'azote en protéines = 5,71)</u>	<u>AOAC 988.05</u>	<u>Titrimétrie</u> <u>(Kjeldahl)</u>	!
<u>Cheonggukjang</u>	<u>Teneur en lipides (quantité d'échantillons: 5 g)</u>	<u>AOAC 963.15</u>	<u>Gravimétrie</u> <u>(Soxhlet)</u>	!
<u>Thua Nao</u>	<u>Teneur en eau</u>	<u>AOAC 925.09</u>	<u>Gravimétrie</u>	!
<u>Thua Nao</u>	<u>Teneur en protéines</u> <u>(* facteur de conversion de l'azote en protéines = 5,71)</u>	<u>AOAC 988.05</u>	<u>Titrimétrie</u> <u>(Kjeldahl)</u>	!

ANNEXE A: Méthodes d'analyse se rapportant aux dispositions du projet de norme régionale sur le riz cuit enveloppé dans des feuilles**Détermination de l'indice de peroxyde****Extraction des huiles contenues dans le produit****Matériel**

- a) Évaporateur rotatif
- b) Bain-marie

Extraction

Retirer l'emballage, les feuilles et les autres éléments afin de ne conserver que la partie comestible de l'échantillon représentatif. Écraser et placer la partie comestible dans un homogénéisateur ou un mortier en verre et la broyer sans interruption jusqu'à l'obtention d'un échantillon parfaitement écrasé et mélangé. Placer cet échantillon dans une bouteille à large embouchure, puis ajouter un volume d'éther de pétrole correspondant à 2 à 3 fois le volume de l'échantillon (point d'ébullition: 30 à 60 °C). Mélanger intimement, boucher la bouteille et laisser reposer pendant plus de 12 heures. Filtrer toute la solution en la versant dans un ballon à travers un entonnoir rempli de sulfate de sodium anhydre. Rincer le résidu dans la bouteille avec de l'éther de pétrole. Si le filtrat n'est pas suffisamment clair, répéter l'étape de filtration avec un nouvel entonnoir rempli de sulfate de sodium anhydre. Évaporer sous pression réduite l'éther de pétrole contenu dans le ballon, au moyen d'un évaporateur rotatif, à une température inférieure à 40 °C. Le résidu après évaporation constitue l'échantillon d'essai. Il convient de sélectionner un nombre suffisant d'échantillons représentatifs de manière à obtenir au moins 8 grammes d'échantillon d'essai. L'échantillon d'essai doit être analysé le plus rapidement possible.

Détermination

Produit	Disposition	Méthode	Principes	Type
<u>Riz cuit enveloppé dans des feuilles</u>	<u>Indice de peroxyde</u>	<u>ISO 3960 / AOCS Cd 8b-90</u>	<u>Titrimétrie</u>	<u>IV</u>

1.4 COMITÉ FAO/OMS DE COORDINATION POUR L'AMÉRIQUE DU NORD ET LE PACIFIQUE SUD-OUEST

Méthodes d'analyse et d'échantillonnage se rapportant aux dispositions du projet de norme régionale sur le jus de noni fermenté

Disposition	Méthode	Principe	Type
<u>Valeur Brix (extrait sec soluble)</u>	<u>AOAC 983.17 / EN 12143 / IFUMA 8 / ISO 2173</u>	<u>Réfractométrie</u>	<u>IV</u>
<u>Identification de la scopolétine</u>	<u>Annexe B*</u>	<u>Extraction en phase solide et chromatographie sur couche mince</u>	<u>IV</u>
<u>Identification de l'acide déacétylaspérulosidique</u>	<u>Annexe C*</u>	<u>Chromatographie sur couche mince</u>	<u>IV</u>

ANNEXE B. IDENTIFICATION DE LA SCOPOLÉTINE

1. PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

Filtrer le jus de noni sur une membrane de 0,45 µm puis le purifier par extraction en phase solide au moyen de cartouches d'extraction de la marque Waters OASISS® HLB 6cc 200 mg (ou de cartouches similaires), après avoir d'abord procédé à un équilibrage avec du méthanol (5 ml) puis de l'eau déionisée (5 ml). Charger ensuite les échantillons de jus filtré (3 ml) sur la cartouche équilibrée et les laver avec une solution de méthanol (MeOH) à 5 % dans de l'eau déionisée (3 ml). Faire sécher les cartouches sous un flux d'air pendant 5 minutes puis les éluer avec du MeOH (3 ml). Conserver l'éluat méthanolique pour l'analyse par chromatographie sur couche mince. Pendant l'extraction en phase solide, la vitesse de passage des solvants d'équilibrage, de lavage et d'élution à travers la cartouche est approximativement d'une goutte par seconde.

2. PRÉPARATION DU TÉMOIN

2.1 Préparer une solution témoin en dissolvant 0,1 mg de scopolétine dans 1 ml de méthanol.

2.2 Il est aussi possible de préparer ce témoin à partir de matériel végétal de référence certifié de *Morinda citrifolia*, en appliquant la même méthode que pour les échantillons à analyser. Le matériel végétal de référence certifié de *Morinda citrifolia* doit provenir de la même partie de la plante que les échantillons à analyser.

3. IDENTIFICATION

3.1 CHROMATOGRAPHIE SUR COUCHE MINCE

Déposer ponctuellement 5 microlitres des solutions d'échantillons et de la solution témoin sur une plaque pour chromatographie sur couche mince en gel de silice 60 F254. Après avoir déposé les gouttes de solutions sur les plaques, mettre celles-ci à sécher dans un four de séchage à 110 °C pendant 15 minutes. Procéder à la révélation de la plaque par élution dans une phase mobile composée d'un mélange dichlorométhane/méthanol (19:1, v/v). Visualiser les colorations vives fluorescentes de couleur bleue sur la plaque éluee, à l'aide d'une lampe à UV (365 nm). Identifier la scopolétine dans les échantillons en comparant les valeurs du facteur de rétention et les couleurs à celles du témoin.

Annexe C. IDENTIFICATION DE L'ACIDE DÉACÉTYLASPÉRULOSIDIQUE**1. PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS**

Filtrer le jus de noni sur une membrane de 0,45 µm puis le diluer à volume égal avec du méthanol.

2. PRÉPARATION DU TÉMOIN

2.1 Préparer une solution témoin en dissolvant 1 mg d'acide déacétylaspérulosidique dans 1 ml de méthanol.

2.2 Il est aussi possible de préparer ce témoin à partir de matériel végétal de référence certifié de *Morinda citrifolia*, en appliquant la même méthode que pour les échantillons à analyser. Le matériel végétal de référence certifié de *Morinda citrifolia* doit provenir de la même partie de la plante que les échantillons à analyser.

3. PRÉPARATION D'UNE SOLUTION DE p-ANISALDÉHYDE

Préparer la solution d'anisaldéhyde en dissolvant 2 g de p-anisaldéhyde dans 96 ml d'éthanol tout en remuant. Acidifier ensuite la solution en versant goutte à goutte de l'acide sulfurique concentré (4 ml).

4. IDENTIFICATION**4.1 CHROMATOGRAPHIE SUR COUCHE MINCE**

Déposer ponctuellement 5 microlitres des solutions d'échantillons et de la solution témoin sur une plaque pour chromatographie sur couche mince en gel de silice 60 F254 préalablement séchée dans un four de séchage à 110 °C pendant 15 minutes. Après avoir déposé les échantillons, les refaire sécher à 110 °C ou leur appliquer de la chaleur au moyen d'un pistolet à air chaud pendant une période de 8 à 10 secondes. Procéder à la révélation de la plaque dans une phase mobile composée d'un mélange dichlorométhane/méthanol/eau (13:6:1, v/v/v). Lorsque l'élution est achevée, faire sécher la plaque à l'air et la révéler en la pulvérisant avec une solution d'anisaldéhyde à 2 % et d'acide sulfurique à 4 % dans de l'éthanol, puis en la chauffant dans un four à 110 °C pendant 1 à 5 minutes pour révéler et optimiser la couleur bleue. Identifier l'acide déacétylaspérulosidique dans les échantillons en comparant les valeurs du facteur de rétention et la couleur à celles de la solution témoin déposée sur la même plaque de chromatographie sur couche mince.

1.5 COMITÉ DU CODEX SUR LES CONTAMINANTS DANS LES ALIMENTS

Tableau 1: Critères de performance numériques relatifs au plomb et au cadmium pour confirmation et inclusion dans les *Méthodes d'analyse et d'échantillonnage recommandées (CXS 234-1999)*

Critères de performance numériques pour le plomb et le cadmium dans les aliments

Produit	Disposition	LM (mg/kg)	Critères de performance de la méthode						Principe
			Fourchette minimale applicable (mg/kg)	Limite de détection (LOD) (mg/kg)	Limite de quantification (LOQ) (mg/kg)	Précision (RSDR) (%) Pas plus de	Récupération (%)	Exemple de méthodes applicables qui répondent aux critères ¹	
Eaux minérales naturelles	plomb	0,01	0,006 à 0,014	0,002	0,004	44	60 à 115 %		
Préparations destinées aux nourrissons, préparations données à des fins médicales spéciales aux nourrissons et préparations de suite	plomb	0,01	0,006 à 0,014	0,002	0,004	44	60 à 115 %		
Lait	plomb	0,02	0,011 à 0,029	0,004	0,008	44	60 à 115 %		
Produits laitiers secondaires	plomb	0,02	0,011 à 0,029	0,004	0,008	44	60 à 115 %		
Jus de fruits, à l'exception des jus provenant exclusivement de baies et autres petits fruits	plomb	0,03	0,017 à 0,043	0,006	0,012	44	60 à 115 %		

¹ Le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage examinera à sa 43^e session les méthodes citées en exemple.

Produit	Disposition	LM (mg/kg)	Critères de performance de la méthode						
			Fourchette minimale applicable (mg/kg)	Limite de détection (LOD) (mg/kg)	Limite de quantification (LOQ) (mg/kg)	Précision (RSDR) (%) Pas plus de	Récupération (%)	Exemple de méthodes applicables qui répondent aux critères ¹	Principe
Matières grasses tartinales et mélanges tartinales	plomb	0,04	0,022 à 0,058	0,008	0,016	44	60 à 115 %		
Jus de raisin	plomb	0,04	0,022 à 0,058	0,008	0,016	44	60 à 115 %		
Châtaignes et purée de châtaignes en conserve	plomb	0,05	0,028 à 0,072	0,010	0,020	44	60 à 115 %		
Jus de fruits provenant exclusivement de baies et autres petits fruits, à l'exception du jus de raisin	plomb	0,05	0,028 à 0,072	0,010	0,020	44	60 à 115 %		
Légumes fruits, à l'exception des champignons	plomb	0,05	0,028 à 0,072	0,010	0,020	44	60 à 115 %		
Tomates en conserve	plomb	0,05	0,028 à 0,072	0,010	0,020	44	60 à 115 %		
Graisses et huiles comestibles	plomb	0,08	0,045 à 0,115	0,016	0,032	44	60 à 115 %		
Baies et autres petits fruits, à l'exception des canneberges, groseilles et baies de sureau	plomb	0,1	0,03 à 0,17	0,01	0,02	44	80 à 110 %		

Produit	Disposition	LM (mg/kg)	Critères de performance de la méthode						
			Fourchette minimale applicable (mg/kg)	Limite de détection (LOD) (mg/kg)	Limite de quantification (LOQ) (mg/kg)	Précision (RSDR) (%) Pas plus de	Récupération (%)	Exemple de méthodes applicables qui répondent aux critères ¹	Principe
Légumes brassica, à l'exception du chou vert et des légumes feuilles de type brassica	plomb	0,1	0,03 à 0,17	0,01	0,02	44	80 à 110 %		
Légumes bulbes	plomb	0,1	0,03 à 0,17	0,01	0,02	44	80 à 110 %		
Fruits en conserve	plomb	0,1	0,03 à 0,17	0,01	0,02	44	80 à 110 %		
Légumes en conserve	plomb	0,1	0,03 à 0,17	0,01	0,02	44	80 à 110 %		
Fruits, à l'exception des canneberges, groseilles et baies de sureau	plomb	0,1	0,03 à 0,17	0,01	0,02	44	80 à 110 %		
Légumineuses	plomb	0,1	0,03 à 0,17	0,01	0,02	44	80 à 110 %		
Viande et graisse de volaille	plomb	0,1	0,03 à 0,17	0,01	0,02	44	80 à 110 %		
Viande de bovins, porcins et ovins	plomb	0,1	0,03 à 0,17	0,01	0,02	44	80 à 110 %		
Concombres (cornichons) marinés	plomb	0,1	0,03 à 0,17	0,01	0,02	44	80 à 110 %		
Volaille, abats comestibles de	plomb	0,1	0,03 à 0,17	0,01	0,02	44	80 à 110%		

Produit	Disposition	LM (mg/kg)	Critères de performance de la méthode						
			Fourchette minimale applicable (mg/kg)	Limite de détection (LOD) (mg/kg)	Limite de quantification (LOQ) (mg/kg)	Précision (RSDR) (%) Pas plus de	Récupération (%)	Exemple de méthodes applicables qui répondent aux critères ¹	Principe
Légumes secs	plomb	0,1	0,03 à 0,17	0,01	0,02	44	80 à 110 %		
Légumes racines et légumes tubercules	plomb	0,1	0,03 à 0,17	0,01	0,02	44	80 à 110 %		
Vins élaborés à partir de raisins récoltés après juillet 2019	plomb	0,1	0,03 à 0,17	0,01	0,02	44	80 à 110 %		
Vins mutés/de liqueur élaborés à partir de raisins récoltés après 2019	plomb	0,15	0,05 à 0,25	0,015	0,03	43	80 à 110 %		
Porcins, abats comestibles de	plomb	0,15	0,05 à 0,25	0,015	0,03	43	80 à 110 %		
Bovins, abats comestibles de	plomb	0,2	0,08 à 0,32	0,02	0,04	41	80 à 110 %		
Céréales en grains, à l'exception du sarrasin, du cañihua et du quinoa	plomb	0,2	0,08 à 0,32	0,02	0,04	41	80 à 110 %		
Canneberges	plomb	0,2	0,08 à 0,32	0,02	0,04	41	80 à 110 %		
Groseilles	plomb	0,2	0,08 à 0,32	0,02	0,04	41	80 à 110 %		

Produit	Disposition	LM (mg/kg)	Critères de performance de la méthode						
			Fourchette minimale applicable (mg/kg)	Limite de détection (LOD) (mg/kg)	Limite de quantification (LOQ) (mg/kg)	Précision (RSDR) (%) Pas plus de	Récupération (%)	Exemple de méthodes applicables qui répondent aux critères ¹	Principe
Baies de sureau	plomb	0,2	0,08 à 0,32	0,02	0,04	41	80 à 110 %		
Vins (vins et vins mutés/de liqueur) élaborés à partir de raisins récoltés avant juillet 2019	plomb	0,2	0,08 à 0,32	0,02	0,04	41	80 à 110 %		
Poisson	plomb	0,3	0,13 à 0,47	0,03	0,06	38	80 à 110 %		
Champignons frais cultivés (champignons communs [<i>Agaricus bisporous</i>], shiitake [<i>Lentinula edodes</i>] et pleurotes [<i>Pleurotus ostreatus</i>])	plomb	0,3	0,13 à 0,47	0,03	0,06	38	80 à 110 %		
Légumes feuilles, à l'exception des épinards	plomb	0,3	0,13 à 0,47	0,03	0,06	38	80 à 110 %		
Confitures, gelées et marmelades	plomb	0,4	0,18 à 0,62	0,04	0,08	37	80 à 110 %		
Chutney de mangue	plomb	0,4	0,18 à 0,62	0,04	0,08	37	80 à 110 %		
Olives de table	plomb	0,4	0,18 à 0,62	0,04	0,08	37	80 à 110 %		

Produit	Disposition	LM (mg/kg)	Critères de performance de la méthode						
			Fourchette minimale applicable (mg/kg)	Limite de détection (LOD) (mg/kg)	Limite de quantification (LOQ) (mg/kg)	Précision (RSDR) (%) Pas plus de	Récupération (%)	Exemple de méthodes applicables qui répondent aux critères ¹	Principe
Sel de qualité alimentaire	plomb	1	0,5 à 1,5	0,1	0,2	32	80 à 110 %		
Eaux minérales naturelles	cadmium	0,003	0,0017 à 0,0043	0,0006	0,0012	44	40 à 120 %		
Légumes brassica, à l'exception des légumes feuilles de type brassica	cadmium	0,05	0,03 à 0,07	0,01	0,02	44	60 à 115 %		
Légumes bulbes	cadmium	0,05	0,03 à 0,07	0,01	0,02	44	60 à 115 %		
Légumes fruits, à l'exception des tomates et des champignons comestibles	cadmium	0,05	0,03 à 0,07	0,01	0,02	44	60 à 115 %		
Céréales en grains, à l'exception du sarrasin, du cañihua, du quinoa, du blé et du riz	cadmium	0,1	0,03 à 0,17	0,01	0,02	44	80 à 110 %		
Légumineuses	cadmium	0,1	0,03 à 0,17	0,01	0,02	44	80 à 110 %		
Légumes secs, à l'exception des graines de soja (sèches)	cadmium	0,1	0,03 à 0,17	0,01	0,02	44	80 à 110 %		

Produit	Disposition	LM (mg/kg)	Critères de performance de la méthode						
			Fourchette minimale applicable (mg/kg)	Limite de détection (LOD) (mg/kg)	Limite de quantification (LOQ) (mg/kg)	Précision (RSDR) (%) Pas plus de	Récupération (%)	Exemple de méthodes applicables qui répondent aux critères ¹	Principe
Légumes racines et légumes tubercules, à l'exception du céleri-rave	cadmium	0,1	0,03 à 0,17	0,01	0,02	44	80 à 110 %		
Légumes tiges et légumes à côtes	cadmium	0,1	0,03 à 0,17	0,01	0,02	44	80 à 110 %		
Légumes feuilles	cadmium	0,2	0,08 à 0,32	0,02	0,04	41	80 à 110 %		
Blé (blé tendre, blé dur, épeautre et amidonnier)	cadmium	0,2	0,08 à 0,32	0,02	0,04	41	80 à 110 %		
Chocolat contenant ou déclarant < 30 % de matière sèche totale de cacao	cadmium	0,3	0,13 à 0,47	0,03	0,06	38	80 à 110 %		
Riz, poli	cadmium	0,4	0,18 à 0,62	0,04	0,08	37	80 à 110 %		
Sel de qualité alimentaire	cadmium	0,5	0,23 à 0,77	0,05	0,10	36	80 à 110 %		
Chocolat contenant ou déclarant de ≥ 30 % à < 50 % de matière sèche totale de cacao	cadmium	0,7	0,35 à 1,05	0,07	0,14	34	80 à 110 %		

Produit	Disposition	LM (mg/kg)	Critères de performance de la méthode						
			Fourchette minimale applicable (mg/kg)	Limite de détection (LOD) (mg/kg)	Limite de quantification (LOQ) (mg/kg)	Précision (RSDR) (%) Pas plus de	Récupération (%)	Exemple de méthodes applicables qui répondent aux critères ¹	Principe
Chocolat contenant ou déclarant de ≥ 50 % à < 70 % de matière sèche totale de cacao, y compris le chocolat sucré, le chocolat Gianduja, le chocolat semi-amer de table, le chocolat en vermicelles/copeaux et le chocolat amer de table	cadmium	0,8	0,40 à 1,20	0,08	0,16	33	80 à 110 %		
Chocolat contenant ou déclarant de ≥ 70 % de matière sèche totale de cacao, y compris le chocolat sucré, le chocolat Gianduja, le chocolat semi-amer de table, le chocolat en vermicelles/copeaux et le chocolat amer de table	cadmium	0,9	0,46 à 1,34	0,09	0,18	33	80 à 110 %		
Céphalopodes	cadmium	2	1,1 à 2,9	0,2	0,4	29	80 à 110 %		

Produit	Disposition	LM (mg/kg)	Critères de performance de la méthode						
			Fourchette minimale applicable (mg/kg)	Limite de détection (LOD) (mg/kg)	Limite de quantification (LOQ) (mg/kg)	Précision (RSDR) (%) Pas plus de	Récupération (%)	Exemple de méthodes applicables qui répondent aux critères ¹	Principe
Mollusques marins bivalves (palourdes, coques et moules), à l'exception des huîtres et des coquilles Saint- Jacques	cadmium	2	1,1 à 2,9	0,2	0,4	29	80 à 110 %		

**PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE POUR LES AFLATOXINES TOTALES DANS CERTAINES CÉRÉALES
ET CERTAINS PRODUITS À BASE DE CÉRÉALES, Y COMPRIS LES ALIMENTS
POUR NOURRISSONS ET ENFANTS EN BAS ÂGE**
(pour inclusion dans la norme CXS 193-1995)

Plans d'échantillonnage et critères de performance pour les aflatoxines (AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2) dans le maïs en grains destiné à une transformation ultérieure

Limite maximale	15 µg/kg AFB1+AFB2+AFG1+AFG2
Prélèvements	Prélèvements de 100 g, selon le poids du lot (≥ 0,5 tonne)
Préparation de l'échantillon	Broyage à sec avec un broyeur adéquat (particules inférieures à 0,85 mm – mailles de 20)
Poids de l'échantillon de laboratoire	≥ 5 kg
Nombre d'échantillons de laboratoire	1
Prise d'essai	25 g
Méthode	Sélectionnée selon les critères de performance établis au tableau 3
Règle de décision	Si la somme des résultats de l'analyse des aflatoxines AFB1, AFB2, AFG1 et AFG2 dans l'échantillon de laboratoire est égale ou inférieure à 15 µg/kg, accepter le lot. Sinon, rejeter le lot.

Plans d'échantillonnage et critères de performance pour les aflatoxines (AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2) dans la farine, la semoule et les flocons dérivés du maïs

Limite maximale	10 µg/kg AFB1+AFB2+AFG1+AFG2
Prélèvements	10 x 100 g
Préparation de l'échantillon	Broyage à sec avec un broyeur adéquat (particules inférieures à 0,85 mm – mailles de 20), si nécessaire pour les échantillons grossiers
Poids de l'échantillon de laboratoire	1 kg
Nombre d'échantillons de laboratoire	1
Prise d'essai	25 g
Méthode	Sélectionnée selon les critères de performance établis au tableau 3
Règle de décision	Si la somme des résultats de l'analyse des aflatoxines AFB1, AFB2, AFG1 et AFG2 dans l'échantillon de laboratoire est égale ou inférieure à 10 µg/kg, accepter le lot. Sinon, rejeter le lot.

Plans d'échantillonnage et critères de performance pour les aflatoxines (AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2) dans le riz décortiqué

Limite maximale	20 µg/kg AFB1+AFB2+AFG1+AFG2
Prélèvements	Prélèvements de 100 g, selon le poids du lot (≥ 0,5 tonne)
Préparation de l'échantillon	Broyage à sec avec un broyeur adéquat (particules inférieures à 0,85 mm – mailles de 20)
Poids de l'échantillon de laboratoire	≥ 5 kg
Nombre d'échantillons de laboratoire	1
Prise d'essai	25 g
Méthode	Sélectionnée selon les critères de performance établis au tableau 3
Règle de décision	Si la somme des résultats de l'analyse des aflatoxines AFB1, AFB2, AFG1 et AFG2 dans l'échantillon de laboratoire est égale ou inférieure à 20 µg/kg, accepter le lot. Sinon, rejeter le lot.

Plans d'échantillonnage et critères de performance pour les aflatoxines (AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2) dans le riz poli

Limite maximale	5 µg/kg AFB1+AFB2+AFG1+AFG2
Prélèvements	Prélèvements de 100 g, selon le poids du lot (≥ 0,5 tonne)
Préparation de l'échantillon	Broyage à sec avec un broyeur adéquat (particules inférieures à 0,85 mm – mailles de 20)
Poids de l'échantillon de laboratoire	≥ 5 kg
Nombre d'échantillons de laboratoire	1
Prise d'essai	25 g
Méthode	Sélectionnée selon les critères de performance établis au tableau 3
Règle de décision	Si la somme des résultats de l'analyse des aflatoxines AFB1, AFB2, AFG1 et AFG2 dans l'échantillon de laboratoire est égale ou inférieure à 5 µg/kg, accepter le lot. Sinon, rejeter le lot.

Plans d'échantillonnage et critères de performance pour les aflatoxines (AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2) dans le sorgho

Limite maximale	10 µg/kg AFB1+AFB2+AFG1+AFG2
Prélèvements	Prélèvements de 100 g, selon le poids du lot (≥ 0,5 tonne)
Préparation de l'échantillon	Broyage à sec avec un broyeur adéquat (particules inférieures à 0,85 mm – mailles de 20)
Taille de l'échantillon de laboratoire	≥ 5 kg
Nombre d'échantillons de laboratoire	1
Prise d'essai	25 g
Méthode	Sélectionnée selon les critères de performance établis au tableau 3
Règle de décision	Si la somme des résultats de l'analyse des aflatoxines AFB1, AFB2, AFG1 et AFG2 dans l'échantillon de laboratoire est égale ou inférieure à 10 µg/kg, accepter le lot. Sinon, rejeter le lot.

Plans d'échantillonnage et critères de performance pour les aflatoxines (AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2) dans les aliments à base de céréales pour les nourrissons et les enfants en bas âge

Limite maximale	5 µg/kg AFB1+AFB2+AFG1+AFG2
Prélèvements	10 x 100 g
Préparation de l'échantillon	broyage à sec avec un broyeur adéquat (particules inférieures à 0,85 mm – mailles de 20), si nécessaire pour les échantillons grossiers
Poids de l'échantillon de laboratoire	1 kg
Nombre d'échantillons de laboratoire	1
Prise d'essai	25 g
Méthode	Sélectionnée selon les critères de performance établis au tableau 3
Règle de décision	Si la somme des résultats de l'analyse des aflatoxines AFB1, AFB2, AFG1 et AFG2 dans l'échantillon de laboratoire est égale ou inférieure à 5 µg/kg, accepter le lot. Sinon, rejeter le lot.

Plans d'échantillonnage et critères de performance pour les aflatoxines (AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2) dans les aliments à base de céréales pour les nourrissons et les enfants en bas âge, destinés à des programmes d'aide alimentaire

Limite maximale	10 µg/kg AFB1+AFB2+AFG1+AFG2
Prélèvements	10 x 100 g
Préparation de l'échantillon	Broyage à sec avec un broyeur adéquat (particules inférieures à 0,85 mm – mailles de 20), si nécessaire pour les échantillons grossiers
Taille de l'échantillon de laboratoire	1 kg
Nombre d'échantillons de laboratoire	1
Prise d'essai	25 g
Méthode	Sélectionnée selon les critères de performance établis au tableau 3
Règle de décision	Si la somme des résultats de l'analyse des aflatoxines AFB1, AFB2, AFG1 et AFG2 dans l'échantillon de laboratoire est égale ou inférieure à 10 µg/kg, accepter le lot. Sinon, rejeter le lot.

Définitions

Lot	Quantité identifiable d'un produit alimentaire qui est livré en une seule fois et qui, de l'avis de l'agent d'échantillonnage, présente des caractères communs, comme l'origine, la variété, le type d'emballage, l'emballer, l'expéditeur ou le marquage.
Sous-lot	Partie déterminée d'un gros lot à laquelle sera appliquée la méthode d'échantillonnage. Chaque sous-lot doit être physiquement séparé et identifiable.
Plan d'échantillonnage	Il est défini par une procédure de test pour les aflatoxines et une limite d'acceptation/de rejet. La procédure de test pour les aflatoxines comprend trois étapes: sélection de l'échantillon, préparation de l'échantillon et analyse ou quantification des aflatoxines. La limite d'acceptation/de rejet correspond à un seuil de tolérance habituellement égal à la limite maximale Codex (LM).
Échantillon élémentaire	Quantité de matière prélevée en un seul point aléatoire du lot ou du sous-lot.
Échantillon global	Agrégation de tous les échantillons élémentaires prélevés sur le lot ou le sous-lot. L'échantillon global doit être au moins aussi gros que l'échantillon de laboratoire ou les échantillons combinés.
Échantillon de laboratoire	La plus petite quantité de céréales en grains, de céréales décortiquées ou de produits à base de céréales pulvérisée dans un broyeur. L'échantillon de laboratoire peut être une partie ou la totalité de l'échantillon global. Si l'échantillon global est plus gros que le ou les échantillon(s) de laboratoire, le ou les échantillon(s) de laboratoire devra/devront être prélevé(s) d'une manière aléatoire dans l'échantillon global, de manière à garantir que l'échantillon de laboratoire reste représentatif du sous-lot échantillonné.

Prise d'essai	Partie de l'échantillon de laboratoire pulvérisé. L'échantillon de laboratoire entier doit être pulvérisé dans un broyeur. Une partie de l'échantillon de laboratoire pulvérisé est prélevée d'une manière aléatoire pour l'extraction de l'aflatoxine aux fins de l'analyse chimique.
---------------	--

CONSIDÉRATIONS SUR LE MODÈLE DU PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE**PRODUIT À ÉCHANTILLONNER**

1. Chaque lot de céréales en grains ou de produits à base de céréales destiné à faire l'objet d'un examen relatif aux aflatoxines doit être échantillonné séparément. Les lots supérieurs à 50 tonnes doivent être subdivisés en sous-lots qui seront échantillonnés séparément. Si un lot est supérieur à 50 tonnes, il convient de le subdiviser en sous-lots conformément aux indications figurant au tableau 1.

Tableau 1. Subdivision des sous-lots de céréales en grains en fonction du poids du lot: maïs en grains, sorgho, riz poli et riz décortiqué

Poids du lot (t)	Poids maximal ou nombre minimal de sous-lots	Nombre d'échantillons élémentaires	Poids minimal de l'échantillon de laboratoire (kg)
≥ 1 500	500 tonnes	100	5
> 300 et < 1 500	3 sous-lots	100	5
> 100 et ≤ 300	100 tonnes	100	5
> 50 et < 100	2 sous-lots	100	5
< 50	-	3-100*	5

* Voir le tableau 2.

2. Étant donné que le poids du lot n'est pas toujours un multiple exact des poids des sous-lots, le poids du sous-lot peut excéder la taille mentionnée de 20 % au maximum.

ÉCHANTILLON ÉLÉMENTAIRE

3. Le poids minimal recommandé pour l'échantillon élémentaire de céréales en grains ou de produits à base de céréales doit être de 100 grammes pour les lots de poids ≥ 0,5 tonne.

4. Pour les lots de poids inférieur à 50 tonnes de céréales en grains ou de produits à base de céréales, le plan d'échantillonnage doit être utilisé avec 3 à 100 échantillons élémentaires, selon le poids du lot. Pour les lots de poids très petit (< 0,5 tonne), le nombre d'échantillons élémentaires prélevés peut être plus faible, mais le poids de l'échantillon global agrégeant tous les échantillons élémentaires sera, aussi dans ce cas, d'au moins 5 kg. Le tableau 2 peut être utilisé pour déterminer le nombre d'échantillons élémentaires à prélever.

Tableau 2. Nombre d'échantillons élémentaires de céréales en grains à prélever selon le poids du lot: maïs en grains, sorgho, riz poli et riz décortiqué

Poids du lot (t)	Nombre d'échantillons élémentaires	Poids minimal de l'échantillon de laboratoire (kg)
≤ 0,05	3	5
> 0,05 à ≤ 0,5	5	5
> 0,5 à ≤ 1	10	5
> 1 à ≤ 3	20	5
> 3 à ≤ 10	40	5
> 10 à ≤ 20	60	5
> 20 à < 50	100	5

LOTS STATIQUES

5. On entend par lot statique une masse importante de céréales en grains ou de produits à base de céréales contenue soit dans un seul grand conteneur, comme une remorque, un camion ou un wagon, soit dans de nombreux petits conteneurs tels que des sacs ou des boîtes, les céréales en grains et les produits à base de céréales étant immobiles au moment du prélèvement de l'échantillon. Le prélèvement purement aléatoire d'un échantillon dans un lot statique peut s'avérer difficile car tous les conteneurs du lot ou du sous-lot ne sont pas nécessairement accessibles.

6. Le prélèvement d'échantillons élémentaires dans un lot statique exige habituellement l'emploi de dispositifs de sondage pour sélectionner le produit dans le lot. Les dispositifs de sondage utilisés doivent être spécialement conçus pour le produit et le type de conteneur concernés. La sonde 1) doit être assez longue pour atteindre tout le produit, 2) ne doit exclure aucun élément du lot, et 3) ne doit pas altérer les éléments du lot. Comme mentionné ci-dessus, l'échantillon global doit être un mélange de multiples petits échantillons élémentaires du produit prélevés dans le lot en de nombreux points différents.

7. S'agissant des lots commercialisés sous emballages individuels, la fréquence d'échantillonnage (SF), ou le nombre de paquets dans lesquels les échantillons élémentaires sont prélevés, est fonction du poids du lot (LT), du poids de l'échantillon élémentaire (IS), du poids de l'échantillon global (AS) et du poids d'un paquet individuel (IP), comme suit:

$$SF = (LT \times IS) / (AS \times IP).$$

8. La fréquence d'échantillonnage (SF) est égale au nombre de paquets échantillonnés. Tous les poids doivent être exprimés dans la même unité de masse, par exemple en kilogrammes.

LOTS DYNAMIQUES

9. Il est plus facile d'obtenir des échantillons globaux représentatifs lorsque les échantillons élémentaires sont sélectionnés à partir d'un flux continu de céréales en grains ou de produits à base de céréales à un moment où le lot est transféré d'un endroit à un autre. Pour prélever des échantillons dans un flux continu, prendre des petits échantillons élémentaires du produit tout au long du passage du flux; agréger les échantillons élémentaires afin d'obtenir un échantillon global; si l'échantillon global est plus gros que le ou les échantillon(s) de laboratoire requis, mélanger et subdiviser l'échantillon global pour obtenir un ou des échantillon(s) de laboratoire du poids désiré.

10. Des dispositifs d'échantillonnage automatique, comme l'échantillonneur transversal, sont vendus dans le commerce, dotés de compte-minutes. Ils effectuent automatiquement des prélèvements dans le flux, à intervalles préétablis et réguliers, à l'aide d'un bec déflecteur. Quand on ne dispose pas de matériel d'échantillonnage automatique, une personne peut être chargée de passer manuellement une palette dans le flux à intervalles réguliers pour collecter les échantillons élémentaires. Que la méthode soit automatique ou manuelle, les échantillons élémentaires doivent être prélevés et mélangés à intervalles fréquents et réguliers pendant toute la durée du passage du flux de céréales au point d'échantillonnage.

11. Les échantillonneurs transversaux doivent être installés de la manière suivante: 1) le plan de l'ouverture du bec déflecteur doit être perpendiculaire à la direction du flux; 2) le bec déflecteur doit traverser toute la section du flux; et 3) l'ouverture du bec déflecteur doit être assez large pour pouvoir collecter tous les éléments intéressants du lot. En règle générale, la largeur de l'ouverture du bec déflecteur doit être environ deux à trois fois supérieure aux dimensions maximales des éléments du lot.

12. Le poids en kg de l'échantillon global (S) prélevé dans un lot par un échantillonneur transversal, est égal à:

$$S = (D \times LT) / (T \times V),$$

où D est la largeur (en cm) de l'ouverture du bec déflecteur, LT est le poids (en kg) du lot, T est l'intervalle ou le temps (en secondes) qui s'écoule entre chaque passage du bec dans le flux et V est la vitesse (en cm/sec) du bec.

13. Si le débit massique du flux, MR (kg/sec), est connu, la fréquence de l'échantillonnage (SF), ou le nombre de passages effectués par le bec déflecteur automatique, peut être exprimée sous la forme d'une fonction de S, V, D, et MR, comme suit: $SF = (S \times V) / (D \times MR)$.

EMBALLAGE ET TRANSPORT DES ÉCHANTILLONS

14. Chaque échantillon de laboratoire sera placé dans un récipient propre et inerte offrant une protection adéquate contre la contamination et la lumière du jour, et contre tout dommage pendant le transit. Toutes les précautions nécessaires seront prises pour éviter une quelconque variation de la composition de l'échantillon de laboratoire qui pourrait survenir durant le transport ou l'entreposage. Les échantillons devront être entreposés dans un endroit frais et à l'obscurité.

PLOMBAGE ET ÉTIQUETAGE DES ÉCHANTILLONS

15. Chaque échantillon de laboratoire prélevé pour un usage officiel sera plombé sur le lieu de l'échantillonnage et identifié. Pour que chaque lot puisse être identifié sans ambiguïté, chaque échantillon sera enregistré avec mention de la date et du lieu d'échantillonnage ainsi que de toute information supplémentaire susceptible d'être utile à l'analyste.

PRÉCAUTIONS PENDANT LA PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

16. La lumière du jour est autant que possible à éviter pendant la préparation des échantillons, car les aflatoxines peuvent se décomposer progressivement sous l'influence des ultraviolets. Par ailleurs, il convient de contrôler la température ambiante et l'humidité relative afin de ne pas favoriser le développement de moisissures et la formation d'aflatoxines.

HOMOGENÉISATION – BROYAGE

17. La répartition des aflatoxines étant extrêmement hétérogène, il faut homogénéiser les échantillons de laboratoire en broyant la totalité de l'échantillon reçu par le laboratoire. L'homogénéisation est un procédé qui permet de réduire la taille des particules et de disperser uniformément les particules contaminées dans l'ensemble de l'échantillon de laboratoire pulvérisé.

18. L'échantillon de laboratoire doit être finement pulvérisé et parfaitement mélangé au moyen d'un procédé qui assure une homogénéisation aussi complète que possible. Une homogénéisation complète suppose que la taille des particules est extrêmement réduite et que la variabilité associée à la préparation des échantillons est réduite à un minimum. Après broyage, le broyeur doit être nettoyé pour éviter toute contamination croisée par les aflatoxines.

PRISE D'ESSAI

19. Le poids recommandé pour la prise d'essai prélevée dans l'échantillon de laboratoire broyé doit être approximativement de 25 g. Si l'échantillon de laboratoire est préparé en utilisant une bouillie liquide, celle-ci doit contenir 25 g de produit.

20. Les procédures de sélection de la prise d'essai de 25 g dans l'échantillon de laboratoire pulvérisé doivent être appliquées d'une manière aléatoire. Si le mélange a eu lieu pendant ou après le processus de pulvérisation, la prise d'essai de 25 g peut être sélectionnée dans n'importe quelle partie de l'échantillon de laboratoire broyé. Sinon, la prise d'essai de 25 g doit être obtenue par l'agrégation de plusieurs petites portions sélectionnées dans l'ensemble de l'échantillon de laboratoire.

MÉTHODES ANALYTIQUES

21. Il convient d'utiliser une approche fondée sur des critères, qui établit une série de critères de performance auxquels la méthode d'analyse utilisée doit être conforme. Une approche de ce type présente l'avantage de ne pas donner de détails précis sur la méthode utilisée, ce qui permet de profiter des avancées de la méthodologie sans avoir à réexaminer ou à modifier la méthode concernée. Une liste des critères et des niveaux de performance possibles est présentée au tableau 3. L'utilisation de cette approche laisse les laboratoires libres d'utiliser la méthode analytique la plus adaptée à leurs installations.

Tableau 3. Critères méthodologiques pour les aflatoxines totales dans les céréales, en considérant un rapport AFB1:AFB2:AFG1:AFG2 de 1:1:1:1.

Produit	Analyte	LM (µg/kg)	LOD (µg/kg)	LOQ (µg/kg)	Précision (%)	Fourchette minimale applicable (µg/kg)	Récupération (%)
Maïs en grains	AF B1+B2+G1+G2	15	≤ 3	≤ 6	< 44	8,4 à 21,6	60 à 115
	AFB1	-	≤ 0,75	≤ 1,5	< 44	2,1 à 5,4	40 à 120
	AFB2	-	≤ 0,75	≤ 1,5	< 44	2,1 à 5,4	40 à 120
	AFG1	-	≤ 0,75	≤ 1,5	< 44	2,1 à 5,4	40 à 120
	AFG2	-	≤ 0,75	≤ 1,5	< 44	2,1 à 5,4	40 à 120
Farine de maïs, farine, semoule et flocons dérivés du maïs; sorgho en grains; aliments à base de céréales pour les nourrissons et les enfants en bas âge, destinés à des programmes d'aide alimentaire	AF B1+B2+G1+G2	10	≤ 2	≤ 4	< 44	5,6 à 14,4	60 à 115
	AFB1	-	≤ 0,5	≤ 1,0	< 44	1,4 à 3,6	40 à 120
	AFB2	-	≤ 0,5	≤ 1,0	< 44	1,4 à 3,6	40 à 120
	AFG1	-	≤ 0,5	≤ 1,0	< 44	1,4 à 3,6	40 à 120
	AFG2	-	≤ 0,5	≤ 1,0	< 44	1,4 à 3,6	40 à 120
Riz décortiqué	AF B1+B2+G1+G2	20	≤ 4	≤ 8	< 44	11,2 à 28,8	60 à 115
	AFB1	-	≤ 1,0	≤ 2,0	< 44	2,8 à 7,2	40 à 120
	AFB2	-	≤ 1,0	≤ 2,0	< 44	2,8 à 7,2	40 à 120
	AFG1	-	≤ 1,0	≤ 2,0	< 44	2,8 à 7,2	40 à 120
	AFG2	-	≤ 1,0	≤ 2,0	< 44	2,8 à 7,2	40 à 120
Riz poli; aliments à base de céréales pour les nourrissons et	AF B1+B2+G1+G2	5	≤ 1	≤ 2	< 44	2,8 à 7,2	40 à 120

les enfants en bas âge							
	AFB1	-	$\leq 0,25$	$\leq 0,5$	< 44	0,7 à 1,8	40 à 120
	AFB2	-	$\leq 0,25$	$\leq 0,5$	< 44	0,7 à 1,8	40 à 120
	AFG1	-	$\leq 0,25$	$\leq 0,5$	< 44	0,7 à 1,8	40 à 120
	AFG2	-	$\leq 0,25$	$\leq 0,5$	< 44	0,7 à 1,8	40 à 120

1.6 LAIT ET PRODUITS LAITIERS

(* Les notes de bas de page 13 et 14 des méthodes pour l'extrait sec dégraissé du lait et l'eau (l'humidité) sont équivalentes à celles qui figurent dans la norme CXS 234-1999.)

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
<u>Poudres de perméat de lait</u>	<u>Lactose</u>	<u>ISO 22662 FIL 198</u>	<u>Chromatographie en phase liquide à haute performance</u>	<u>II</u>
Mélange de lait concentré écrémé et de graisse végétale	Matières grasses totales	ISO 23318 FIL 249	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Mélange de lait concentré écrémé et de graisse végétale	Extrait sec dégraissé du lait ¹³	ISO 6731 FIL 21 et ISO 23318 FIL 249	Calcul à partir de la teneur totale en extrait sec et de la teneur en matières grasses Gravimétrie (séchage à 102 °C) et Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Mélange de lait concentré écrémé et de graisse végétale	Protéine du lait dans l'extrait sec dégraissé du lait ¹³	ISO 6731 FIL 21 et ISO 23318 FIL 249 et ISO 8968-1 FIL 20-1	Calcul à partir de la teneur totale en extrait sec, de la teneur en matières grasses et de la teneur en protéine Gravimétrie (séchage à 102 °C) et Gravimétrie (Röse-Gottlieb) et Titrimétrie (Kjeldahl)	IV
Mélange de lait concentré écrémé et de graisse végétale	Protéine du lait dans l'extrait sec dégraissé du lait ¹³	ISO 6731 FIL 21 et ISO 23318 FIL 249 et AOAC 991.20	Calcul à partir de la teneur totale en extrait sec, de la teneur en matières grasses et de la teneur en protéine Gravimétrie (séchage à 102 °C) et Gravimétrie (Röse-Gottlieb) et Titrimétrie (Kjeldahl)	IV
Mélange de lait concentré écrémé et de graisse végétale à faible teneur en matières grasses	Matières grasses totales	ISO 23318 FIL 249	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
Mélange de lait concentré écrémé et de graisse végétale à faible teneur en matières grasses	Extrait sec dégraissé du lait ¹³	ISO 6731 FIL 21 et ISO 23318 FIL 249	Calcul à partir de la teneur totale en extrait sec et de la teneur en matières grasses Gravimétrie (séchage à 102 °C) et Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Mélange de lait concentré écrémé et de graisse végétale à faible teneur en matières grasses	Protéine du lait dans l'extrait sec dégraissé du lait ¹³	ISO 6731 FIL 21 et ISO 23318 FIL 249 et ISO 8968-1 FIL 20-1	Calcul à partir de la teneur totale en extrait sec, de la teneur en matières grasses et de la teneur en protéine Gravimétrie (séchage à 102 °C) et Gravimétrie (Röse-Gottlieb) et Titrimétrie (Kjeldahl)	IV
Mélange de lait concentré écrémé et de graisse végétale à faible teneur en matières grasses	Protéine du lait dans l'extrait sec dégraissé du lait ¹³	ISO 6731 FIL 21 et ISO 23318 FIL 249 et AOAC 991.20	Calcul à partir de la teneur totale en extrait sec, de la teneur en matières grasses et de la teneur en protéine Gravimétrie (séchage à 102 °C) et Gravimétrie (Röse-Gottlieb) et Titrimétrie (Kjeldahl)	IV
Mélange de lait écrémé et de graisse végétale en poudre	Matières grasses totales	ISO 23318 FIL 249	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Mélange de lait écrémé et de graisse végétale en poudre	Eau¹⁴ (humidité)	Description à l'appendice D*	Gravimétrie (séchage à 102 °C)	IV
Mélange de lait écrémé et de graisse végétale en poudre	Protéine du lait dans l'extrait sec dégraissé du lait ¹³	ISO 5537 FIL 26 et ISO 23318 FIL 249 et ISO 8968-1 FIL 20-1	Calcul à partir de la teneur totale en extrait sec, de la teneur en matières grasses et de la teneur en protéine Gravimétrie (séchage à 87 °C) et Gravimétrie (Röse-Gottlieb) et Titrimétrie (Kjeldahl)	IV

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
Mélange de lait écrémé et de graisse végétale en poudre	Protéine du lait dans l'extrait sec dégraissé du lait ¹³	Description à l'appendice D* et dans ISO 23318 FIL 249 et ISO 8968-1 FIL 20-1	Calcul à partir de la teneur totale en extrait sec, de la teneur en matières grasses et de la teneur en protéine Gravimétrie (séchage à 102 °C) et Gravimétrie (Röse-Gottlieb) et Titrimétrie (Kjeldahl)	IV
Mélange de lait écrémé et de graisse végétale en poudre	Protéine du lait dans l'extrait sec dégraissé du lait ¹³	ISO 5537 FIL 26 et ISO 23318 FIL 249 et AOAC 991.20	Calcul à partir de la teneur totale en extrait sec, de la teneur en matières grasses et de la teneur en protéine Gravimétrie (séchage à 87 °C) et Gravimétrie (Röse-Gottlieb) et Titrimétrie (Kjeldahl)	IV
Mélange de lait écrémé et de graisse végétale en poudre	Protéine du lait dans l'extrait sec dégraissé du lait¹³	Description à l'appendice D* et dans ISO 23318 FIL 249 et AOAC 991.20	Calcul à partir de la teneur totale en extrait sec, de la teneur en matières grasses et de la teneur en protéine Gravimétrie (séchage à 102 °C) et Gravimétrie (Röse-Gottlieb) et Titrimétrie (Kjeldahl)	IV
Mélange de lait écrémé et de graisse végétale en poudre à faible teneur en matières grasses	Matières grasses totales	ISO 23318 FIL 249	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Mélange de lait écrémé et de graisse végétale en poudre à faible teneur en matières grasses	Eau ¹⁴ (humidité)	Description à l'appendice D*	Gravimétrie (séchage à 102 °C)	IV

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
Mélange de lait écrémé et de graisse végétale en poudre à faible teneur en matières grasses	Protéine du lait dans l'extrait sec dégraissé du lait ¹³	ISO 5537 FIL 26 et ISO 23318 FIL 249 et ISO 8968-1 FIL 20-1	Calcul à partir de la teneur totale en extrait sec, de la teneur en matières grasses et de la teneur en protéine Gravimétrie (séchage à 87 °C) et Gravimétrie (Röse-Gottlieb) et Titrimétrie (Kjeldahl)	IV
Mélange de lait écrémé et de graisse végétale en poudre à faible teneur en matières grasses	Protéine du lait dans l'extrait sec dégraissé du lait¹³	Description à l'appendice D* et dans ISO 23318 FIL 249 et ISO 8968-1 FIL 20-1	Calcul à partir de la teneur totale en extrait sec, de la teneur en matières grasses et de la teneur en protéine Gravimétrie (séchage à 102 °C) et Gravimétrie (Röse-Gottlieb) et Titrimétrie (Kjeldahl)	IV
Mélange de lait écrémé et de graisse végétale en poudre à faible teneur en matières grasses	Protéine du lait dans l'extrait sec dégraissé du lait ¹³	ISO 5537 FIL 26 et ISO 23318 FIL 249 et AOAC 991.20	Calcul à partir de la teneur totale en extrait sec, de la teneur en matières grasses et de la teneur en protéine Gravimétrie (séchage à 87 °C) et Gravimétrie (Röse-Gottlieb) et Titrimétrie (Kjeldahl)	IV
Mélange de lait écrémé et de graisse végétale en poudre à faible teneur en matières grasses	Protéine du lait dans l'extrait sec dégraissé du lait¹³	Description à l'appendice D* et dans ISO 23318 FIL 249 et AOAC 991.20	Calcul à partir de la teneur totale en extrait sec, de la teneur en matières grasses et de la teneur en protéine Gravimétrie (séchage à 102 °C) et Gravimétrie (Röse-Gottlieb) et Titrimétrie (Kjeldahl)	IV
Mélange de lait concentré écrémé sucré et de graisse végétale	Matières grasses totales	ISO 23318 FIL 249	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
Mélange de lait concentré écrémé sucré et de graisse végétale (pour les produits sucrés avec du saccharose uniquement)	Extrait sec dégraissé du lait ¹³	ISO 6734 FIL 15 et ISO 23318 FIL 249 et ISO 2911 FIL 35	Calcul à partir de la teneur totale en extrait sec, de la teneur en matières grasses et de la teneur en saccharose Gravimétrie (séchage à 102 °C) et gravimétrie (Röse-Gottlieb) et Polarimétrie	IV
Mélange de lait concentré écrémé sucré et de graisse végétale (pour les produits sucrés avec du saccharose uniquement)	Protéine du lait dans l'extrait sec dégraissé du lait ¹³	ISO 6734 FIL 15 et ISO 23318 FIL 249 et ISO 2911 FIL 35 et ISO 8968-1 FIL 20-1	Calcul à partir de la teneur totale en extrait sec, de la teneur en matières grasses, de la teneur en saccharose et de la teneur en protéine Gravimétrie (séchage à 102 °C) et Gravimétrie (Röse-Gottlieb) et Polarimétrie et Titrimétrie (Kjeldahl)	IV
Mélange de lait concentré écrémé sucré et de graisse végétale (pour les produits sucrés avec du saccharose uniquement)	Protéine du lait dans l'extrait sec dégraissé du lait ¹³	ISO 6734 FIL 15 et ISO 23318 FIL 249 et ISO 2911 FIL 35 et AOAC 991.20	Calcul à partir de la teneur totale en extrait sec, de la teneur en matières grasses, de la teneur en saccharose et de la teneur en protéine Gravimétrie (séchage à 102 °C) et Gravimétrie (Röse-Gottlieb) et Polarimétrie et Titrimétrie (Kjeldahl)	IV
Mélange de lait concentré écrémé sucré et de graisse végétale à faible teneur en matières grasses	Matières grasses totales	ISO 23318 FIL 249	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
Mélange de lait concentré écrémé sucré et de graisse végétale à faible teneur en matières grasses (pour les produits sucrés avec du saccharose uniquement)	Extrait sec dégraissé du lait ¹³	ISO 6734 FIL 15 et ISO 23318 FIL 249 et ISO 2911 FIL 35	Calcul à partir de la teneur totale en extrait sec, de la teneur en matières grasses et de la teneur en saccharose Gravimétrie (séchage à 102 °C) et Gravimétrie (Röse-Gottlieb) et Polarimétrie	IV
Mélange de lait concentré écrémé sucré et de graisse végétale à faible teneur en matières grasses (pour les produits sucrés avec du saccharose uniquement)	Protéine du lait dans l'extrait sec dégraissé du lait ¹³	ISO 6734 FIL 15 et ISO 23318 FIL 249 et ISO 2911 FIL 35 et ISO 8968-1 FIL 20-1	Calcul à partir de la teneur totale en extrait sec, de la teneur en matières grasses, de la teneur en saccharose et de la teneur en protéine Gravimétrie (séchage à 102 °C) et gravimétrie (Röse-Gottlieb) et Polarimétrie et Titrimétrie (Kjeldahl)	IV
Mélange de lait concentré écrémé sucré et de graisse végétale à faible teneur en matières grasses (pour les produits sucrés avec du saccharose uniquement)	Protéine du lait dans l'extrait sec dégraissé du lait ¹³	ISO 6734 FIL 15 et ISO 23318 FIL 249 et ISO 2911 FIL 35 et AOAC 991.20	Calcul à partir de la teneur totale en extrait sec, de la teneur en matières grasses, de la teneur en saccharose et de la teneur en protéine Gravimétrie (séchage à 102 °C) et gravimétrie (Röse-Gottlieb) Polarimétrie et Titrimétrie (Kjeldahl)	IV
Fromage	Matière grasse laitière	ISO 23319 FIL 250	Gravimétrie (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Fromages individuels	Matière grasse laitière dans la matière sèche	ISO 5534 FIL 4 ISO 23319 FIL 250	Calcul à partir de la teneur en matière sèche et de la teneur en matières grasses Gravimétrie (séchage à 102 °C) et Gravimétrie	I
Fromages conservés en saumure	Matière grasse laitière dans la matière sèche	ISO 5534 FIL 4 ISO 23319 FIL 250	Calcul à partir de la teneur en matière sèche et de la teneur en matières grasses	I

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
			Gravimétrie (séchage à 102 °C) et Gravimétrie (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	
Cottage cheese	Matière sèche dégraissée	ISO 5534 FIL 4 et ISO 23319 FIL 250	Calcul à partir de la teneur en matière sèche et de la teneur en matières grasses Gravimétrie (séchage à 102 °C) Gravimétrie (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Cottage cheese (pour les échantillons contenant au maximum 5 % de lactose)	Matière grasse laitière dans la matière sèche	ISO 5534 FIL 4 et ISO 23319 FIL 250	Calcul à partir de la teneur en matière sèche et de la teneur en matières grasses Gravimétrie (séchage à 102 °C) et Gravimétrie (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Cottage cheese (pour les échantillons contenant au maximum 5 % de lactose)	Matière grasse laitière	ISO 23319 FIL 250	Gravimétrie (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Fromage frais à tartiner	Humidité (hors matières grasses)	ISO 5534 FIL 4 ISO 23319 FIL 250	Calcul à partir de la teneur en matières grasses et de la teneur en eau Gravimétrie (séchage à 102 °C dans un four à air pulsé) Gravimétrie (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Poudres de perméat de lait	Matière grasse laitière	ISO 23318 FIL 249	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Caséine alimentaire et produits dérivés	Matière grasse laitière (matières grasses totales)	ISO 23319 FIL 250	Gravimétrie (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Laits en poudre et crèmes en poudre	Eau¹⁴ (humidité)	Description à l'appendice D	Gravimétrie (séchage à 102 °C)	IV

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
Laits en poudre et crèmes en poudre	Matière grasse laitière	ISO 23318 FIL 249	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Mozzarella	Matière grasse laitière dans la matière sèche, à forte humidité	ISO 5534 FIL 4 et ISO 23319 FIL 250	Calcul à partir de la teneur en matière sèche et de la teneur en matières grasses Gravimétrie (séchage à 102 °C) et Gravimétrie (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Mozzarella	Matière grasse laitière dans la matière sèche, à faible humidité	ISO 5534 FIL 4 et ISO 23319 FIL 250	Calcul à partir de la teneur en matière sèche et de la teneur en matières grasses Gravimétrie (séchage à 102 °C) et Gravimétrie (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Fromages de lactosérum obtenus par coagulation	Matière grasse laitière	ISO 23319 FIL 250	Gravimétrie (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Fromages de lactosérum obtenus par coagulation	Matière grasse laitière dans la matière sèche	ISO 23319 FIL 250 et ISO 5534 FIL 4	Calcul à partir de la teneur en matières grasses et de la teneur en matière sèche Gravimétrie (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff) Gravimétrie (séchage à 102 °C)	I
Laits fermentés	Matière grasse laitière	ISO 23318 FIL 249	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Crème	Matière grasse laitière	ISO 23318 FIL 249	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Crèmes à faible teneur en matière grasse laitière	Matière grasse laitière	ISO 23318 FIL 249 / AOAC 995.19	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Laits concentrés	Matière grasse laitière	ISO 23318 FIL 249	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
Laits concentrés	Protéine du lait dans l'extrait sec dégraissé du lait ¹³	ISO 6731 FIL 21 et ISO 23318 FIL 249 et ISO 8968-1 FIL 20-1	Calcul à partir de la teneur totale en extrait sec, de la teneur en matières grasses et de la teneur en protéine Gravimétrie (séchage à 102 °C) et Gravimétrie (Röse-Gottlieb) et Titrimétrie (Kjeldahl)	I
Lait concentré sucré	Matière grasse laitière	ISO 23318 FIL 249	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Laits concentrés sucrés (pour les produits sucrés avec du saccharose uniquement)	Protéine du lait dans l'extrait sec dégraissé du lait ¹³	ISO 6734 FIL 15 et ISO 23318 FIL 249 et ISO 2911 FIL 35 et ISO 8968-1 FIL 20-1	Calcul à partir de la teneur totale en extrait sec, de la teneur en matières grasses, de la teneur en saccharose et de la teneur en protéine Gravimétrie (séchage à 102 °C) et polarimétrie Gravimétrie (Röse-Gottlieb) Titrimétrie (Kjeldahl)	I
Fromages de lactosérum obtenus par concentration (teneur en glucides inférieure à 5 %)	Matière grasse laitière (matières grasses totales)	ISO 23318 FIL 249	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Fromages de lactosérum obtenus par concentration (teneur en glucides inférieure à 5 %)	Matière grasse laitière dans la matière sèche (matières grasses totales dans la matière sèche)	ISO 23318 FIL 249 et ISO 2920 FIL 58	Calcul à partir de la teneur en matières grasses et de la teneur en matière sèche Gravimétrie (Röse-Gottlieb) Gravimétrie (séchage à 88 °C)	I
Poudres de lactosérum	Matière grasse laitière	ISO 23318 FIL 249	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Préparations pour nourrissons	Matières grasses totales	AOAC 989.05 ISO 23318 FIL 249	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I

* **En raison de l'accessibilité du matériel et de l'étalonnage liés à la méthode ISO 5537 | FIL 26, la méthode décrite dans l'appendice est indiquée comme étant de type IV.**

ANNEXE D – Méthode de test d'humidité à pression normale à (102 ± 2) °C

Produits	Paramètre
Lait en poudre, crème en poudre et mélange de lait écrémé en poudre et de graisse végétale	Humidité
<p>DESCRIPTION DE LA MÉTHODE: DÉTERMINATION DE L'HUMIDITÉ</p> <p>1. CHAMP D'APPLICATION</p> <p>La présente norme décrit une méthode pour la détermination de la teneur en eau dans tous les types de lait en poudre, de crème en poudre et de mélange de lait écrémé en poudre et de graisse végétale.</p> <p>2. DÉFINITION</p> <p>La teneur correspond à la perte de masse déterminée au moyen du procédé décrit dans la présente norme. Elle est exprimée en pourcentage de masse (g/100 g).</p> <p>3. PRINCIPE</p> <p>Une partie de l'échantillon est mise à sécher dans un four réglé à (102 ± 2) °C jusqu'à la stabilisation du poids puis est pesée pour déterminer la perte de masse.</p> <p>4. MATÉRIEL</p> <p>Matériel de laboratoire courant, notamment:</p> <p>4.1. Balance analytique, caractérisée par une précision de 1 mg et une résolution minimale de 0,1 mg.</p> <p>4.2. Four de séchage, bien ventilé, si possible à air pulsé, capable d'être maintenu à la température constante de (102 ± 2) °C pendant toute la période de travail, au moyen d'un régulateur de température.</p> <p>4.3. Dessiccateur, avec gel de silice fraîchement régénéré et hygromètre, ou avec tout autre agent dessiccant efficace.</p> <p>4.4. Capsules à fond plat, d'environ 25 mm de profondeur et 50 mm de diamètre, en matériau adapté (par exemple, verre, acier inoxydable, nickel ou aluminium), munies d'un couvercle hermétique aisément amovible.</p> <p>5. ÉCHANTILLONNAGE</p> <p>Il est essentiel que le laboratoire reçoive un échantillon réellement représentatif et que cet échantillon n'ait été ni endommagé ni modifié durant le transport et l'entreposage.</p> <p>La méthode décrite dans la présente norme ne porte pas sur l'échantillonnage. Une méthode d'échantillonnage recommandée est indiquée dans ISO 707 FIL 50.</p> <p>6. PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS D'ESSAI</p> <p>Transférer la totalité de l'échantillon dans un conteneur sec, hermétiquement fermé, d'une capacité égale à environ deux fois le volume de l'échantillon. Bien mélanger en tournant et en secouant le conteneur.</p>	

7. PROCÉDURE

7.1. Préparation de la capsule

7.1.1. Faire chauffer la capsule ouverte et son couvercle (4.4) dans le four (4.2) réglé à (102 ± 2) °C, pendant 1 heure.

7.1.2. Transférer la capsule fermée par son couvercle dans le dessiccateur (4.3), la laisser refroidir à la température ambiante dans la salle des balances, et effectuer la pesée (4.1) à 0,1 mg près.

7.2. Échantillon d'essai

7.2.1. Placer 1 à 1,5 g de l'échantillon d'essai préparé (6) dans la capsule, mettre le couvercle et effectuer la pesée à 0,1 mg près.

7.3. Détermination

7.3.1. Enlever le couvercle de la capsule et placer celle-ci et le couvercle dans le four (4.2), réglé à (102 ± 2) °C pendant 2 heures.

7.3.2. Remettre le couvercle, transférer la capsule fermée dans le dessiccateur, la laisser refroidir à la température ambiante dans la salle des balances, et effectuer la pesée à 0,1 mg près.

7.3.3. Enlever le couvercle de la capsule et chauffer celle-ci et le couvercle encore une fois dans le four pendant 1 heure. Puis répéter l'opération 7.3.2.

7.3.4. Répéter ce processus jusqu'à ce que la variation de la masse entre deux pesées successives ne dépasse pas 0,5 mg. Enregistrer la masse la plus faible.

8. CALCUL ET EXPRESSION DES RESULTATS

8.1. Calcul

La teneur en eau de l'échantillon, exprimée en g/100 g, est égale à:

$$\text{Humidité} = \frac{(m_1 - m_2) \times 100}{(m_1 - m_0)}$$

où,

m_0 est la masse, en grammes, de la capsule et de son couvercle (7.1.2),

m_1 est la masse, en grammes, de la capsule, de son couvercle et de l'échantillon d'essai avant dessiccation (7.2.1),

m_2 est la masse, en grammes, de la capsule, de son couvercle et de l'échantillon d'essai après dessiccation (7.3.4).

8.2. Expression des résultats de l'essai

Exprimer les résultats de l'essai avec deux décimales.

1.7 GRAISSES ET HUILES

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
Graisses et huiles	<u>Antioxydants phénoliques synthétiques</u>	<u>AOCS Ce 6-86 AOCS Ce 6a-2021</u>	Chromatographie en phase liquide	II
Graisses et huiles	<u>Antioxydants phénoliques synthétiques</u>	AOAC 983.15	Chromatographie en phase liquide	III
Huiles de poisson	Composition en acides gras	<u>AOCS Ce 2b-11 Ce 2c-66 et AOCS Ce 1i-07 / AOCS Ce 1j-07</u>	<u>Préparation d'esters méthyliques et chromatographie en phase gazeuse</u>	III
Huiles de poisson	Composition en acides gras	<u>ISO 12966-2 et ISO 12966-4</u>	<u>Préparation d'esters méthyliques et chromatographie en phase gazeuse</u>	III
Graisses animales portant un nom spécifique	Composition en acides gras	<u>AOCS Ce 2-66 et Ce 1j-07</u>	<u>Préparation d'esters méthyliques et chromatographie en phase gazeuse</u>	II
Graisses animales portant un nom spécifique	Composition en acides gras	<u>ISO 12966-2 et ISO 12966-4</u>	<u>Préparation d'esters méthyliques et chromatographie en phase gazeuse</u>	‡ III
Graisses animales portant un nom spécifique	Titre	<u>ISO 935</u>	Thermométrie	I
Graisses animales portant un nom spécifique	Titre	<u>AOCS Cc 12-59^a</u>	Thermométrie	‡ IV

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
Huiles végétales portant un nom spécifique	Indice de Crismer	AOCS Cb 4-35 et AOCS Ca 5a-40	Calcul à partir de la composition individuelle en acides gras (chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques) et de la turbidité	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Réaction d'Halphen	AOCS Cb 1-25	Colorimétrie	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Matière insaponifiable	<u>ISO 3596 / AOCS Ca 6b-53</u>	<u>Extraction à l'éther diéthylique et gravimétrie, séchage à 103°C et titrimétrie (colorimétrie) et correction pour la titrimétrie des acides gras libres (colorimétrie)^c</u>	I
Huiles végétales portant un nom spécifique	Matière insaponifiable	<u>ISO 18609^b</u>	<u>Extraction à l'hexane et gravimétrie, séchage à 103°C et titrimétrie (colorimétrie) et correction pour la titrimétrie des acides gras libres (colorimétrie)^c</u>	† IV
Huile de poisson	<u>Vitamine A^d</u>	Monographie de Pharmeuropa (Pharmacopée Européenne) sur l'huile de foie de morue (Type A), monographie 01/2005:1192, avec point final de la chromatographie en phase liquide 2.2.29.	CL <u>Chromatographie en phase liquide</u>	III
Huile de poisson	<u>Vitamine A^d</u>	EN 12823-1 (Détermination de la vitamine A par chromatographie en phase liquide à haute performance – Partie 1: Dosage du tout-E-rétinol et du 13-Z-rétinol)	CL <u>Chromatographie en phase liquide</u>	###II
Huile de poisson	Vitamine D ^e	NMKL 167 / EN 12821 (Détermination de la teneur en vitamine D par chromatographie en phase liquide à haute performance – Calcul du	CL <u>Chromatographie en phase liquide</u>	###II

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
		cholécalférol (D3) et de l'ergocalciferol (D2)		

^a AOCS Cc 12-59 est la méthode préférée dans certaines régions. En raison de la différence dans l'application pratique de la méthode AOCS Cc 12-59 comparée à ISO 935, elle est classifiée en tant que méthode de Type IV.

^b Les résultats obtenus avec la méthode ISO 18609 sont systématiquement inférieurs. Dans le cas de limitations dues au climat ou aux réglementations qui interdisent l'utilisation de l'éther diéthylique, la méthode ISO 18609 peut être utilisée au lieu de la méthode de Type I.

^c La technique utilisée dans la méthode ISO 18609 est gravimétrique. La correction par la méthode de titrage et de colorimétrie sera effectuée seulement s'il est nécessaire de faire la correction pour les acides gras libres.

^d La norme correspondante sur les huiles de poisson (CXS 329-2017) indique que la vitamine A est exprimée en «équivalents de rétinol», une valeur qui tient compte du fait que les différents vitamères de la vitamine A n'ont pas la même activité. La norme ISO/TR 23304:2021 «Produits alimentaires – Document d'orientation sur la manière d'exprimer les teneurs en vitamines et en leurs vitamères» peut fournir des éclaircissements à ce sujet, par exemple concernant les activités pertinentes des niveaux du tout-E-rétinol et des niveaux du 13-Z-rétinol.

^e La disposition se réfère à la vitamine D2 et la vitamine D3.

1.8 CÉRÉALES, LÉGUMES SECS ET LÉGUMINEUSES

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
Certains légumes secs (soja)	Humidité	ISO 665	Gravimétrie (séchage au four à 103 °C)	I
Certains légumes secs <u>à l'exception du soja</u>	Humidité	ISO 24557 / AACC 44-17.01	Gravimétrie (séchage au four à 130 °C)	I
Farine de maïs dégermé et gruau de maïs	Matière grasse brute	AOAC 945.38F; et 920.39C et ICC 110/1	Calcul à partir de l'humidité et de la gravimétrie (extraction à l'éther)	I
Farine de maïs dégermé et gruau de maïs	Humidité	ICC 110/1	Gravimétrie (séchage au four à 130 – 133 °C)	I
Farine de maïs dégermé et gruau de maïs	Taille des particules (granularité)	AOAC 965.22 ¹	Gravimétrie (tamisage)	I
Farine de maïs dégermé et gruau de maïs	Protéines	ICC 105/ 2 et ICC 110/1	Calcul à partir de l'humidité et de la titrimétrie (digestion de Kjeldahl)	I
Semoule de blé dur et farine de blé dur	Cendres (semoules)	AOAC 923.03 / ISO 2171 et ISO 712 / ICC 110/1	Calcul à partir de l'humidité et de la gravimétrie (incinération à 550 °C)	I
Semoule de blé dur et farine de blé dur	Humidité	ISO 712 / ICC 110/1	Gravimétrie (séchage au four à 130 – 133 °C)	I
Semoule de blé dur et farine de blé dur	Protéines (N x 5,7)	ICC 105/ 42 et ISO 712 / ICC 110/1	Calcul à partir de l'humidité et de la titrimétrie (digestion de Kjeldahl)	I
Nouilles instantanées	Acidité	décrite dans la norme sera transférée à 234	Titrimétrie (extraction à l'éther)	I
Nouilles instantanées	Humidité	décrite dans la norme sera transférée à 234	Gravimétrie (séchage au four à 105 °C)	I

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
Maïs	Humidité	ISO 6540 / <u>ICC 110/1</u>	Gravimétrie (<u>séchage au four à 130 – 133 °C</u>)	I
Farine de mil chandelle	Cendres	AOAC 923.03 / <u>ISO 2171</u> et <u>ISO 712 / ICC 110/1</u>	Calcul à partir de l'humidité et de la gravimétrie (incinération à 550 °C)	I
Farine de mil chandelle	Matière grasse brute	AOAC 945.38F; <u>et 920.39C</u> et <u>ISO 712 / ICC 110/1</u>	Calcul à partir de l'humidité et de la gravimétrie (extraction à l'éther)	I
Farine de mil chandelle	Fibres brutes	ISO 5498 (B.5 Séparation) <u>et ISO 712 / ICC 110/1</u>	Calcul à partir de l'humidité et de la gravimétrie (extraction et filtration)	I
Farine de mil chandelle	Humidité	ISO 712; / ICC 110/1	Gravimétrie (<u>séchage au four à 130 – 133 °C</u>)	I
Farine de mil chandelle	Protéines	<u>ISO 20483 et ISO 712 / ICC 110/1</u>	Calcul à partir de l'humidité et de la titrimétrie (digestion de Kjeldahl)	I
Farine de sorgho	Matière grasse brute	AOAC 945.38F; <u>et 920.39C</u> et <u>ISO 712 / ICC 110/1</u>	Calcul à partir de l'humidité et de la gravimétrie (extraction à l'éther)	I
Farine de sorgho	Fibres brutes	ICC 113 / ISO 6541 <u>et ISO 712 / ICC 110/1</u>	Calcul à partir de l'humidité et de la gravimétrie (séparation, incinération)	I
Farine de sorgho	Humidité	ISO 712 / ICC 110/1	Gravimétrie (<u>séchage au four à 130 – 133 °C</u>)	I
Farine de sorgho	Taille des particules (granularité)	AOAC 965.22 ¹	Gravimétrie (tamisage)	I

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
Farine de sorgho	Protéines	ICC 105/42 <u>et ISO 712 / ICC 110/1</u>	Calcul à partir de l'humidité et de la titrimétrie (digestion de Kjeldahl)	I
Farine de sorgho	Tanins	ISO 9648 <u>et ISO 712 / ICC 110/1</u>	Calcul à partir de l'humidité et de la spectrophotométrie	I
Sorgho en grains	Matière grasse brute	AOAC 945.38F ₇ <u>et 920.39C et ISO 6540</u>	Calcul à partir de l'humidité et de la gravimétrie (extraction à l'éther)	I
Sorgho en grains	Humidité	ISO 6540	Gravimétrie (séchage au four à 130 – 133 °C)	I
Sorgho en grains	Protéines	ICC 105/42 <u>et ISO 6540</u>	Calcul à partir de l'humidité et de la titrimétrie (digestion de Kjeldahl)	I
Sorgho en grains	Tanins	ISO 9648 <u>et ISO 6540</u>	Calcul à partir de l'humidité et de la spectrophotométrie	I
Matières protéiques de soja	Cendres	AOAC 923.03 / ISO 2171 ₇ (Méthode B) <u>et AOAC 925.09</u>	Calcul à partir de l'humidité et de la gravimétrie (incinération à 550 °C)	I
Matières protéiques de soja	Fibres brutes	ISO 5498 <u>et AOAC 925.09</u>	Calcul à partir de l'humidité et de la gravimétrie (séparation) (extraction et filtration)	I
Matières protéiques de soja	Humidité	AOAC 925.09	Gravimétrie (étuve à vide à 98 – 100 °C)	I
Matières protéiques végétales	Cendres	AOAC 923.03 / ISO 2171 (Méthode B) <u>et AOAC 925.09</u>	Calcul à partir de l'humidité et de la gravimétrie (incinération à 550 °C)	I

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
Matières protéiques végétales	Fibres brutes	AACC 32-47 32-10.01 <u>et AOAC 925.09</u>	Calcul à partir de l'humidité et de la gravimétrie (filtration à travers un filtre en céramique)	I
Matières protéiques végétales	Humidité	AOAC 925.09	Gravimétrie (étuve à vide à 98 – 100 °C)	I
Farine de blé	Acidité de la matière grasse	<u>ISO 7305 et ISO 712 / ICC 110/1</u>	Calcul à partir de l'humidité et de la titrimétrie (extraction)	I
Farine de blé	Humidité	ISO 712 / ICC 110/1	Gravimétrie (séchage au four à 130 – 133 °C)	I
Farine de blé	Taille des particules (granularité)	AOAC 965.22 ¹	Gravimétrie (tamisage)	I
Farine de blé	Protéines	ICC 105/42 <u>et ISO 712: / ICC 110/1</u>	Calcul à partir de l'humidité et de la titrimétrie (digestion de Kjeldahl)	I
Produits à base de protéines de blé, y compris le gluten de blé	Fibres brutes ⁴	AOAC 962.09 <u>et AOAC 925.09</u>	Calcul à partir de l'humidité et de la gravimétrie (filtration à fibre céramique) (filtration à travers un filtre en céramique)	I
<u>Produits à base de protéines de blé, y compris le gluten de blé</u>	<u>Humidité</u>	<u>AOAC 925.09</u>	<u>Gravimétrie (étuve à vide à 98 – 100 C)</u>	<u>I</u>
Produits à base de protéines de blé, y compris le gluten de blé	Protéines brutes ⁴ : à l'exclusion des vitamines, des minéraux, des acides	Gluten de blé élastique et gluten de blé dénaturé <u>ISO 20483 et AOAC 925.09</u>	Calcul à partir de l'humidité et de la titrimétrie (digestion de Kjeldahl)	I

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
	aminés et des ingrédients facultatifs	Protéines de blé solubilisées ISO 20483 et AOAC 925.09	Calcul à partir de l'humidité et de Kjeldahl Titrimétrie (digestion de Kjeldahl) (Protéines du blé dans la farine (N x 5,7))	I
Produits à base de protéines de blé, y compris le gluten de blé	Cendres	AOAC 923.03 / ISO 2171; méthode B et AOAC 925.09	Calcul à partir de l'humidité et de la gravimétrie (incinération à 550 °C)	I
Mil chandelle en grains entiers ou décortiqués	Cendres	AOAC 923.03 / ISO 2171 et ISO 712 / ICC 110/1	Calcul à partir de l'humidité et de la gravimétrie (incinération à 550 °C)	I
Mil chandelle en grains entiers ou décortiqués	Matière grasse brute	AOAC 945.38F; et 920.39C et ISO 712 / ICC 110/1	Calcul à partir de l'humidité et de la gravimétrie (extraction à l'éther)	I
Mil chandelle en grains entiers ou décortiqués	Fibres brutes	ISO 5498 (B.5 Séparation) et ISO 712 / ICC 110/1	Calcul à partir de l'humidité et de la gravimétrie (filtration à travers un filtre en papier)	I
Mil chandelle en grains entiers ou décortiqués	Humidité	ISO 712 / ICC 110/1	Gravimétrie (séchage au four à 130 – 133 °C)	I
Mil chandelle en grains entiers ou décortiqués	Protéines	ISO 20483 et ISO 712 / ICC 110/1	Calcul à partir de l'humidité et de la titrimétrie (digestion de Kjeldahl)	I
Farine complète de maïs	Matières grasses brutes	AOAC 945.38F; et 920.39C et ICC 110/1	Calcul à partir de l'humidité et de la gravimétrie (extraction à l'éther)	I
Farine complète de maïs	Humidité	ICC 110/1 / ISO 6540	Gravimétrie (séchage au four à 130 – 133 °C)	I
Farine complète de maïs	Taille des particules (granularité)	AOAC 965.22 ¹ et ISO 3310-4	Gravimétrie (tamisage)	I

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
Farine complète de maïs	Protéines	ICC 105/42 <u>et ICC 110/1</u>	<u>Calcul à partir de l'humidité et de la titrimétrie (digestion de Kjeldahl)</u>	I
<u>Gari</u>	<u>Acidité totale</u>	<u>ISO/DP 7305 et ISO 712</u>	<u>Titrimétrie (extraction à l'éthanol)</u>	I
Gari	Fibres brutes	ISO 5498 <u>et ISO 712</u>	Gravimétrie (séparation)	I
Gari	Cendres	ISO 2171 <u>et ISO 712</u>	Calcul à partir de l'humidité gravimétrie (incinération <u>à 550 °C</u>)	I
Gari	Humidité	ISO 712	Gravimétrie (<u>séchage au four à 130 – 133 °C</u>)	I
Farine comestible de manioc	Humidité	ISO 712	Gravimétrie (<u>séchage au four à 98 – 100 °C</u>)	I
Farine comestible de manioc	Fibres brutes	ISO 5498 (B.5 Séparation)	Gravimétrie (séparation)	I
<u>Farine comestible de manioc</u>	<u>Cendres</u>	<u>ISO 2171 et ISO 712</u>	<u>Calcul à partir de l'humidité gravimétrie (incinération à 550 °C)</u>	I

¹ Caractéristiques du tamis identiques à celles indiquées dans ISO 3310/1.

1.9 FRUITS ET LÉGUMES TRAITÉS

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
Fruits et légumes traités* <u>(Confitures, gelées et marmelades, concombres marinés, chutney de mangue, lait de coco et crème de coco)</u>	Acide benzoïque	NMKL 124	Chromatographie en phase liquide <u>(UV)</u>	II
Fruits et légumes traités* <u>(Confitures, gelées et marmelades, concombres marinés, chutney de mangue, lait de coco et crème de coco)</u>	Acide benzoïque	AOAC 983.16	Chromatographie en phase gazeuse <u>(ionisation de flamme)</u>	III
Fruits et légumes traités* <u>(Fraises en conserve, concombres marinés, tomates en conserve, agrumes en conserve, certains légumes en conserve)</u>	Calcium	AOAC 968.31	Complexométrie / Titrimétrie	II
Fruits et légumes traités	Poids égoutté	AOAC 968.30 (Méthode générale Codex)	Tamassage Gravimétrie <u>(tamassage)</u>	I
Fruits et légumes traités	Remplissage des récipients <u>en verre</u>	<u>ISO 8106</u>	<u>Gravimétrie</u>	I
<u>Fruits et légumes traités</u>	<u>Remplissage des récipients en métal</u>	<u>ISO 90-1</u>	<u>Gravimétrie</u>	I
Comité du Codex sur les fruits et légumes traités <u>(Concombres marinés, olives de table, concentrés de tomates traités, tomates en conserve, chutney de mangue, et produits aqueux à base de noix de coco)</u> à l'exception des pousses de bambou en conserve, pH déterminé sur la base de l'AOAC 981.12)	pH	ISO 1842	Potentiométrie	IV

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
<u>Pousses de bambou en conserve</u>	<u>pH</u>	<u>AOAC 981.12</u>	<u>Potentiométrie</u>	<u>IV</u>
Fruits et légumes traités* <u>(Concombres marinés, olives de table, concentrés de tomates traités, tomates en conserve, chutney de mangue, et produits aqueux à base de noix de coco)</u>	pH	AOAC 981.12	Potentiométrie	III
Fruits et légumes traités* <u>(Concombres marinés, olives de table, concentrés de tomates traités, tomates en conserve, chutney de mangue, et produits aqueux à base de noix de coco)</u>	pH	NMKL 179	Potentiométrie	II
Fruits et légumes traités* <u>(Concombres marinés, concentrés de tomates traités, tomates en conserve, purée de pomme en conserve, confitures, gelées et marmelades, chutney de mangue, et certains fruits en conserve)</u>	Extraits secs solubles (<u>milieu de couverture</u>)	ISO 2173	Réfractométrie	I
Fruits et légumes traités* <u>(Confitures, gelées et marmelades, concombres marinés)</u>	Sorbates	AOAC 983.16	Chromatographie en phase gazeuse (<u>ionisation de flamme</u>)	III
Fruits et légumes traités* <u>(Confitures, gelées et marmelades, concombres marinés)</u>	Sorbates	NMKL 124	Chromatographie en phase liquide (<u>UV</u>)	II

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
Fruits et légumes traités	Étain	AOAC 980.19 (Méthode générale Codex)	SAA <u>Spectrophotométrie d'absorption atomique (avec flamme)</u>	II
Fruits et légumes traités	Extrait sec total	AOAC 920.151	Gravimétrie	I
Produits aqueux à base de noix de coco	Matières grasses totales	<u>ISO 23318 FIL 249</u>	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Produits aqueux à base de noix de coco	Extrait sec total	ISO 6731 FIL 21	Gravimétrie	I
Produits aqueux à base de noix de coco	Extrait sec dégraissé	<u>ISO 23318 FIL 249</u> et ISO 6731 FIL 21	Calcul: Gravimétrie (Röse-Gottlieb) Gravimétrie	I
Produits aqueux à base de noix de coco	Humidité	ISO 6731 FIL 21	Calcul: Gravimétrie	I
Purée de pomme en conserve	Remplissage des récipients <u>en verre</u>	<u>ISO 8106</u>	Pesée <u>Gravimétrie</u>	I
<u>Purée de pomme en conserve</u>	<u>Remplissage des récipients en métal</u>	<u>ISO 90-1</u>	Pesée <u>Gravimétrie</u>	I
Purée de pomme en conserve	Extraits secs solubles (<u>milieu de couverture</u>)	ISO 2173 (Méthode générale Codex pour les fruits et légumes traités)	Réfractométrie	I
Haricots verts et haricots beurre en conserve	Fils durs	CAC/RM 39	Étirage	I
<u>Petits pois en conserve</u>	<u>Remplissage des récipients en verre</u>	<u>ISO 8106</u>	<u>Gravimétrie</u>	I

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
Petits pois en conserve	<u>Remplissage des récipients en métal</u>	<u>ISO 90-1</u>	<u>Gravimétrie</u>	I
Petits pois en conserve	Types de pois distinguables	CAC/RM 48	Inspection <u>Examen visuelle</u>	I
Mangues en conserve	<u>Extraits secs solubles (milieu de couverture)</u>	AOAC 932.14C	Méthode de l'échelle de Brix (<u>réfractométrie</u>)	I
Champignons en conserve	Poids égoutté lavé	<u>AOAC 968.30</u>	<u>Gravimétrie</u> (tamisage)	I
Cœur de palmier en conserve	Impuretés minérales	ISO 762	Gravimétrie	I
Fruits à noyau en conserve	lavé	AOAC 968.30	Gravimétrie (<u>tamisage</u>)	I
Fruits à noyau en conserve	Extraits secs solubles (<u>milieu de couverture</u>)	<u>ISO 2173</u>	Réfractométrie	I
Fraises en conserve	Calcium	AOAC 968.31	Complexométrie / titrimétrie	II
Fraises en conserve	Impuretés minérales	<u>ISO 762</u>	Gravimétrie	I
Certains agrumes en conserve	Calcium	NMKL 153	<u>Spectrophotométrie d'absorption atomique (avec flamme)</u>	II
Certains agrumes en conserve	Calcium	AOAC 968.31	Complexométrie / titrimétrie	III
Marmelade d'agrumes	Calcium	AOAC 968.31	Complexométrie / titrimétrie	II

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
Dattes	Détermination des défauts	Description dans CXS 143	Inspection <u>Examen visuelle</u>	I
Dattes	Humidité	AOAC 934.06	Gravimétrie (étuve à vide)	I
Noix de coco desséchée	Acidité totale de l'huile extraite	<u>ISO 660 / AOCS Cd 3d-63</u>	Potentiométrie / Titrimétrie	I
Noix de coco desséchée	Cendres	AOAC 950.49	Gravimétrie <u>(minéralisation)</u>	I
Noix de coco desséchée	Matières végétales étrangères	Description dans la Norme <u>CXS 177</u>	Dénombrement des matières végétales étrangères à l'œil nu	IV
Noix de coco desséchée	Humidité	AOAC 925.40	Gravimétrie (perte au séchage)	I
Noix de coco desséchée	Teneur en huile	AOAC 948.22	Gravimétrie	I
Abricots secs	Détermination des défauts	Description dans la Norme	Examen visuel (gravimétrie)	I
Abricots secs	Humidité	AOAC 934.06	Gravimétrie (étuve à vide)	I
Abricots secs	Dioxyde de soufre	AOAC 963.20	Colorimétrie	II
Confitures et gelées <u>Confitures, gelées et marmelades</u>	Remplissage des récipients <u>en verre</u>	<u>ISO 8106</u>	<u>Gravimétrie</u>	I
Confitures et gelées <u>Confitures, gelées et marmelades</u>	Extraits secs solubles	ISO 2173	Réfractométrie	I

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
Chutney de mangue	Cendres insolubles dans HCl	ISO 763	Gravimétrie	I
Concombres marinés	Acidité totale	AOAC 942.15	Titrimétrie	I
Concombres marinés	lavé	AOAC 968.30	Gravimétrie	I
Concombres marinés	Impuretés minérales	ISO 762	Gravimétrie	I
Concombres marinés	Sel dans la saumure (NaCl)	AOAC 971.27 (Méthode générale Codex)	Potentiométrie	II
Concombres marinés	Remplissage volumétrique par déplacement	Description dans la Norme	Déplacement	I
Tomates en conserve	Calcium	AOAC 968.31	Complexométrie / titrimétrie	III
Tomates en conserve	Calcium	NMKL 153	Spectrophotométrie d'absorption atomique (avec flamme)	II
Tomates en conserve	Poids égoutté minimal	AOAC 968.30	Gravimétrie (tamisage) Note: Utiliser un tamis n° 14 plutôt que 7/16 ou n° 8	I
Tomates en conserve	Dénombrement des moisissures	AOAC 965.41	Méthode Howard de dénombrement des moisissures	I
Concentrés de tomate traités	Acide lactique	EN 2631 EN 12631	Spectrométrie (dosage enzymatique)	II

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
Concentrés de tomate traités	Impuretés minérales (sable)	<u>ISO 762</u>	Gravimétrie	I
Concentrés de tomate traités	Dénombrement des moisissures	AOAC 965.41	Méthode Howard de dénombrement des moisissures	I
Concentrés de tomate traités	Chlorure de sodium	AOAC 971.27 (Méthode générale Codex)	Potentiométrie	II
Concentrés de tomate traités	Extraits secs solubles de tomate	AOAC 970.59	Réfractométrie	I
Raisins secs	Impuretés minérales	<u>ISO 762</u>	<u>Gravimétrie</u> (minéralisation)	I
Raisins secs	Huile minérale	CAC/RM 52	Extraction et séparation (alumine-alpha)	II
Raisins secs	Humidité	AOAC 972.20	Conduction électrique	I
Raisins secs	Sorbitol	AOAC 973.28	Chromatographie en phase gazeuse <u>(ionisation de flamme)</u>	II
Raisins secs	Dioxyde de soufre	AOAC 963.20	Colorimétrie	II
Olives de table	lavé	AOAC 968.30 (Méthode générale Codex pour les fruits et légumes traités)	Tamassage Gravimétrie <u>(tamassage)</u>	I
Olives de table	Remplissage des récipients en verre	<u>ISO 8106</u>	<u>Gravimétrie</u>	I

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
<u>Olives de table</u>	<u>Remplissage des récipients en métal</u>	<u>ISO 90-1 (pour les récipients en métal) (Méthode générale Codex pour les fruits et légumes traités)</u>	<u>Pesée Gravimétrie</u>	I
Olives de table	pH de la saumure	NMKL 179 (Méthode générale Codex pour les fruits et légumes traités)	Potentiométrie	II
Olives de table	pH de la saumure	AOAC 981.12 (Méthode générale Codex pour les fruits et légumes traités)	Potentiométrie	III
Olives de table	pH de la saumure	ISO 1842	Potentiométrie	IV
Olives de table	Sel dans la saumure	AOAC 971.27 NMKL 178 (Méthode générale Codex)	Potentiométrie	II
Olives de table	Étain	NMKL 190 EN 15764	<u>Spectrophotométrie d'absorption atomique (avec flamme)</u> SAA	II

MÉTHODES D'ANALYSE PRÉSENTÉES À LA COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS À SA 46^e SESSION POUR RÉVOCATION

2.1 COMITÉ DU CODEX SUR LES CONTAMINANTS DANS LES ALIMENTS

<i>Produit</i>	<i>Disposition</i>	<i>Méthode</i>	<i>Principe</i>	<i>Type</i>
Graisses, huiles et produits apparentés				
Graisses et huiles (toutes)	Plomb	AOAC 994.02 / ISO 12193 / AOCS Ca 18c-91	Spectrophotométrie d'absorption atomique (directe avec four au graphite)	II
Huiles végétales portant un nom spécifique	Plomb	AOAC 994.02 / ISO 12193 / AOCS Ca 18c-91	Spectrophotométrie d'absorption atomique (directe avec four au graphite)	II
Huiles d'olive et huiles de grignons d'olive	Plomb	AOAC 994.02 ou ISO 12193 ou AOCS Ca 18c-91	Spectrophotométrie d'absorption atomique	II
Beurre	Plomb	AOAC 972.25 (Méthode générale Codex)	Spectrophotométrie d'absorption atomique	IV
Caséine alimentaire et produits dérivés	Plomb	NMKL 139 (Méthode générale Codex) AOAC 999.11	Spectrophotométrie d'absorption atomique	IV
Caséine alimentaire et produits dérivés	Plomb	NMKL 161 / AOAC 999.10	Spectrophotométrie d'absorption atomique	IV
Caséine alimentaire et produits dérivés	Plomb	ISO/TS 6733 FIL/RM 133	Spectrophotométrie (1,5-diphénylthiocarbazone)	IV
Fruits et légumes traités				
Olives de table	Plomb	AOAC 999.11 NMKL 139 (Méthode générale Codex)	Spectrophotométrie d'absorption atomique (absorption avec flamme)	II
Produits divers				
Sel de qualité alimentaire	Plomb	EuSalt/AS 015	ICP-OES	III
Sel de qualité alimentaire	Plomb	EuSalt/AS 013	Spectrophotométrie d'absorption atomique	IV

2.2 GRAISSES ET HUILES

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
Graisses et huiles	Butylhydroxyanisole, butylhydroxytoluène, butylhydroquinone tertiaire et propyl gallate	AOAC 983.15; ou AOCS Ce 6-86	Chromatographie en phase liquide	II
Huiles de poisson	Composition en acides gras	AOCS Ce 1a-13	Chromatographie gaz-liquide sur colonne capillaire	III
Huiles de poisson	Composition en acides gras	AOCS Ce 2-66	Préparation des esters méthyliques d'acides gras	III
Huiles de poisson	Composition en acides gras	AOCS Ce 2b-11	Hydrolyse alcaline	III
Huiles de poisson	Composition en acides gras	AOCS Ce 2b-11	Chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques	III
Huiles de poisson	Composition en acides gras	AOCS Ce 1j-07	Chromatographie gaz-liquide sur colonne capillaire	III
Huiles de poisson	Composition en acides gras	ISO 12966-2	Chromatographie en phase gazeuse	III
Huiles de poisson	Composition en acides gras	ISO 5508	Chromatographie en phase gazeuse	III
Huiles de poisson	Composition en acides gras	AOCS Ce 2-66 et AOCS Ce 1a-13	Chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques	III
Huiles de poisson	Composition en acides gras	AOCS Ce 1b 89	Chromatographie gaz-liquide	III
Graisses animales portant un nom spécifique	Intervalles (obtenus avec la chromatographie gaz-liquide) de la composition en acides gras	ISO 5508 et ISO 12966-2; ou AOCS Ce 2-66 et Ce 1e-91 ou Ce 1f-96	Chromatographie en phase gazeuse des esters méthyliques	II
Graisses animales portant un nom spécifique	Titre	ISO 935; ou AOCS Cc 12-59	Thermométrie	I

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
Huiles végétales portant un nom spécifique	Matière insaponifiable	ISO 3596; ou ISO 18609; ou AOCS Ca 6b-53	Gravimétrie	I

2.3 CÉRÉALES, LÉGUMES SECS ET LÉGUMINEUSES

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
Farine de maïs dégermé et gruau de maïs	Humidité	ISO 712	Gravimétrie	I
Nouilles instantanées	Extraction de l'huile des nouilles instantanées	décrite dans la norme	Gravimétrie (extraction à l'éther)	I
Farine de mil chandelle	Protéines	AOAC 920.87	Calcul à partir de l'humidité et de la titrimétrie (digestion de Kjeldahl)	I
Farine de sorgho	Protéines ¹ (N x 6,25)	ISO 1871	Titrimétrie (digestion de Kjeldahl)	I
Sorgho en grains	Protéines ¹ (N x 6,25)	ISO 1871	Titrimétrie (digestion de Kjeldahl)	I
Farine de blé	Protéines ¹ (N x 5,7)	ISO 1871	Titrimétrie (digestion de Kjeldahl)	I
Mil chandelle en grains entiers ou décortiqués	Protéines	AOAC 920.87	Titrimétrie, digestion de Kjeldahl	I
Farine de blé	Acidité de la matière grasse	AOAC 939.05	Titrimétrie	I
Produits à base de protéines de blé, y compris le gluten de blé	Protéines brutes ¹ à l'exclusion des vitamines, des minéraux, des acides aminés et des ingrédients facultatifs	AOAC 979.09 (protéines du blé en grains [N x 5,7])	Kjeldahl	I
		AOAC 920.87 (Protéines de la farine de blé [N x 5,7])	Kjeldahl	I
Mil chandelle en grains entiers ou décortiqués	Protéines	AOAC 920.87	Titrimétrie, digestion de Kjeldahl	I

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
Farine complète de maïs	Humidité	ISO 712	Gravimétrie	I
Gari	Humidité	ICC 109/1	Gravimétrie	I
Arachides (brutes)	Aflatoxines totales	AOAC 991.31	Colonne d'immunoaffinité (AflaTest)	II
Arachides (brutes)	Aflatoxines totales	AOAC 993.17	Chromatographie sur couche mince	III
Arachides (destinées à une transformation ultérieure)	Aflatoxines totales	AOAC 975.36	Minicolonne de Romer	III
Arachides (céréales, fruits à coque et produits dérivés, y compris les arachides))	Somme des aflatoxines B1, B2, G1 and G2	EN 12955 ISO 16050	Chromatographie en phase liquide à haute performance avec dérivation post-colonne et purification sur colonne d'immunoaffinité	III
Arachides (destinées à une transformation ultérieure)	Aflatoxines totales	AOAC 979.18	Minicolonne de Holaday-Velasco	III

RÉVOCATION DE MÉTHODES DANS DES NORMES DE PRODUITS SPÉCIFIQUES

Produit	Disposition	Méthode	Notes
Sorgho en grains	Graisse	ISO 5986	Se référer à CXS 172
Sorgho en grains	Fibres brutes	ICC 113 et ISO 6541	Se référer à CXS 172
Mil chandelle en grains entiers ou décortiqués	Matière grasse brute	ISO 5986	Se référer à CXS 169
Farine de maïs dégermé et gruau de maïs	Matière grasse brute	ISO 5986	Se référer à CXS 154
Gari	Acidité totale	Méthode AOAC 1975 14.064 – 14.065	Se référer à CXS 151

2.4 FRUITS ET LÉGUMES TRAITÉS

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
Fruits et légumes traités	Extraits secs solubles	AOAC 932.12	Réfractométrie	I
Fruits et légumes traités	Sorbates	NMKL 103	Chromatographie en phase gazeuse	III
Produits aqueux à base de noix de coco	Matières grasses totales	ISO 1211 FIL 1	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Produits aqueux à base de noix de coco	Extrait sec dégraissé	ISO 1211 FIL 1	Calcul: Gravimétrie (Röse-Gottlieb) Gravimétrie	I
Purée de pomme en conserve	Remplissage des récipients en verre	CAC/RM 46* (pour les récipients en verre) (Méthode générale Codex pour les fruits et légumes traités) et ISO 90-1 (pour les récipients en métal) (Méthode générale Codex pour les fruits et légumes traités)	Pesée	I
Purée de pomme en conserve	Extraits secs solubles	AOAC 932.12	Réfractométrie	I
Petits pois en conserve	Poids de remplissage (au lieu du poids égoutté)	CAC/RM 45	Remplissage et mesurage	I
Champignons en conserve	Lavés Poids égoutté	CAC/RM 44	Tamissage	I

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
Fruits à noyau en conserve	lavé	ISO 2173	Gravimétrie	I
Fruits à noyau en conserve	Extraits secs solubles	AOAC 932.14C	Réfractométrie	I
Fraises en conserve	Impuretés minérales	AOAC 971.33	Gravimétrie	I
Certains légumes en conserve (cœurs de palmier)	Impuretés minérales (sable)	AOAC 971.33 ISO 762	Gravimétrie	I
Confitures et gelées	Remplissage des récipients	CAC/RM 46	Pesée	I
Confitures et gelées	Extraits secs solubles	AOAC 932.12	Réfractométrie	I
Concombres marinés	Impuretés minérales	AOAC 971.33	Gravimétrie	I
Concentrés de tomate traités	Impuretés minérales (sable)	AOAC 971.33	Gravimétrie	IV
Raisins secs	Impuretés minérales	CAC/RM 51	Minéralisation	I
Olives de table	Remplissage des récipients	CAC/RM 46* (pour les récipients en verre) (Méthode générale Codex pour les fruits et légumes traités) et ISO 90-1 (pour les récipients en métal) (Méthode générale Codex pour les fruits et légumes traités)	Pesée	I

2.5 LAIT ET PRODUITS LAITIERS

Produit	Disposition	Méthode	Principe	Type
Mélange de lait concentré écrémé et de graisse végétale à faible teneur en matières grasses / mélange de lait concentré écrémé et de graisse végétale / mélange de lait concentré écrémé et de graisse végétale /	Protéine du lait dans l'extrait sec dégraissé du lait ¹³	ISO 1737 FIL 13	Calcul à partir de la teneur totale en extrait sec, de la teneur en matières grasses et de la teneur en protéine Gravimétrie (séchage à 102 °C) et Gravimétrie (Röse-Gottlieb) et Titrimétrie (Kjeldahl)	IV
Mélange de lait concentré écrémé et de graisse végétale	Extrait sec dégraissé du lait ¹³	ISO 1737 FIL 13	Calcul à partir de la teneur totale en extrait sec et de la teneur en matières grasses Gravimétrie (séchage à 102 °C) et Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Mélange de lait concentré écrémé et de graisse végétale à faible teneur en matières grasses	Matières grasses totales	ISO 1737 FIL 13	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Mélange de lait concentré écrémé et de graisse végétale à faible teneur en matières grasses	Extrait sec dégraissé du lait ¹³	ISO 1737 FIL 13	Calcul à partir de la teneur totale en extrait sec et de la teneur en matières grasses Gravimétrie (séchage à 102 °C) et Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Mélange de lait écrémé et de graisse végétale en poudre	Matières grasses totales	ISO 1736 FIL 9	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I

Mélange de lait écrémé et de graisse végétale en poudre	Protéine du lait dans l'extrait sec dégraissé du lait ¹³	ISO 1736 FIL 9	Calcul à partir de la teneur totale en extrait sec, de la teneur en matières grasses et de la teneur en protéine Gravimétrie (séchage à 87 °C) et Gravimétrie (Röse-Gottlieb) et Titrimétrie (Kjeldahl)	IV
Mélange de lait écrémé et de graisse végétale en poudre à faible teneur en matières grasses	Matières grasses totales	ISO 1736 FIL 9	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Mélange de lait écrémé et de graisse végétale en poudre à faible teneur en matières grasses	Protéine du lait dans l'extrait sec dégraissé du lait ¹³	ISO 1736 FIL 9	Calcul à partir de la teneur totale en extrait sec, de la teneur en matières grasses et de la teneur en protéine Gravimétrie (séchage à 87 °C) et Gravimétrie (Röse-Gottlieb) et Titrimétrie (Kjeldahl)	IV
Mélange de lait concentré écrémé sucré et de graisse végétale	Matières grasses totales	ISO 1737 FIL 13	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Mélange de lait concentré écrémé sucré et de graisse végétale (pour les produits sucrés avec du saccharose uniquement)	Extrait sec dégraissé du lait ¹³	ISO 1737 FIL 13	Calcul à partir de la teneur totale en extrait sec, de la teneur en matières grasses et de la teneur en saccharose Gravimétrie (séchage à 102 °C) et gravimétrie (Röse-Gottlieb) et Polarimétrie	IV

Mélange de lait concentré écrémé sucré et de graisse végétale (pour les produits sucrés avec du saccharose uniquement)	Protéine du lait dans l'extrait sec dégraissé du lait ¹³	ISO 1737 FIL 13	Calcul à partir de la teneur totale en extrait sec, de la teneur en matières grasses, de la teneur en saccharose et de la teneur en protéine Gravimétrie (séchage à 102 °C) et Gravimétrie (Röse-Gottlieb) et Polarimétrie et Titrimétrie (Kjeldahl)	IV
Mélange de lait concentré écrémé sucré et de graisse végétale à faible teneur en matières grasses	Matières grasses totales	ISO 1737 FIL 13	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Mélange de lait concentré écrémé sucré et de graisse végétale à faible teneur en matières grasses (pour les produits sucrés avec du saccharose uniquement)	Extrait sec dégraissé du lait ¹³	ISO 1737 FIL 13	Calcul à partir de la teneur totale en extrait sec, de la teneur en matières grasses et de la teneur en saccharose Gravimétrie (séchage à 102 °C) et Gravimétrie (Röse-Gottlieb) et Polarimétrie	IV
Mélange de lait concentré écrémé sucré et de graisse végétale à faible teneur en matières grasses (pour les produits sucrés avec du saccharose uniquement)	Protéine du lait dans l'extrait sec dégraissé du lait ¹³	ISO 1737 FIL 13	Calcul à partir de la teneur totale en extrait sec, de la teneur en matières grasses, de la teneur en saccharose et de la teneur en protéine Gravimétrie (séchage à 102 °C) et gravimétrie (Röse-Gottlieb) et Polarimétrie et Titrimétrie (Kjeldahl)	IV
Fromage	Matière grasse laitière	ISO 1735 FIL 5	Gravimétrie (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Fromages individuels	Matière grasse laitière dans la matière sèche	ISO 1735 FIL 5	Calcul à partir de la teneur en matière sèche et de la teneur en matières grasses Gravimétrie (séchage à 102 °C) et	I

			Gravimétrie	
Fromages conservés en saumure	Matière grasse laitière dans la matière sèche	ISO 1735 FIL 5	Calcul à partir de la teneur en matière sèche et de la teneur en matières grasses Gravimétrie (séchage à 102 °C) et Gravimétrie (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Cottage cheese	Matière sèche dégraissée	ISO 1735 FIL 5	Calcul à partir de la teneur en matière sèche et de la teneur en matières grasses Gravimétrie (séchage à 102 °C) Gravimétrie (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Cottage cheese (pour les échantillons contenant au maximum 5 % de lactose)	Matière grasse laitière dans la matière sèche	ISO 1735 FIL 5	Calcul à partir de la teneur en matière sèche et de la teneur en matières grasses Gravimétrie (séchage à 102 °C) et Gravimétrie (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Cottage cheese (pour les échantillons contenant au maximum 5 % de lactose)	Matière grasse laitière	ISO 1735 FIL 5	Gravimétrie (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Fromage frais à tartiner	Humidité (hors matières grasses)	ISO 1735 FIL 5	Calcul à partir de la teneur en matières grasses et de la teneur en eau Gravimétrie, séchage à 102 °C (four à air pulsé) Gravimétrie (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Poudres de perméat de lait	Matière grasse laitière	ISO 1736 FIL 9	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Caséine alimentaire et produits dérivés	Matière grasse laitière (matières grasses totales)	ISO 5543 FIL 127	Gravimétrie (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I

Laits en poudre et crèmes en poudre	Matière grasse laitière	ISO 1736 FIL 9	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Mozzarella	Matière grasse laitière dans la matière sèche, à forte humidité	ISO 1735 FIL 5	Calcul à partir de la teneur en matière sèche et de la teneur en matières grasses Gravimétrie (séchage à 102 °C) et Gravimétrie (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Mozzarella	Matière grasse laitière dans la matière sèche, à faible humidité	ISO 1735 FIL 5	Calcul à partir de la teneur en matière sèche et de la teneur en matières grasses Gravimétrie (séchage à 102 °C) et Gravimétrie (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Fromages de lactosérum obtenus par coagulation	Matière grasse laitière	ISO 1735 FIL 5	Gravimétrie (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff)	I
Fromages de lactosérum obtenus par coagulation	Matière grasse laitière dans la matière sèche	ISO 1735 FIL 5	Calcul à partir de la teneur en matière grasse et de la teneur en matière sèche Gravimétrie (Schmid-Bondzynski-Ratzlaff) Gravimétrie (séchage à 102 °C)	I
Laits fermentés	Matière grasse laitière	ISO 1211 FIL 1	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Crème	Matière grasse laitière	ISO 2450 FIL 16	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Crèmes à faible teneur en matière grasse laitière	Matière grasse laitière	ISO 2450 FIL 16	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Laits concentrés	Matière grasse laitière	ISO 1737 FIL 13	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Laits concentrés	Protéine du lait dans l'extrait sec dégraissé du lait ¹³	ISO 1737 FIL 13	Calcul à partir de la teneur totale en extrait sec, de la teneur en matières grasses et de la teneur en protéine Gravimétrie (séchage à 102 °C) et	I

			Gravimétrie (Röse-Gottlieb) et Titrimétrie (Kjeldahl)	
Lait concentré sucré	Matière grasse laitière	ISO 1737 FIL 13	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Laits concentrés sucrés (pour les produits sucrés avec du saccharose uniquement)	Protéine du lait dans l'extrait sec dégraissé du lait ¹³	ISO 1737 FIL 13	Calcul à partir de la teneur totale en extrait sec, de la teneur en matières grasses, de la teneur en saccharose et de la teneur en protéine Gravimétrie (séchage à 102 °C) et polarimétrie Gravimétrie (Röse-Gottlieb) Titrimétrie (Kjeldahl)	I
Fromages de lactosérum obtenus par concentration (teneur en glucides inférieure à 5 %)	Matière grasse laitière (matières grasses totales)	ISO 1854 FIL 59	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Fromages de lactosérum obtenus par concentration (teneur en glucides inférieure à 5 %)	Matière grasse laitière dans la matière sèche (matières grasses totales dans la matière sèche)	ISO 1854 FIL 59	Calcul à partir de la teneur en matières grasses et de la teneur en matière sèche Gravimétrie (Röse-Gottlieb) Gravimétrie (séchage à 88 °C)	I
Poudres de lactosérum	Matière grasse laitière	ISO 1736 FIL 9	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I
Préparations pour nourrissons	Matières grasses totales	ISO 8381 FIL 123	Gravimétrie (Röse-Gottlieb)	I

Partie 3

Ensemble exploitable sur les céréales, les légumes secs et les légumineuses porté à l'attention du groupe de travail électronique

Céréales, légumes secs, légumineuses, et produits dérivés

Produit	Disposition	Norme du Codex	Méthode	Principe	Type	Comité	Observations
Farine de mil chandelle	Couleur	CXS 170-1989 (2019)	<i>Modern Cereal Chemistry</i> , 6 ^e éd., D. W. Kent-Jones, et A. J. Amos (Ed.), p. 605-612, Food Trade Press Ltd, Londres, 1969.	Colorimétrie s'appuyant sur un (classement spécifique)	IV	Comité sur les céréales, les légumes secs et les légumineuses (CCCPL)	Le matériel de classement des couleurs employé pour appliquer la méthode n'est plus disponible. Les réviseurs proposent de réexaminer la disposition/méthode.
Quinoa	Teneur en eau Humidité	CXS 333-2019 (2020)	ISO 712 / AACCI 44-15.02	Gravimétrie (séchage au four à 130 – 133 °C)	I	CCCPL	Les méthodes ne sont pas identiques mais ont été toutes les deux confirmées comme identiques par le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage lors d'une réunion antérieure. Il pourrait s'avérer nécessaire de poursuivre l'examen, compte tenu de la taille plus importante de l'échantillon dans la norme AACCI 44-15.02

Céréales, légumes secs, légumineuses, et produits dérivés

Produit	Disposition	Norme du Codex	Méthode	Principe	Type	Comité	Observations
Quinoa	Protéines (N x 6.25 sur la base du poids sec)	CXS 333-2019 (2020)	<u>ISO 20483</u> ISO 1874 et ISO 712	Calcul à partir de l'humidité et de la titrimétrie (digestion de Kjeldahl)	IV I	CCCPL	Des informations susceptibles de valider ISO 1871 sont requises et des données sont disponibles et devraient être communiquées pour l'examen. La norme ISO 20483 est acceptable pour les céréales mais n'est pas jugée adaptée au quinoa qui est une pseudo-céréale.
Farine de sorgho	Cendres	CXS 173-1989 (2019)	AOAC 923.03 / ISO 2171 ICC 104/1 et ISO 712 / <u>ICC 110/1</u>	Calcul à partir de l'humidité et de la gravimétrie (incinération à 550 °C)	†	CCCPL	
Farine de sorgho	Couleur	CXS 173-1989 (2019)	<i>Modern Cereal Chemistry</i> , 6 ^e éd., D. W. Kent-Jones, et A. J. Amos (Ed.), p. 605-612, Food Trade Press Ltd, Londres, 1969.	Colorimétrie s'appuyant sur un (classement spécifique)	IV	CCCPL	Le matériel de classement des couleurs employé pour appliquer la méthode n'est plus disponible. Les réviseurs proposent de réexaminer la disposition/méthode.

Céréales, légumes secs, légumineuses, et produits dérivés

Produit	Disposition	Norme du Codex	Méthode	Principe	Type	Comité	Observations
Sorgho en grains	Cendres	CXS 172-1989 (2019)	AOAC 923.03 / ISO 2171 ICC 104/1 et ISO 6540	Calcul à partir de l'humidité et de la gravimétrie (incinération à 550 °C)	I	CCCPL	
Matières protéiques de soja	Matière grasse	CXS 175-1989 (2019)	CAC/RM 55 – Méthode 1	Gravimétrie (extraction)	I	Comité sur les protéines végétales (CCVP)	La méthode n'est pas disponible. Il faut disposer d'une méthode de remplacement mais aucune n'a encore été trouvée à ce jour.
Matières protéiques de soja	<u>Protéines; à l'exclusion des vitamines, sels minéraux, acides aminés et additifs alimentaires (N x 6.25)</u>	CXS 175-1989 (2019)	AOAC 955.04D	Titrimétrie (digestion de Kjeldahl)	I	CCVP	Il est recommandé de révoquer la méthode et de la remplacer – emploi de mercure Il faut disposer d'une méthode de remplacement mais aucune n'a encore été trouvée à ce jour.
Matières protéiques végétales	Matière grasse	CXS 174-1989 (2019)	CAC/RM 55 – Méthode 1	Gravimétrie (extraction)	I	CCVP	La méthode n'est pas disponible. Il faut disposer d'une méthode de remplacement mais aucune n'a encore été trouvée à ce jour.

Céréales, légumes secs, légumineuses, et produits dérivés

Produit	Disposition	Norme du Codex	Méthode	Principe	Type	Comité	Observations
Matières protéiques végétales	<u>Protéines brutes; à l'exclusion des vitamines, sels minéraux, acides aminés et additifs alimentaires</u>	CXS 174-1989 (2019)	AOAC 955.04D	Titrimétrie (digestion de Kjeldahl)	# I	CCVP	Il est recommandé de révoquer la méthode et de la remplacer – emploi de mercure Il faut disposer d'une méthode de remplacement mais aucune n'a encore été trouvée à ce jour.
Gari	Taille des particules (classification)	CXS 151-1989 (2019)	ISO 2591-1	Tamissage	I	CCCPL	Le retrait est recommandé et, de toute façon, la classification dépend de la taille du tamis employé. La norme ISO 2591 fournit des indications générales sur les protocoles de tamissage mais n'est pas spécifique pour les céréales, les légumes secs et les légumineuses.

Céréales, légumes secs, légumineuses, et produits dérivés

Produit	Disposition	Norme du Codex	Méthode	Principe	Type	Comité	Observations
Farine comestible de manioc	Taille des particules	CXS 176-1989 (2019)	ISO 2591-1	Tamissage	I	CCCPL	Le retrait est recommandé et, de toute façon, la classification dépend de la taille du tamis employé. La norme ISO 2591 fournit des indications de portée générale sur les protocoles de tamissage mais n'est pas spécifique pour les céréales, les légumes secs et les légumineuses.
Farine de maïs dégermé et gruau de maïs	Cendres	CXS 155-1985 (2019)	AOAC 923.03 / ISO 2171 ICC 104/1 et ICC 110/1	Calcul à partir de l'humidité et de la gravimétrie (incinération à 550 °C)	I	CCCPL	
Farine de blé	Cendres	AOAC 923.03 / ISO 2171 ICC 104/1 et ISO 712 / ICC 110/1	Gravimétrie (incinération à 550 °C)	I			
Farine complète de maïs	Cendres	CXS 154-1985 (2019)	AOAC 923.03 / ISO 2171 ICC 104/1 et ICC 110/1	Calcul à partir de l'humidité et de la gravimétrie (incinération à 550 °C)	I	CCCPL	

DOCUMENT D'INFORMATION

PROCÉDURES POUR L'ESTIMATION DE L'INCERTITUDE DE MESURE

(pour publication sur le site web du Codex)

1 Introduction

Le résultat d'une mesure doit toujours être assorti d'informations concernant son incertitude. Ces informations fournissent une indication sur la qualité du résultat de la mesure et permettent de comparer celui-ci, d'une manière significative, à d'autres résultats de mesures ou valeurs de référence. Sans une évaluation de l'incertitude de mesure, un résultat de mesure est fondamentalement incomplet et ne peut pas être interprété correctement.

Le présent document donne des informations concernant les sources d'incertitude liées au laboratoire lui-même, c'est-à-dire en rapport avec les procédés et les conditions, et ce, depuis l'échantillon de laboratoire jusqu'au résultat de la mesure. En particulier: la question de l'incertitude de l'échantillonnage et la question de savoir si les échantillons de laboratoire sont représentatifs de ce que contient le conteneur ne sont pas traitées dans le présent document d'information. Ce type de question est traité dans les *Directives générales sur l'échantillonnage* (CXG 50-2004)[13].

L'incertitude de mesure est définie comme un paramètre «... qui caractérise la dispersion des valeurs qui pourraient raisonnablement être attribuées au mesurande», voir le paragraphe 2.2.3 dans le Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM)[1]. Le présent document vise à préciser le sens de cette définition et à fournir les informations nécessaires pour comprendre comment les différentes approches d'évaluation de l'incertitude de mesure sont reliées les unes aux autres. Le lecteur devrait ainsi être à même de prendre des décisions éclairées quant à la meilleure procédure à adopter dans un cas donné.

En conséquence, le présent document contient des informations générales et précise les notions de base essentielles à une évaluation et à une interprétation correctes de l'incertitude de mesure. En premier lieu, les approches descendante et ascendante sont décrites et comparées entre elles. Puis, le modèle de base de l'approche descendante est présenté. On disposera ainsi d'un cadre pratique dans lequel expliquer certains aspects conceptuels fondamentaux de l'incertitude de mesure. Au cours de l'examen, le terme «mesurande» sera clarifié et la relation entre l'approche descendante et l'approche ascendante sera encore davantage précisée sur la base d'une classification plus générale des sources d'incertitude. La question de l'incertitude statistique dans l'estimation des paramètres de dispersion – comme les valeurs de l'écart type – sera traitée; et l'effet du nombre d'observations sur cette incertitude statistique sera examiné. Des modalités spécifiques seront ensuite proposées pour l'évaluation des différentes composantes de l'approche descendante, notamment pour l'évaluation des effets du sous-échantillonnage et de la matrice. Enfin, des exemples illustreront la façon dont l'incertitude de mesure influe sur les plans d'échantillonnage.

2 Comparaison entre approche descendante et approche ascendante

Le terme «approche ascendante» est utilisé pour désigner toute approche dans laquelle l'incertitude de mesure est calculée sur la base d'une équation exprimant la relation entre les variables d'entrée et le résultat de la mesure. Dans le texte du paragraphe 4.1.1 du «Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure» (GUM) [1]: «Dans de nombreux cas, un mesurande Y n'est pas mesuré directement mais il est déterminé à partir de N autres grandeurs X_1, X_2, \dots, X_N à travers une relation fonctionnelle (modèle) f :

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N)»$$

Il convient de souligner que, dans cette approche, le résultat de la mesure Y est calculé à partir des variables d'entrée X_1, X_2, \dots, X_N . La concentration en analyte constitue un exemple de résultat de mesure; la densité optique, la surface de pic et la hauteur du signal sont des exemples de variables d'entrée.

Une autre approche – décrite par exemple dans le guide CG4 EURACHEM/CITAC [2] et dans la norme ISO 21748 [4] – consiste à utiliser les données disponibles sur la validation de la méthode. Il est ainsi indiqué à la section 7.6.1 du guide EURACHEM [2]: «Une étude interlaboratoires menée dans le but de valider une méthode publiée, [...] est une source précieuse pour conforter une estimation de l'incertitude.» Dans cette approche, il n'y a pas de «relation fonctionnelle» entre les variables d'entrée et le résultat de la mesure. Les résultats sont plutôt obtenus dans différentes conditions de mesure et la variation totale observée est segmentée en composantes individuelles. Cette approche est souvent qualifiée de «descendante».

Afin d'obtenir des mesures de la fidélité susceptibles d'être ensuite utilisées pour «conforter une estimation de l'incertitude», selon l'approche descendante, deux grands types d'expériences peuvent être menées: des études dans un laboratoire unique (internes) et des études interlaboratoires (collaboratives). Il faut souligner que les mesures de la fidélité issues de ces deux types d'études ne sont pas toujours comparables.

Néanmoins, si des sources d'incertitude pertinentes n'ont pas été prises en compte, il est souvent utile de compléter les informations provenant d'une étude interlaboratoires par des expériences ultérieures menées dans un laboratoire unique.

La différence principale entre les deux approches est que l'approche ascendante se fonde sur une considération physico-chimique du mécanisme de mesure effectif, tandis que l'approche descendante se fonde sur un ensemble de données dans lequel la variation entre les différents résultats de mesure est directement observable. En ce sens, on peut dire que l'approche ascendante est «théorique» tandis que l'approche descendante est «empirique».

Une autre différence connexe est que, dans l'approche ascendante, le point de départ est la relation entre le résultat de la mesure et les variables d'entrée, tandis que, dans l'approche descendante, le point de départ est la relation entre la variation totale et les composantes individuelles de la variation.

Enfin, une autre différence entre les deux approches est que le nombre de composantes dans l'approche descendante est généralement faible¹, alors que le nombre de variables d'entrée dans l'approche ascendante peut être assez élevé. C'est pourquoi, dans l'approche ascendante, il ne sera souvent guère possible de conduire une expérience dans laquelle des estimations des incertitudes associées à toutes les variables d'entrée peuvent être obtenues de manière fiable. Au demeurant, l'approche ascendante permet explicitement l'inclusion d'informations préalables concernant l'importance des erreurs auxquelles on peut s'attendre en lien avec chaque source (évaluation de type B).

Dans le cas de l'approche ascendante il existe deux options possibles pour calculer l'incertitude de mesure composée (c'est-à-dire globale): l'approximation linéaire et la méthode de Monte Carlo.

Approche ascendante: approximation linéaire

La première option est souvent appelée loi de la propagation de l'incertitude. Lorsqu'il n'y a pas de corrélation entre les différentes variables d'entrée, l'incertitude de mesure composée – exprimée sous forme d'écart type – est obtenue comme suit:

$$u_c = \sqrt{\sum_{i=1}^N c_i \cdot u_i^2}$$

où u_c désigne l'incertitude composée, u_i désigne l'incertitude associée à la variable d'entrée i et c_i désigne le coefficient de sensibilité correspondant, obtenu le plus souvent via la dérivée partielle, c'est-à-dire, $c_i = \left(\frac{\partial f}{\partial x_i}\right)^2$, voir les sections 5.1.2 et 5.1.3 du GUM[1].

Approche ascendante: méthode de Monte Carlo

La deuxième option consiste à appliquer une méthode de Monte Carlo. L'utilisation de cette méthode est préférable à celle de l'approximation linéaire et elle peut être utilisée pour vérifier les estimations de l'incertitude de mesure obtenues au moyen de l'approximation linéaire. En peu de mots, la méthode de Monte Carlo peut être décrite comme une simulation par ordinateur du processus de mesure ou (en termes statistiques) comme «un échantillonnage répété des fonctions de densité de probabilité de X_i et de l'évaluation du modèle dans chaque cas», voir 5.9.1 dans [3]. Cette option est également appelée propagation de distributions. En pratique, la mise en œuvre de cette option nécessite le recours à un logiciel, car le nombre d'exécutions de la simulation (c'est-à-dire le nombre de fois où chaque variable d'entrée est échantillonnée) est généralement de l'ordre de 10^6 . Si la fonction f est sensiblement non linéaire, il est recommandé d'utiliser la méthode de Monte Carlo. Par exemple, dans le cas d'une addition standard, le modèle est

$$Y = \frac{a}{b}$$

Dans ce modèle, b désigne le paramètre de pente, calculé comme suit:

$$b = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x}) \cdot (y_i - \bar{y})}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}$$

où x_i désigne les concentrations standard ajoutées (avec la valeur moyenne \bar{x}) et y_i désigne les valeurs de réponse correspondantes (avec la valeur moyenne \bar{y}); et a désigne le point d'intersection, calculé comme

$$a = \bar{y} - b \cdot \bar{x}.$$

¹ Le nombre de composantes dépend directement du protocole expérimental de l'étude de validation de la méthode.

Les valeurs de l'incertitude des variables individuelles x_i sont tirées des certificats des substances standard de référence des matériaux, et les valeurs de l'incertitude des variables y_i sont obtenues à partir de l'analyse de régression² (écart type résiduel).

Pour un modèle de ce type, les résultats obtenus par approximation linéaire et ceux obtenus par la méthode de Monte Carlo peuvent différer considérablement. Le calcul par la méthode de Monte Carlo montrera également si la distribution du mesurande est asymétrique. Par exemple, dans le cas d'une addition standard, la distribution du mesurande $Y = \frac{a}{b}$ est généralement asymétrique à droite (positive):

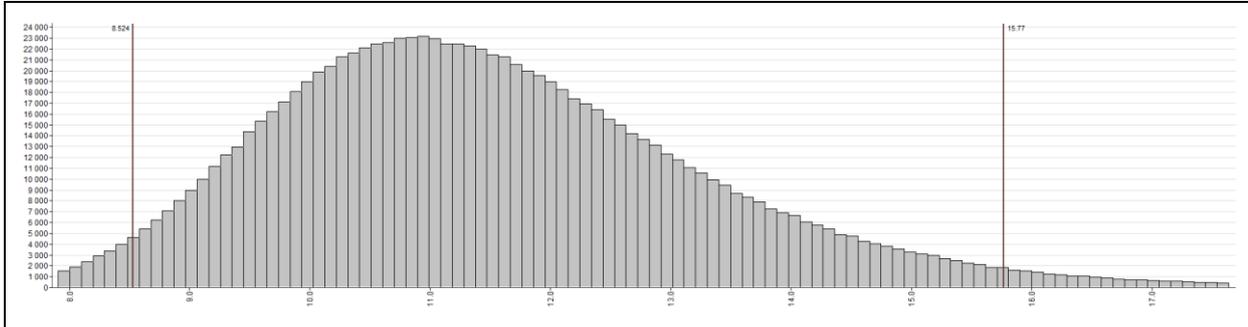


Figure 1: Distribution positive du mesurande de l'addition standard $Y = \frac{a}{b}$ obtenue via 10^6 exercices de simulation selon la méthode de Monte Carlo.

Si l'on ne peut pas s'assurer que toutes les contributions pertinentes à l'incertitude sont prises en compte dans le modèle de Monte Carlo, il est suggéré de recourir à l'approche descendante, décrite ci-après.

Approche descendante

Dans le cas de l'approche descendante, l'incertitude de mesure globale est obtenue en additionnant différentes composantes de la variance, notamment la variance interlaboratoires et la variance de répétabilité. Le nombre de mesures répétées doit être pris en considération. Par exemple, dans le cas le plus simple, l'incertitude type globale est obtenue par la formule

$$u = \sqrt{s_L^2 + \frac{s_r^2}{n_r}}$$

où s_L désigne l'écart type interlaboratoires, s_r désigne l'écart type de répétabilité et n_r désigne le nombre de répétitions dont la valeur moyenne est considérée comme le résultat de mesure final. Pour obtenir de plus amples informations, prière de consulter la norme ISO 21748 [4].

3 Modèle de base de l'approche descendante

La présente section traite du modèle de base de l'approche descendante. Le modèle repose sur l'hypothèse que des données issues d'une étude de validation interlaboratoires (également appelée étude collaborative) sont disponibles. Ce type d'étude est réalisé pour caractériser la performance d'une méthode d'analyse. En particulier, la caractérisation de la fidélité³ d'une méthode d'analyse peut être utilisée «pour conforter une estimation de l'incertitude». Pour obtenir des informations générales, voir la série de normes ISO 5725 – notamment la Partie 2 [5].

Le modèle de base est le suivant:

Valeur mesurée Y

= valeur vraie + biais de la méthode (moyenne entre laboratoires et matrices) + biais associé à la matrice + biais du laboratoire + erreur de répétabilité

Pour obtenir de plus amples informations, voir [6] et [7]. Dans le cas d'une méthode interne, le terme relatif au biais du laboratoire est remplacé par un terme représentant les effets intermédiaires (via des mesures

² À strictement parler, il convient d'appliquer une méthode de régression linéaire qui tient compte des erreurs dans les observations sur l'axe des x et sur l'axe des y (par exemple, la régression de Deming).

³ La fidélité est définie (en paraphrasant la section 2.15 dans [8]) comme le degré d'accord entre les résultats de mesures indépendantes obtenus dans des conditions spécifiées. Par exemple, la fidélité de reproductibilité caractérise l'accord entre les résultats provenant de différents laboratoires, tandis que la fidélité de répétabilité caractérise l'accord entre les résultats obtenus dans des conditions quasiment identiques dans un même laboratoire. La fidélité peut être utilisée pour dériver une estimation de l'incertitude de mesure - mais elle ne doit pas être confondue avec l'incertitude de mesure.

réalisées à différents jours ou via un plan factoriel), voir la norme ISO TS 23471 [20] et la section 9.1 ci-dessous.

Dans ce qui suit, chacun des termes du modèle de base est examiné.

Valeur vraie

En général, la valeur vraie n'est pas connue. Elle peut être estimée en calculant une moyenne, par exemple entre méthodes, échantillons et laboratoires (il s'agira souvent d'une simple estimation). Toutefois il est essentiel de noter que dans le GUM [1], l'incertitude de mesure est définie sans aucune référence à une valeur vraie; mais plutôt définie comme un paramètre «... qui caractérise la dispersion des valeurs qui pourraient raisonnablement être attribuées au mesurand», voir la section 2.2.3 dans le GUM [1]. Cette définition a été adoptée depuis dans toutes les autres normes et documents d'orientation pertinents (EURACHEM [2], Vocabulaire international de métrologie (VIM) [8]). Cela ne signifie pas pour autant que la valeur vraie ne joue plus de rôle dans l'évaluation de l'incertitude de mesure.

Cependant, ce n'est pas la différence (non disponible) entre la valeur vraie et le résultat de la mesure, mais l'incertitude de la correction de biais qui doit être prise en compte lors de l'évaluation de l'incertitude de mesure. En d'autres termes, l'attention passe de la valeur vraie elle-même (non disponible) à l'incertitude de l'estimation du biais. Il convient de noter que lorsque l'on dispose d'une valeur de référence certifiée et d'une valeur d'incertitude de référence, cette dernière peut être intégrée dans l'incertitude de la correction de biais.

Biais de la méthode (moyenne entre laboratoires et matrices)

Le biais de la méthode peut être estimé en calculant la moyenne entre laboratoires et matrices. Il est impératif que, dans chaque laboratoire participant, les mesures soient effectuées dans des conditions appropriées, avec du matériel approprié et par un personnel qualifié. Toute information existante issue de matériaux de référence (certifiés) doit être prise en considération. Comme expliqué dans l'analyse de la valeur vraie, la contribution correspondante au calcul de l'incertitude de mesure consistera en l'incertitude de l'estimation de ce biais.

Biais associé à la matrice (discordance de matrices)

Dans de nombreux cas, le biais d'une méthode dépend de la matrice examinée. En d'autres termes: le biais varie d'une matrice à l'autre. Ce type d'effets survient lorsque la matrice influe sur l'extraction de l'analyte, de sorte qu'une partie de l'analyte n'est pas récupérée; ou lorsqu'une partie de la matrice est extraite en même temps que l'analyte et interagit avec le mécanisme physico-chimique de la mesure, créant ainsi un biais. La composante correspondante de la variabilité totale est appelée composante de discordance de matrices. Il convient de noter que toutes les sources d'incertitude énumérées à la section 7 contribuent à ce terme du modèle de base.

Biais du laboratoire

Dans de nombreux cas, le biais d'une méthode dépend du laboratoire qui effectue la mesure. En d'autres termes, le biais varie d'un laboratoire à l'autre. Il n'est souvent guère possible ou suffisant d'estimer le biais du laboratoire et d'apporter une correction liée à ce biais⁴. En conséquence, pour tenir compte du biais du laboratoire dans l'estimation de l'incertitude de mesure, il est souvent pratique de s'appuyer sur la fourchette probable du biais du laboratoire, caractérisée par l'écart type du laboratoire (l'un des éléments de la fidélité de reproductibilité). Il est impératif que, dans chaque laboratoire participant à l'étude de validation, les mesures soient effectuées dans des conditions appropriées, avec du matériel approprié et par un personnel qualifié.

Erreur de répétabilité

Ce terme représente la variation entre mesures répétées (c'est-à-dire des mesures indépendantes effectuées dans des conditions d'essai quasiment identiques).

Note concernant le cas où la fidélité dépend du niveau de concentration

Lorsqu'il existe une relation connue entre la fidélité (par exemple la reproductibilité interne) et la concentration, il est possible d'appliquer une approche fondée sur une distinction claire entre, d'une part, une variation aléatoire entre les résultats d'essai à un niveau de concentration donné, et, d'autre part, la fourchette de valeurs qui pourraient «raisonnablement être attribuées au mesurand», c'est-à-dire l'incertitude de mesure. Cette approche donne lieu assez naturellement à des intervalles d'incertitude de mesure asymétriques en cas de fidélité relativement médiocre (par exemple, supérieure à 10 %) ou en cas d'hétéroscédasticité (par exemple, reproductibilité interne relative constante). Cette approche est également décrite dans l'annexe E de la norme ISO TS 23471 [20].

Note concernant le biais et les matériaux de référence (certifiés)

⁴ Ce qui est dû notamment à l'absence de matériau de référence approprié, aux effets de la fidélité intermédiaire sur les estimations du biais et au fait que le biais du laboratoire peut varier d'une matrice à l'autre.

Le biais peut être pris en compte dans l'incertitude de mesure de deux manières différentes:

Cas 1: Incertitude de la correction de biais

Si l'on dispose d'un matériau de référence (certifié), il est possible d'obtenir une estimation du biais, donc d'effectuer une correction de biais. Si une correction de biais est effectuée, l'incertitude de la correction de biais doit être prise en compte dans l'incertitude de mesure. Dans le cas le plus simple, l'incertitude de la correction de biais a deux composantes: l'incertitude de la valeur moyenne \bar{y} obtenue dans l'expérience, et l'incertitude de la valeur de référence x . (Dans ce cas le plus simple, l'estimation du biais est égale à $\bar{y} - x$). L'incertitude de la valeur de référence x peut être une valeur figurant dans un certificat (par exemple, dans le cas d'un matériau de référence certifié); mais elle peut aussi être dérivée d'une donnée sur la fidélité provenant d'une étude de validation.

Cas 2: Fourchette prévue du biais

Si plusieurs estimations du biais sont disponibles, alors la fourchette probable du biais peut être prise en compte dans l'estimation de l'incertitude de mesure. C'est ce qui est fait généralement dans l'approche descendante, lorsque l'estimation de l'incertitude de mesure est dérivée des données sur la fidélité provenant d'une étude collaborative.

D'ailleurs, pour chaque échantillon, la différence entre chaque moyenne de laboratoire et la moyenne globale peut être considérée comme une estimation du biais du laboratoire, et l'écart type interlaboratoires s_L caractérise alors la fourchette probable du biais. De même, si des données obtenues à partir de plusieurs matrices sont disponibles, la variation du biais du laboratoire entre les différentes matrices peut être caractérisée. Avec cette approche, pas plus la disponibilité de matériaux de référence (certifiés) que la réalisation de la correction de biais ne sont nécessaires. (Cependant, pour interpréter la variation de biais, il sera nécessaire de savoir si une correction a été effectuée antérieurement et si la variation a été calculée en lien avec une valeur de référence.)

4 Spécification du mesurande

Le concept de «mesurande» joue clairement un rôle central dans la définition de l'incertitude de mesure et il fera clairement ressortir le lien entre les données de validation et l'incertitude de mesure.

Sans entrer dans les détails techniques de la définition d'un mesurande⁵, il suffit de noter que la spécification d'un mesurande comprend trois composantes distinctes:

- la spécification d'une propriété, par exemple: «la concentration moyenne d'arsenic». Il convient de noter que le concept d'«analyte» correspond à cette partie de la spécification du mesurande.
- La spécification d'un phénomène, d'un corps ou d'une substance, à quoi la propriété est associée, par exemple: «un lot particulier de jus de pomme». Il convient de noter que le concept de «matrice», utilisé à la section précédente, correspond à cette partie de la spécification du mesurande.
- et la spécification d'un cadre de référence concernant la manière employée pour caractériser la propriété, par exemple: [ng/ml].

Plus simplement, pour spécifier un mesurande, il faut donc indiquer: 1) ce qui doit être mesuré, 2) dans quoi ce doit être mesuré, et 3) comment le résultat de la mesure doit être exprimé afin d'assurer la comparabilité avec d'autres résultats de mesure ou valeurs pertinentes.

En particulier, il convient que la spécification du mesurande comporte des informations indiquant si la concentration de l'analyte doit être mesurée dans un échantillon de laboratoire ou un «échantillon plus grand» ou un lot de produits dans un conteneur. Ce n'est que dans ce dernier cas que l'incertitude de l'échantillonnage est pertinente (voir un aperçu des différentes sources d'incertitude à la section 7). De même, si les résultats de mesure de plusieurs échantillons de laboratoire sont utilisés pour évaluer la conformité d'un matériau en vrac provenant d'un conteneur, c'est l'incertitude de mesure de la valeur moyenne des différents résultats correspondant aux échantillons de laboratoire individuels qui est pertinente.

D'une manière plus générale, l'incertitude de mesure est toujours déterminée sur la base de l'échantillon de laboratoire, mais il est néanmoins important de prendre en considération toutes les informations disponibles sur l'échantillon de laboratoire dans l'évaluation de l'incertitude de mesure, par exemple:

- D'où vient le matériau (d'un conteneur, par exemple)?

⁵ Dans le VIM [8], le mesurande est défini (définition 2.3) comme «la grandeur que l'on veut mesurer». La grandeur, quant à elle, est définie (définition 1.1) comme la «propriété d'un phénomène, d'un corps ou d'une substance, que l'on peut exprimer quantitativement sous forme d'un nombre et d'une référence». Un exemple donné directement sous cette définition est la «concentration en quantité de matière d'éthanol dans un spécimen de vin i ». Le terme «référence» figurant dans cette définition est expliqué dans la NOTE 2 comme suit: «La référence peut être une unité de mesure, une procédure de mesure, un matériau de référence, ou une de leurs combinaisons».

- D'autres échantillons de la même origine ont-ils fait l'objet d'essais?
- Quelle est l'utilisation prévue du résultat de la mesure (par exemple, évaluation de la conformité de l'échantillon de laboratoire individuel ou évaluation de la conformité pour le conteneur tout entier)?

Par exemple, la détermination de la contribution à l'incertitude imputable à l'hétérogénéité du matériau (par exemple, la variabilité fondamentale, voir la section 9.4) peut demander un travail considérable, en fonction de l'analyte, de la concentration et de la taille des grains/particules. Si l'origine du matériau est connue, il est parfois possible d'utiliser les résultats obtenus antérieurement sur la contribution de l'hétérogénéité à l'incertitude au lieu de procéder à une nouvelle estimation à partir de zéro.

La spécification du mesurande doit également permettre de savoir s'il faut ou non effectuer une correction de biais/de récupération, et sous quelle forme. Par exemple, si le mesurande est spécifié comme étant la quantité d'analyte récupérée, la correction de récupération peut ne pas convenir. En revanche, si le mesurande est spécifié comme étant la quantité totale d'analyte présente dans un échantillon d'essai, il peut être nécessaire d'effectuer une correction de récupération.

Enfin, il est parfois peu réaliste voire impossible de fournir une spécification exhaustive du mesurande. C'est pourquoi, il peut s'avérer nécessaire d'intégrer une composante supplémentaire de l'incertitude de mesure, appelée «incertitude définitionnelle» (voir la définition 2.27 dans le VIM [8]), afin de tenir compte de toute ambiguïté éventuelle («quantité finie de détails») dans la spécification du mesurande. Néanmoins, dans la plupart des cas, l'incertitude définitionnelle peut être considérée comme négligeable.

5 Relation entre le mesurande et les données de validation

Si les résultats d'une étude de validation sont destinés à la détermination de l'incertitude de mesure, il faut s'assurer que l'étude se réfère au même mesurande.

Exemple 1: L'incertitude de mesure est en cours d'évaluation dans un laboratoire particulier pour un mesurande spécifié comme étant la concentration d'analyte dans les échantillons d'essai. La méthode d'analyse utilisée a été validée pour le même analyte, mais dans des extraits plutôt que dans des échantillons d'essai. En d'autres termes, le mesurande dont il est question dans l'étude de validation est la concentration en analyte dans des extraits. Il s'ensuit que le mesurande pour lequel l'incertitude de mesure doit être évaluée est différent du mesurande faisant l'objet de l'étude de validation. En conséquence, l'incertitude de mesure ne peut pas être évaluée sur la base de la caractérisation de la dispersion des résultats des mesures de l'étude de validation.

Exemple 2: L'incertitude de mesure est en cours d'évaluation dans un laboratoire particulier pour un mesurande spécifié au regard d'une série de matrices. La méthode d'analyse utilisée a été validée pour le même analyte, mais uniquement pour une seule des matrices. Il s'ensuit que le mesurande pour lequel l'incertitude de mesure doit être évaluée est différent du mesurande faisant l'objet de l'étude de validation. En conséquence, l'incertitude de mesure ne peut pas être évaluée sur la base de la caractérisation de la dispersion des résultats des mesures de l'étude de validation (il manque le terme de la discordance de matrices), voir la section 9.2).

Les conditions dans lesquelles les données de validation peuvent être utilisées pour conforter une estimation de l'incertitude de mesure peuvent être énoncées comme suit:

Si...

le résultat de la mesure est obtenu à l'aide d'une méthode validée

et le mesurande entre dans le champ d'application de la validation

et la fidélité (en particulier, l'écart type de reproductibilité interne) dans le laboratoire qui évalue l'incertitude de mesure est comparable à la fidélité de la méthode telle que caractérisée dans l'étude de validation,

alors...

→

les estimations de la fidélité issues de l'étude de validation peuvent être utilisées dans le calcul de l'incertitude de mesure.

Remarque: Ces estimations de la fidélité peuvent également être utilisées pour dériver une estimation de l'incertitude de la correction du biais de la méthode.

Afin de contrôler et de démontrer, preuves à l'appui, que le laboratoire qui évalue l'incertitude de mesure est compétent en matière d'application de la méthode, et que la fidélité y est adéquate, il peut être nécessaire d'effectuer une étude de vérification.

Pour obtenir de plus amples informations concernant l'utilisation des données de validation dans l'évaluation de l'incertitude de mesure, voir la section 7 dans le guide EURACHEM [2].

6 Comparaison entre méthodes empiriques et méthodes rationnelles

Dans la définition du mesurande, la spécification de la propriété doit comporter suffisamment d'informations pour que l'on puisse sélectionner une référence appropriée (voir la section 1.1 dans le VIM [8]). Il est notamment essentiel de distinguer:

- Méthode empirique (méthodes de type I dans le système du Codex)
- Méthode rationnelle (méthodes de type II à IV dans le système du Codex)

Dans la section 5.4 du guide EURACHEM [2], il est expliqué que, dans les mesures analytiques, il est particulièrement important d'établir une distinction entre les méthodes de mesure destinées à produire des résultats indépendants de la méthode utilisée et les méthodes qui ne visent pas l'obtention de ce type de résultats. Et il est indiqué que ces dernières sont souvent appelées méthodes empiriques ou méthodes définies d'une manière opérationnelle.

Dans la section 5.5 du même document, il est expliqué que les méthodes non empiriques sont parfois appelées méthodes rationnelles. Cette distinction est étroitement liée à celle qui existe entre les mesurandes définis de manière opérationnelle et les mesurandes définis de manière non opérationnelle, que l'on trouve dans la section 9.2.3 du Guide ISO 35 [9]. Voir aussi la section 3.1 du Guide EURACHEM sur la traçabilité métrologique des mesures chimiques [21].

Du point de vue de l'évaluation de l'incertitude de mesure, cette distinction a une conséquence non négligeable, à savoir: pour les méthodes empiriques (mesurandes définis d'une manière opérationnelle), il n'y a pas de terme de biais de la méthode dans le modèle de base de l'approche descendante décrite à la section 3. (Veuillez noter que l'approche ascendante ne permet pas de distinguer le biais de la méthode par rapport aux autres composantes du biais).

7 Sources d'incertitude dans les approches descendantes et ascendantes

Dans l'approche descendante, la variation totale observée dans un ensemble de données est scindée en différentes composantes. Dans l'approche ascendante, l'incertitude globale est obtenue à partir des valeurs de l'incertitude associées aux variables d'entrée individuelles. La question suivante se pose: quelle est la relation entre les composantes d'un modèle descendant et les sources d'incertitude prises en compte dans un modèle ascendant?

Pour répondre à cette question, un aperçu des différentes catégories de sources d'incertitude – indépendamment de l'approche, est présenté ci-après. L'objectif est de distinguer les grandes catégories de sources d'incertitude. Outre qu'il apporte des précisions supplémentaires concernant la relation entre l'approche descendante et l'approche ascendante, cet aperçu peut s'avérer utile pour déterminer lesquelles de ces sources peuvent entrer en ligne de compte dans un cas donné, et pour savoir si toutes les sources pertinentes ont été intégrées dans l'évaluation de l'incertitude de mesure.

À des fins pratiques, les sources d'incertitude sont classées dans six grandes catégories:

- Échantillonnage (La question de l'incertitude de l'échantillonnage n'est pas traitée dans le présent document. Voir les directives CXG 50-2004 [13])
- Entreposage/transport
- Sous-échantillonnage
- Conditions de mesure
- Procédures de mesure
- Effets liés au calcul

Source d'incertitude	Rôle dans l'incertitude de mesure
<i>Échantillonnage</i>	<p>Si le mesurande est défini comme étant, par exemple, la concentration de l'analyte dans un conteneur ou dans un lot de produits, alors il faut effectuer un échantillonnage, dont la contribution à l'incertitude de mesure doit être évaluée, voir la section 7.6 dans la norme ISO 17025 [10].</p> <p>Si le mesurande est défini comme étant un matériau d'essai unique (échantillon de laboratoire), il n'y a pas de contribution à l'incertitude imputable à l'échantillonnage. Cependant, il peut y avoir une contribution imputable au sous-échantillonnage (c'est à dire, pour le prélèvement des prises d'essai dans l'échantillon de laboratoire).</p> <p>La variabilité fondamentale constitue l'une des «sous-composantes» de l'incertitude de l'échantillonnage, voir l'analyse à la section 9.4.</p>
<i>Entreposage/transport</i>	<p>Si les différentes conditions d'entreposage ou de transport ont des incidences sur les résultats de mesure, la contribution correspondante à l'incertitude globale devra alors être prise en compte.</p>
<i>Sous-échantillonnage</i>	<p>Ce terme désigne le prélèvement de prises d'essai dans l'échantillon de laboratoire. Si celui-ci n'est pas homogène (finement broyé dans le cas de matières solides, mélangé ou agité dans le cas de liquides et de semi solides), alors rien ne garantit que l'incertitude de sous-échantillonnage est négligeable. En conséquence, il faut homogénéiser correctement l'échantillon de laboratoire avant de procéder au sous-échantillonnage afin de réduire cette source d'incertitude.</p> <p>La variabilité fondamentale constitue l'une des «sous-composantes» de l'incertitude de sous échantillonnage, voir l'analyse à la section 9.4.</p>
<i>Conditions de mesure</i>	<p>Il convient de souligner que le terme mesure tel qu'utilisé ici recouvre toutes les procédures de préparation et de purification des échantillons. Si des conditions de mesure différentes (par exemple, différences concernant la période de l'année, le technicien, les réactifs, le matériel) contribuent à l'incertitude de mesure, cette source doit être prise en considération.</p>
<i>Procédures de mesure</i>	<p>Ce terme désigne la composante d'incertitude intrinsèque ou irréductible associée aux mécanismes physiques/chimiques/biochimiques mis en œuvre dans le cadre de la procédure de mesure (y compris les procédures de préparation et de purification des échantillons), par exemple, l'efficacité de l'extraction. Les variables d'entrée dans l'approche ascendante peuvent être considérées comme appartenant à cette catégorie.</p>
<i>Effets liés au calcul</i>	<p>Les modèles d'étalonnage inexacts, les méthodes de calcul inadaptées, les procédures d'intégration des pics et l'arrondissement des chiffres contribuent également à l'incertitude de mesure.</p>

Note concernant les méthodes microbiologiques quantitatives et l'estimation de l'incertitude de mesure en accord avec la norme ISO 19036

Dans la norme ISO 19036 [24], une approche descendante est décrite. Cette approche distingue trois composantes de l'incertitude de mesure: l'incertitude technique, l'incertitude de matrice et l'incertitude de distribution. L'incertitude technique représente les sources d'incertitude décrites à la section 7 dans les catégories: Conditions de mesure et Procédures de mesure. L'incertitude technique découle donc de l'application de la méthode elle-même. L'incertitude technique ne couvre aucune des variations liées à l'hétérogénéité de l'échantillon de laboratoire. Ce type de variation est représentée par l'incertitude de matrice. Selon la définition figurant dans la norme ISO 19036, l'incertitude de matrice correspond donc à la source d'incertitude associée au sous-échantillonnage mentionnée dans la liste figurant à la section 7. Conceptuellement, elle n'a aucun lien quel qu'il soit avec le terme du biais associé à la matrice (discordance de matrices) décrit à la section 3. Enfin, l'incertitude de distribution découle du fait que le nombre de cellules discrètes (colonie formant une unité) peut varier d'une prise d'essai à l'autre, même si l'échantillon de laboratoire est parfaitement homogène. L'incertitude de distribution est donc reliée à la variabilité

fondamentale dont il est question à la section 9.4. Il convient de signaler que les composantes de l'incertitude suivantes ne sont pas traitées dans la norme ISO 19036:

- biais de la méthode et biais du laboratoire (il n'existe pas de «valeurs vraies» pour les mesurandes microbiologiques),
- échantillonnage.

8 Exigences concernant la taille des données

Si un écart type est calculé sur la base d'une série de résultats de mesure, caractérise-t-il effectivement la dispersion réelle des valeurs? En effet, si plusieurs séries de mesures sont effectuées et qu'une valeur d'écart type distincte est calculée pour chacune, ces valeurs d'écart type seront différentes. En d'autres termes, un écart type particulier, obtenu à partir de données empiriques, ne représente qu'une estimation de l'écart type «vrai»⁶.

L'intervalle de confiance pour un écart type peut être obtenu au moyen de la formule Excel suivante: $\text{SQRT}((N-1)/\text{CHISQ.INV}(p,N-1))$, où p est la valeur de la probabilité (par exemple, 0,025 ou 0,975) et N est le nombre de laboratoires ou le nombre d'essais à l'intérieur d'un même laboratoire. Cette formule Excel correspond aux formules mathématiques suivantes pour les limites inférieure et supérieure (LCL et UCL) d'un intervalle de confiance de 95 % avec une estimation de l'écart type s : $\text{LCL} = \sqrt{\frac{N-1}{\chi^2_{(N-1,0,975)}}} \cdot s$ et $\text{UCL} = \sqrt{\frac{N-1}{\chi^2_{(N-1,0,025)}}} \cdot s$, où $\chi^2_{(v,p)}$ désigne le p -quantile d'une distribution Khi carré avec v degrés de liberté.

Il est recommandé de calculer les écarts types sur la base d'un minimum de $N = 12$ valeurs (correspondant à $\nu = 11$ degrés de liberté pour l'estimation de l'écart type), auquel cas $\chi^2_{(N-1,0,975)} = \chi^2_{(11,0,975)} = 21,92$ et $\chi^2_{(N-1,0,025)} = \chi^2_{(11,0,025)} = 3,82$, et l'intervalle de confiance pour l'écart type est de $[0,71 \cdot s, 1,70 \cdot s]$.

En ce qui concerne l'estimation simultanée de, par exemple, l'écart type entre laboratoires (ou entre matrices) et l'écart type de répétabilité, cette recommandation signifie que les résultats de mesure d'au moins 12 laboratoires (ou matrices) doivent être disponibles, chacun avec au moins deux répétitions par laboratoire (ou matrice).

Il faut disposer des données d'au moins 8 laboratoires (voir la section 6.3.4 de la norme ISO 5725-1 [18] dans laquelle le nombre de laboratoires proposé comme étant habituel s'échelonne de 8 à 15).

Lorsque différentes sources d'incertitude sont prises en compte simultanément, par exemple dans l'approche ascendante, l'exigence concernant la taille des données peut être appliquée au moyen de l'équation de Welch-Satterthwaite, voir l'annexe G de [1], G.4.1. Plus précisément: si l'on prend le cas où 2 sources d'incertitude différentes sont prises en considération dans le calcul de l'incertitude composée, u_1 et u_2 . Supposons que chacune a été obtenue en appliquant la formule pour l'écart type de l'échantillon sur la base de n_1 et n_2 résultats de mesure, respectivement. Le nombre de degrés de liberté pour l'incertitude composée peut alors être calculé comme suit:

$$\text{Degrés de liberté pour l'incertitude composée} = \frac{(u_1^2/n_1 + u_2^2/n_2)^2}{\frac{(u_1^2/n_1)^2}{n_1 - 1} + \frac{(u_2^2/n_2)^2}{n_2 - 1}}$$

La recommandation préconise d'assurer un nombre minimal de 11 degrés de liberté pour l'incertitude composée.

Lorsque des informations préalables sont utilisées pour une valeur u_i individuelle (variable de type B) et qu'aucune information concernant la taille des données n'est disponible, il est suggéré d'utiliser $n_i = 7$; l'incertitude qui correspond à cette taille de données est censée traduire le fait que, dans le cas des variables de type B, les hypothèses de distribution reposent souvent sur des «suppositions éclairées».

Exemple d'application de l'équation de Welch-Satterthwaite

Prenons le cas où l'incertitude de mesure doit être évaluée sur la base de la relation fonctionnelle ci-après, où le résultat de la mesure Y est exprimé comme une fonction de 4 variables d'entrée:

$$Y = f(X_1, X_2, X_3, X_4) = X_1 + X_2 + X_3 + X_4$$

⁶ Le tableau 3 dans les Directives pour l'estimation de l'incertitude des résultats (CXG 59-2006) [11] indique les fourchettes probables des estimations de l'écart type calculées à partir de données empiriques, pour différentes valeurs de N (nombre d'observations). Il convient de noter que les fourchettes probables ne doivent pas être confondues avec les intervalles de confiance.

Tableau 1: Taille des données et valeurs de l'incertitude pour les variables d'entrée

Variable d'entrée	Type	n	u^2
X_1	A	3	4
X_2	B	30	15
X_3	B	30	15
X_4	B	Non disponible Prendre $n_4 = 7$	5

L'équation de Welch-Satterthwaite peut maintenant être appliquée.

Degrés de liberté pour l'incertitude composée

$$= \frac{(u_1^2/n_1 + u_2^2/n_2 + u_3^2/n_3 + u_4^2/n_4)^2}{\frac{(u_1^2/n_1)^2}{n_1 - 1} + \frac{(u_2^2/n_2)^2}{n_2 - 1} + \frac{(u_3^2/n_3)^2}{n_3 - 1} + \frac{(u_4^2/n_4)^2}{n_4 - 1}}$$

$$= 9,4$$

Nous suggérons aux utilisateurs de l'équation de Welch-Satterthwaite de consulter l'annexe G du GUM [1] où ils trouveront une analyse de l'équation et la fourchette dans laquelle les degrés de liberté calculés doivent être compris, puisqu'une utilisation incorrecte donne habituellement des résultats non compris dans cette fourchette.

9 Procédures simples pour évaluer les composantes de l'incertitude

Si les données de validation sont incomplètes (c'est-à-dire si certaines des sources d'incertitude entrant en ligne de compte n'ont pas été caractérisées), il faut conduire des expériences supplémentaires avant de pouvoir appliquer l'approche descendante.

Par exemple, dans le cadre d'une étude collaborative, chaque laboratoire participant doit idéalement recevoir des échantillons représentant différentes matrices et différentes concentrations d'analyte. Mais, en raison de problèmes de disponibilité du matériau, les études collaboratives sont souvent réalisées avec un seul échantillon par participant. Dans ce cas, il est quasiment impossible de tirer une conclusion concernant l'impact des effets de la matrice. Par conséquent, la caractérisation du terme du biais associé à la matrice dans le modèle de base doit souvent faire l'objet d'une expérience distincte.

Dans ce qui suit, des procédures simples sont décrites pour caractériser différentes composantes de la variation – comme le biais associé à la matrice.

Des procédures plus sophistiquées permettant d'estimer simultanément plusieurs composantes de variation sont présentées dans [12]. Voir également la norme ISO TS 23471 [20], dans laquelle sont décrits des plans d'étude pour l'évaluation des données obtenues à partir de plusieurs niveaux de concentration dans un seul laboratoire; et la norme ISO 5725-3 [19], dans laquelle, sont décrits principalement d'autres plans d'étude pour l'évaluation des données obtenues à partir d'un seul niveau de concentration dans plusieurs laboratoires.

9.1 PROCÉDURE POUR CARACTÉRISER LA VARIATION INTERNE

Si la méthode d'analyse est une méthode interne, une étude de validation interne (dans un laboratoire unique) est effectuée. Si les données de validation sont incomplètes ou indisponibles, les composantes de variation internes peuvent être caractérisées sur la base d'une nouvelle expérience (ou des données de contrôle qualité, sous réserve que ce type de données soit disponible et ait une structure appropriée).

La variation interne totale est appelée fidélité intermédiaire et elle doit traduire toutes les sources d'incertitude entrant en ligne de compte, à l'exception de la discordance de matrices⁷ – en particulier, la variation résultant de conditions de mesure différentes (par exemple, technicien, lot de réactifs, etc.) au sein du laboratoire, ainsi que la répétabilité.

La structure des données expérimentales ou des données de contrôle qualité doit permettre de faire la distinction entre les conditions de répétabilité internes et les conditions intermédiaires (différences concernant le jour, le technicien, le lot de réactifs, etc.). L'incertitude peut alors être calculée comme suit:

⁷ Par définition, la fidélité intermédiaire ne recouvre pas la variation du biais entre différentes matrices (discordance de matrices), voir la section 2.22 dans le VIM [8]. Si la discordance de matrices est prise en compte, on utilise l'expression «reproductibilité interne».

$$u = \sqrt{s_i^2 - s_{r, inhouse}^2 + \frac{s_{r, inhouse}^2}{k}}$$

où s_i désigne l'écart type intermédiaire, $s_{r, inhouse}$ désigne l'estimation de la répétabilité et k désigne le nombre de répétitions dont la valeur moyenne est considérée comme le résultat final de la mesure.

Comme expliqué à la section 8, il est recommandé qu'un nombre minimal de $N = 12$ conditions de mesure internes différentes (par exemple des jours différents) soient représentées dans l'ensemble de données.

Dans l'exemple ci-après, nous prenons le cas où des données de contrôle qualité sont disponibles pour 20 jours différents. (Si les données de contrôle qualité requises ne sont pas disponibles et qu'il faut réaliser une autre expérience, $N = 12$ jours sont suffisants).

Tableau 2: Données de contrôle qualité internes pour le calcul des valeurs de l'écart type intermédiaire (interne) et de l'écart type de répétabilité

	Résultat 1	Résultat 2
Jour 1	10,72	12,29
Jour 2	4,56	0,90
Jour 3	8,79	9,75
Jour 4	10,08	6,51
Jour 5	12,29	11,32
Jour 6	7,95	6,79
Jour 7	13,06	14,54
Jour 8	11,23	12,09
Jour 9	7,31	9,51
Jour 10	5,85	5,08
Jour 11	7,48	9,12
Jour 12	12,59	10,65
Jour 13	7,55	6,59
Jour 14	12,05	11,15
Jour 15	4,86	6,48
Jour 16	6,99	7,10
Jour 17	7,40	6,75
Jour 18	8,85	11,15
Jour 19	11,93	10,17
Jour 20	8,50	8,29

Les valeurs de l'écart type entre les jours et de l'écart type de répétabilité sont calculées comme suit.

En premier lieu, nous introduisons la notation suivante: les jours sont indexés $i = 1, \dots, m$ (dans cet exemple, $m = 20$); les répétitions de chaque jour sont indexées $j = 1, n$ (dans cet exemple, $n = 2$); et les résultats de mesure individuels sont notés x_{ij} .

Premièrement, calculer la valeur moyenne globale \bar{x} , et les valeurs moyennes de chaque jour \bar{x}_i . Calculer ensuite la somme des carrés entre les jours⁸:

$$SSB = n \cdot \sum_{i=1}^m (\bar{x}_i - \bar{x})^2$$

⁸ Les formules suivantes sont les formules standard utilisées pour une analyse de variance unidirectionnelle à effets aléatoires.

et la somme des carrés dans la journée:

$$SSW = \sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^n (x_{ij} - \bar{x}_i)^2$$

L'écart type de répétabilité interne $s_{r, inhouse}$ est alors obtenu de la manière suivante:

$$s_{r, inhouse} = \sqrt{\frac{SSW}{m \cdot (n - 1)}}$$

et l'écart type entre les jours s_D est obtenu par la formule:

$$s_D = \sqrt{\frac{1}{n} \left(\frac{SSB}{m-1} - s_{r, inhouse}^2 \right)}$$

(Si la valeur sous le signe racine carrée est négative, alors $s_D = 0$.)

Enfin, l'écart type intermédiaire (interne) est calculé comme suit:

$$s_I = \sqrt{s_D^2 + s_{r, inhouse}^2}$$

Pour les données du tableau 2, les résultats des calculs sont les suivants:

Tableau 3: Calcul de SSB et de SSW sur la base des données de contrôle qualité internes

Valeur moyenne globale \bar{x}	Valeurs moyennes \bar{x}_i spécifiques du jour	Différences $\bar{x}_i - \bar{x}$	SSB	Différences $x_{ij} - \bar{x}_i$	Différences $x_{ij} - \bar{x}_i$	SSW
8,91	11,51	2,60	283,05	-0,79	0,79	29,95
	2,73	-6,18		1,83	-1,83	
	9,27	0,36		-0,48	0,48	
	8,29	-0,61		1,79	-1,79	
	11,80	2,90		0,49	-0,49	
	7,37	-1,54		0,58	-0,58	
	13,80	4,90		-0,74	0,74	
	11,66	2,75		-0,43	0,43	
	8,41	-0,50		-1,10	1,10	
	5,46	-3,44		0,39	-0,39	
	8,30	-0,61		-0,82	0,82	
	11,62	2,72		0,97	-0,97	
	7,07	-1,83		0,48	-0,48	
	11,60	2,69		0,45	-0,45	
	5,67	-3,24		-0,81	0,81	
	7,05	-1,86		-0,06	0,06	
	7,08	-1,83		0,32	-0,32	
10,00	1,09	-1,15	1,15			
11,05	2,14	0,88	-0,88			
8,40	-0,51	0,10	-0,10			

Les estimations de la fidélité suivantes sont obtenues:

Tableau 4: Estimations de la fidélité obtenues à partir des données de contrôle qualité internes

$S_{r,inhouse}$	S_D	S_I
1,22	2,59	2,86

9.2 PROCÉDURES POUR CARACTÉRISER LA VARIATION DU BIAIS ENTRE MATRICES (DISCORDANCE DE MATRICES)

La présente section est consacrée à la description d'une procédure pour l'estimation de la variation du biais entre matrices. Il est nécessaire de procéder à une estimation de ce type lorsque

- d'une part, un certain nombre de matrices/types d'échantillon différents entrent dans le champ d'application de la méthode
- et d'autre part, seuls un petit nombre de matrices/types d'échantillon ont été pris en compte dans l'étude de validation.

Il est supposé que, pour toute matrice donnée, l'hétérogénéité entre les échantillons de laboratoire est négligeable et que le mesurande est spécifié au regard d'un certain nombre de matrices, parmi lesquelles N matrices sont sélectionnées⁹. La sélection doit dépendre de l'utilisation/du champ d'application prévu de la méthode. Comme expliqué à la section 8, il est recommandé de considérer, au minimum, $N = 12$ matrices.

Une manière simple de caractériser la variation du biais entre différentes matrices consiste à enrichir les N matrices et à obtenir des résultats de mesure en double dans un laboratoire unique pour chaque matrice. Ainsi, la variation du biais entre les matrices (discordance de matrices) peut être distinguée de la variation à l'intérieur de chaque matrice (erreur de répétabilité). Avec cette procédure, la matrice est modélisée comme un effet aléatoire, et le résultat est un écart type caractérisant la variation entre toutes les matrices entrant en ligne de compte dans la spécification du mesurande.

Exemple

Tableau 5: Données tirées d'une expérience pour le calcul des effets de la discordance de matrices (variation du biais entre matrices)

	MV1	MV2
Matrice 1	114,51	112,24
Matrice 2	120,25	111,59
Matrice 3	88,46	86,62
Matrice 4	118,93	102,35
Matrice 5	74,06	80,91
Matrice 6	117,50	102,69
Matrice 7	120,96	109,35
Matrice 8	96,05	92,92
Matrice 9	98,43	87,09
Matrice 10	107,99	117,42
Matrice 11	117,34	126,87
Matrice 12	76,56	109,79

En appliquant la même procédure de calcul qu'à la section 9.1, les estimations de la fidélité suivantes sont obtenues:

Tableau 6: Estimations de la fidélité pour le calcul de la discordance de matrices

S_r	S_{matrix}
9,53	12,24

⁹ Par exemple, un certain nombre de types de pommes différents ou un certain nombre de races bovines différentes.

9.3 PROCÉDURES POUR CARACTÉRISER LA VARIATION INTERLABORATOIRES

Procédure 1: Réaliser une étude de validation interlaboratoires avec, au minimum, $N = 12$ laboratoires et des résultats de mesure en double dans chaque laboratoire. Il faut s'assurer que l'hétérogénéité entre les échantillons de laboratoire est négligeable. De cette manière, il est possible de distinguer la variation entre les laboratoires (biais du laboratoire) de la variation à l'intérieur de chaque laboratoire (erreur de répétabilité). Dans cette procédure, le laboratoire est modélisé comme un effet aléatoire, et le résultat est un écart type caractérisant la variation entre laboratoires.

Exemple

Tableau 7: Données tirées d'une expérience pour le calcul du biais du laboratoire

	MV1	MV2
Labo 1	0,981	1,238
Labo 2	0,182	0,601
Labo 3	1,107	0,994
Labo 4	1,471	1,532
Labo 5	1,169	0,674
Labo 6	0,491	1,271
Labo 7	1,717	0,970
Labo 8	0,931	1,171
Labo 9	1,017	1,248
Labo 10	0,909	0,723
Labo 11	0,812	1,312
Labo 12	1,375	1,719

En appliquant la même procédure de calcul qu'à la section 9.1, les estimations de la fidélité suivantes sont obtenues:

Tableau 8: Estimations de la fidélité pour le calcul du biais du laboratoire

s_r	s_{lab}
0,30	0,23

Procédure 2: Si des données d'essai d'aptitude sont disponibles, et qu'un nombre suffisant de participants (dans l'idéal, au moins 12) ont utilisé la même méthode (idéalement, avec des mesures en double dans chaque laboratoire) – alors ces données peuvent être utilisées pour caractériser la variation entre les laboratoires. Pour garantir une évaluation neutre des données et éviter les conflits d'intérêts, les données doivent provenir de programmes d'essai d'aptitude gérés par les autorités compétentes.

9.4 PROCÉDURES POUR CARACTÉRISER LES CONTRIBUTIONS À L'INCERTITUDE IMPUTABLES AUX ÉTAPES DE LA PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON ET AU SOUS-ÉCHANTILLONNAGE AU SEIN DU LABORATOIRE

Procédures pour caractériser la contribution des étapes de la préparation de l'échantillon et la contribution de l'hétérogénéité de l'échantillon de laboratoire.

Dans le cadre d'une étude collaborative menée conformément aux dispositions de la norme ISO 5725-2, la composante de répétabilité peut traduire, ou non, les contributions

- de la préparation de l'échantillon (toutes les étapes, depuis l'échantillon de laboratoire jusqu'à l'obtention de la prise d'essai)
- de la variation du sous-échantillonnage due à l'hétérogénéité de l'échantillon de laboratoire.

En particulier, si l'étude collaborative a été conduite sur la base d'un matériau de référence qui

- est homogène
- est envoyé aux laboratoires sous la forme de prises d'essai pour lesquelles aucune étape de préparation supplémentaire n'est requise

alors, l'estimation de la répétabilité ne rendra compte d'aucune de ces deux sources d'incertitude.

C'est pourquoi, si l'une quelconque de ces sources d'incertitude entre en ligne de compte (c'est-à-dire influe sur les mesures dans les essais de routine), utiliser des échantillons «réels» dans l'étude de validation. Si ce n'est pas possible (par exemple en raison de problèmes de stabilité), et que du matériau d'essai homogène est utilisé à la place, alors les composantes de la répétabilité liées à la préparation de l'échantillon et/ou au sous-échantillonnage doivent être estimées dans une expérience séparée.

Remarque: La composante de sous-échantillonnage ne doit pas être confondue avec la composante de variation du biais entre matrices (discordance de matrices), qui peut varier considérablement d'un laboratoire à l'autre, faisant ainsi augmenter la composante interlaboratoires (plutôt que la répétabilité).

En l'absence de variabilité fondamentale, une procédure simple pour l'estimation des composantes de la préparation et/ou du sous-échantillonnage consiste à réaliser une expérience interne avec 12 échantillons «réels» (échantillons de routine). Pour chaque échantillon, 2 résultats d'essai sont obtenus dans des conditions de répétabilité. Toute incertitude due à l'hétérogénéité et/ou aux étapes de l'échantillonnage se manifesterait sous la forme de l'estimation «à l'intérieur d'un échantillon», si l'on suit le plan d'évaluation décrit aux sections 9.1, 9.2 et 9.3 ci-dessus.

Procédures pour caractériser la variabilité fondamentale

La variabilité fondamentale est une sous-composante du terme de l'erreur de répétabilité du modèle de base présenté à la section 3 et elle désigne la variation irréductible entre les échantillons qui existe toujours, même au degré d'homogénéité le plus élevé que l'on peut obtenir. La variabilité fondamentale traduit l'hétérogénéité au niveau des particules constitutives de l'échantillon; elle a une influence sur l'incertitude des résultats de mesure lorsque l'analyte cible est présente sur des particules porteuses clairsemées¹⁰. La variabilité fondamentale apparaît deux fois: premièrement, pendant l'échantillonnage, et deuxièmement, pendant le sous-échantillonnage en laboratoire, c'est-à-dire lors de l'extraction d'une prise d'essai après l'homogénéisation de l'échantillon de laboratoire. Dans la pratique, la variabilité fondamentale dépassant le seuil négligeable peut être réduite en modifiant la procédure d'essai à deux égards: premièrement, par un broyage ou pulvérisation ou mélange plus fin du matériau d'essai, et deuxièmement, par une augmentation de la taille de la prise d'essai.

Il convient de noter qu'une répartition correcte de la variabilité observée entre l'échantillonnage, le sous-échantillonnage et d'autres composantes de l'incertitude, est réalisable en théorie, mais qu'en revanche, elle est difficile à réaliser concrètement lorsque la variabilité fondamentale est importante. Prenons le cas où le nombre de particules porteuses dans l'échantillon de laboratoire prélevé dans le conteneur ou le lot de produits varie de manière aléatoire entre 0 et 10. La variabilité fondamentale entre les sous-échantillons (prises d'essai) dépendra donc de l'échantillon de laboratoire dans lequel ils ont été prélevés. Dans une situation de ce type, il serait très compliqué de caractériser correctement la variabilité fondamentale. Il serait beaucoup plus efficace de s'assurer que la variation du nombre de particules porteuses entre les différents échantillons de laboratoire est négligeable – en d'autres termes, de s'assurer que chaque échantillon de laboratoire unique est représentatif du conteneur ou du lot de produits, et d'éliminer ainsi de l'équation la variabilité fondamentale de l'échantillonnage. Souvent, on peut y parvenir en augmentant la taille des échantillons de laboratoire; mais, d'un point de vue général, une évaluation correcte de la variabilité fondamentale nécessite une prise en compte appropriée de l'étape de l'échantillonnage, c'est-à-dire une prise en compte des différentes étapes depuis l'échantillonnage jusqu'à l'analyse, comme s'il s'agissait d'un processus unique¹¹.

La question qui se pose est donc la suivante: comment décider si la variabilité fondamentale est, oui ou non, significative? La variabilité fondamentale ne peut pas être caractérisée au moyen d'études classiques de l'homogénéité, comme celles décrites dans les plans standard de la norme ISO 13528 [22] et le Guide ISO 35 [9]. En effet, dans ces plans, il n'est pas possible de distinguer la variabilité fondamentale de l'hétérogénéité de l'échantillon proprement dite, de sorte que la première peut être confondue avec la seconde.

La procédure suivante permet de caractériser la variabilité fondamentale.

Étape 1

¹⁰ La variabilité fondamentale est liée à l'erreur fondamentale de Pierre Gy, voir [23].

¹¹ Prenons l'exemple suivant: un conteneur de 5 t contient une seule particule porteuse correspondant à une concentration d'analyte de 1 µg/kg. Un échantillon de laboratoire de 5 kg est prélevé dans le conteneur. Ainsi, avec une probabilité de 99,9%, l'échantillon de laboratoire ne contiendra aucune particule porteuse et il n'y aura pas de variabilité fondamentale. Cependant, avec une probabilité de 0,1%, l'échantillon de laboratoire contiendra la seule particule porteuse. Dans ce cas, si une prise d'essai de 500 g est prélevée dans l'échantillon de laboratoire, la concentration en analyte dans la prise d'essai sera alors soit de 0 mg/kg (neuf fois sur dix) ou de 10 mg/kg (une fois sur dix). Cela correspond à un écart type (Poisson) de 1 mg/kg – ce qui représente clairement une estimation disproportionnée par rapport à la situation dans le conteneur. Cet exemple montre comment le fait de limiter le calcul de la variabilité fondamentale à l'étape de sous-échantillonnage peut conduire à une erreur grossière dans l'estimation.

Vérifier si l'un des critères suivants est rempli:

Critère 1: l'écart type de répétabilité interne est supérieur à 3 fois la valeur attendue.

Critère 2: l'écart type de répétabilité interne est supérieur à la valeur de l'écart type d'Horwitz.

Critère 3: Des valeurs aberrantes «supérieures» manifestes apparaissent dans les données de contrôle qualité. Par exemple, dans les données de contrôle qualité présentées au tableau 2 (section 9.1), la valeur au jour 7, de 14,54, pourrait être considérée comme une valeur aberrante «supérieure» de ce type. La présence de ces valeurs aberrantes révèle plus clairement que la variabilité étonnement importante qui est observée pourrait être due à une variabilité fondamentale.

Si l'un au moins de ces critères est rempli, passer à l'étape 2.

Étape 2

Réaliser l'expérience suivante:

1. Obtenir 20 résultats d'essai dans des conditions de répétabilité. Calculer la variance correspondante s_1^2 .
2. Multiplier la taille de la prise d'essai par un facteur k (par exemple, tripler la taille de la prise d'essai, $k = 3$). S'il n'est pas possible ou pratique d'augmenter la taille de la prise d'essai, le broyage et l'homogénéisation d'un volume correspondant à une multiplication par k de la taille de la prise d'essai avant de prélever une prise d'essai de la taille d'origine constitue une autre option.
3. Obtenir 20 résultats d'essai dans des conditions de répétabilité sur la base du matériau d'essai finement broyé/ d'une taille supérieure de la prise d'essai. Calculer la variance correspondante s_2^2 .
4. Si le rapport $\frac{s_1^2}{s_2^2}$ est supérieur à 2,17, calculer l'écart type caractérisant la variabilité fondamentale de la manière suivante:

$$s_F = \sqrt{\frac{k}{(k-1)} \cdot (s_1^2 - s_2^2)}$$

5. Si le rapport $\frac{s_1^2}{s_2^2}$ est inférieur à 2,17, alors, la variabilité fondamentale n'est pas significative et n'a pas besoin d'être prise en compte dans l'estimation de l'incertitude de mesure.

Exemple

Tableau 9: Données issues d'une expérience pour le calcul de la variabilité fondamentale

	Expérience 1: Taille de la prise d'essai d'origine	Expérience 2: Taille de la prise d'essai triplée
Échantillon 1	14,0	15,1
Échantillon 2	11,9	13,8
Échantillon 3	10,5	11,8
Échantillon 4	14,9	14,0
Échantillon 5	13,1	11,4
Échantillon 6	9,5	15,7
Échantillon 7	15,6	12,4
Échantillon 8	18,3	11,5
Échantillon 9	12,5	12,1
Échantillon 10	16,4	13,7
Échantillon 11	18,0	15,8
Échantillon 12	14,0	12,5
Échantillon 13	13,0	12,8
Échantillon 14	20,8	15,1
Échantillon 15	10,2	11,8

Échantillon 16	21,5	10,6
Échantillon 17	13,9	11,1
Échantillon 18	17,8	12,9
Échantillon 19	7,7	11,4
Échantillon 20	12,2	16,3

Il convient de noter que, dans l'expérience 1, plusieurs valeurs manifestement plus élevées sont obtenues – ce qui indique que la variabilité fondamentale n'est pas négligeable.

Les variances suivantes et les rapports correspondant sont obtenus:

Tableau 10: Variances et rapports correspondants

s_1^2	s_2^2	s_1^2/s_2^2
13,54	3,05	4,44

Comme on le voit, le rapport s_1^2/s_2^2 est supérieur à 2,17. En conséquence, la variabilité fondamentale est calculée comme suit

$$s_F = \sqrt{\frac{3}{2} \cdot (s_1^2 - s_2^2)} = 3.97.$$

9.5 PROCÉDURES POUR DÉTERMINER L'EXHAUSTIVITÉ DE L'ESTIMATION DE L'INCERTITUDE DE MESURE DÉRIVÉE DES DONNÉES SUR LA FIDÉLITÉ ISSUES D'UNE ÉTUDE COLLABORATIVE

En général, la charge de travail associée à une évaluation quantitative fiable du degré d'exhaustivité d'une estimation de l'incertitude de mesure est dissuasive. C'est pourquoi, une évaluation qualitative est proposée, qui consiste à répondre aux deux questions suivantes.

Les contributions à l'incertitude imputables au sous-échantillonnage et à la préparation de l'échantillon sont-elles intégrées dans l'estimation de la répétabilité et/ou l'estimation de la reproductibilité?

L'intégration ou la non-intégration du sous-échantillonnage dépend de l'échantillon fourni au laboratoire. Si le matériau est broyé/homogénéisé, l'incertitude du sous-échantillonnage n'est pas prise en compte.

Le fait d'intégrer entièrement la préparation de l'échantillon ou de ne pas le faire dépend des étapes de la préparation de l'échantillon qui ont déjà été réalisées par la personne responsable de l'organisation de l'étude collaborative.

Si ces sources d'incertitude n'ont pas été dûment prises en compte dans l'étude collaborative, il convient de procéder aux expériences supplémentaires décrites à la section 9.4.

Les effets de la discordance de matrices sont-ils pris en compte dans l'estimation de la reproductibilité?

En général, ce n'est pas le cas. Les effets de la discordance de matrices peuvent être déterminés uniquement au moyen d'une comparaison avec des valeurs de référence ou au moyen d'expériences d'enrichissement, voir la procédure proposée à la section 9.2. Un autre exemple est présenté dans l'annexe F de la norme ISO TS 23471 [20], où les effets du matériel et de l'opérateur et les effets de la discordance de matrices dus à la disparité des lots et des conditions de stockage sont analysés au moyen d'un plan factoriel.

10 Effets de l'incertitude de mesure sur les plans d'échantillonnage: exemples

Dans les Directives générales sur l'échantillonnage [13], il est indiqué que «les méthodes Codex d'échantillonnage sont conçues de façon à assurer que des pratiques d'échantillonnage loyales et valides sont utilisées pour vérifier la conformité d'une denrée alimentaire à une norme spécifique produit du Codex». La taille de l'échantillon et le critère d'acceptation/la constante d'acceptabilité pour le contrôle par attributs/par mesures sont déterminés sur la base des procédures et des plans d'échantillonnage décrits dans les normes ISO et/ou les directives du Codex. L'incertitude de mesure peut être jugée sans intérêt pour le contrôle par attributs, en revanche, son incidence sur le contrôle par mesures doit être prise en compte.

Dans l'introduction de la norme ISO 3951-1: 2013, il est indiqué que «Le présent document part de l'hypothèse que l'erreur de mesurage est négligeable [...]». Néanmoins, des procédures permettant d'accroître la taille de

l'échantillon sont proposées dans l'annexe B de la norme ISO 3951-1 [14] et l'annexe P de la norme ISO 3951-2 [15], pour le cas où l'incertitude de mesure est non négligeable. Il est important de noter que ces procédures sont applicables uniquement si la méthode de mesure n'est pas biaisée, c'est-à-dire si la valeur attendue de l'erreur de mesure est égale à zéro (voir l'annexe P.1 de la norme ISO 3951-2:2013 [15] [15]). Dans ce cas, la variabilité totale est exprimée comme suit

$$\sigma_{total} = \sqrt{\sigma^2 + \sigma_m^2}$$

où σ désigne l'écart type du procédé et σ_m désigne l'écart type de mesure.

Si σ_m est non négligeable (c'est-à-dire supérieur à un dixième de l'écart type de l'échantillonnage s ou de l'écart type du procédé σ), la taille de l'échantillon n doit être portée, soit à $n^* = n \cdot (1 + \gamma^2)$ où $\gamma = \sigma_m/\sigma$ (l'écart type du procédé σ est connu), soit à $n^* = n \cdot (1 + \tilde{\gamma}^2)$ où $\tilde{\gamma}$ est une limite supérieure estimée de $\gamma = \sigma_m/\sigma$ (l'écart type du procédé σ est inconnu). La constante d'acceptabilité k demeure inchangée. Pour en savoir plus, voir l'annexe P de la norme ISO 3951-2:2013 [15].

Exemple

Il faut évaluer la teneur en sodium dans un lot de 500 bouteilles d'eau minérale préemballées. Si l'incertitude de mesure n'est pas prise en compte, pour un niveau de qualité acceptable (NQA) convenu de 2,5 % (concentration maximale de 200 mg/L), au niveau de contrôle général II (niveau par défaut), il convient de prélever un échantillon de 30 éléments pour procéder à l'évaluation (norme ISO 3951-2 [15], annexe A (tableau A1) et annexe B (tableau B1)). La production est parfaitement contrôlée et les cartes de contrôle donnent un écart type du procédé σ de 2 mg/L. L'écart type de l'incertitude de mesure σ_m est de 1 mg/L et n'est donc pas négligeable. Avec $\gamma = \sigma_m/\sigma = 0,5$ et $1 + \gamma^2 = 1,25$ la taille de l'échantillon doit être portée à 38.

En présence de biais, il convient de modifier la procédure ci-dessus. Une possibilité serait de procéder comme indiqué ci-après¹². L'écart type de \bar{x} , la moyenne des n résultats de mesure, est exprimé sous la forme

$$\sigma_{\bar{x}} = \sqrt{\frac{\sigma^2 + \sigma_0^2}{n} + \sigma_b^2}$$

où σ désigne l'écart type du procédé, σ_0 désigne la composante de répétabilité de l'incertitude de mesure (calculée sur la base de n éléments échantillonnés dans le lot), et σ_b représente les informations disponibles (par exemple, l'écart type interlaboratoires issu d'une étude de validation de méthode) utilisées pour estimer le terme du biais.

La procédure modifiée est la suivante:

1. Augmenter la taille de l'échantillon en supposant qu'il n'y a pas d'erreur de mesure.
2. Calculer $d = \frac{1}{n} - \frac{\sigma_b^2}{\sigma^2}$
3. Si $d \leq 0$, la variabilité plus importante due à un biais ne peut pas être compensée par une augmentation de la taille de l'échantillon.
4. Si $d \leq \frac{1}{2n}$, la compensation du biais au moyen d'une augmentation de la taille de l'échantillon risque de ne pas convenir en raison du grand nombre d'échantillons requis. Il est alors suggéré de réduire le biais ou d'utiliser une autre méthode de mesure.
5. Si $d > \frac{1}{2n}$, calculer la nouvelle taille de l'échantillon de la manière suivante: $n^* = \frac{1 + \frac{\sigma_0^2}{\sigma^2}}{d} = \frac{\sigma^2 + \sigma_0^2}{\frac{\sigma^2}{n} - \sigma_b^2}$

Exemple (suite de l'exemple précédent)

Maintenant, l'hypothèse est qu'il existe un biais de la méthode et qu'une estimation σ_b de 0,2 mg/L est disponible. En conséquence, sur la base de la valeur précédemment calculée de $n = 38$, d est calculé et est égal à: $d = 0,016$. Étant donné que $d > \frac{1}{2n} = 0,013$, le calcul de la nouvelle taille de l'échantillon donne $n^* = 77$ (avec $\sigma_0 = \sigma_m = 1$ mg/L).

Procédures pour l'échantillonnage de matériaux en vrac

Des procédures pour l'échantillonnage de matériaux en vrac sont présentées dans la norme ISO 10725:2000 [17]. Comme dans le cas de l'échantillonnage dans des emballages, ces procédures sont valides uniquement si l'on suppose qu'il n'y a pas de biais de la méthode. Des procédures modifiées applicables au cas où il existe un biais de la méthode sont en cours d'élaboration. Pour l'instant, l'analyse se limite au cas où il n'existe pas

¹² Cette procédure modifiée est tirée du stade actuel de l'annexe B de la norme ISO/DIS ISO 3951-6 [16].

de biais.

Une incertitude de mesure «dominante» a un effet sur le nombre d'échantillons d'essai par échantillon composite n_T ainsi que sur le nombre de mesures par échantillon d'essai n_M . L'incertitude de mesure est dominante lorsque tant l'écart type de l'échantillon élémentaire σ_I que l'écart type entre les échantillons d'essai σ_P sont largement inférieurs (un dixième voire moins) à l'écart type de mesure σ_M (c'est-à-dire l'incertitude de mesure), qui doit être connu et stable, voir l'annexe B de la norme ISO 10725 [17]. Le nombre de prélèvements d'échantillons par échantillon composite n_I demeure inchangé, que l'incertitude de mesure soit ou non dominante. La masse des prélèvements doit être suffisamment importante pour éliminer la variabilité fondamentale.

Exemple

Il faut évaluer la teneur en cadmium dans un lot de blé en vrac (avec une concentration maximale par exemple, de 0,1 mg/kg). Dans cet exemple, on suppose que les concentrations de cadmium dans le lot sont homogènes, entraînant des écarts types très faibles σ_I et σ_P , estimés à 0,0015 mg/kg et 0,002 mg/kg, respectivement. Les concentrations étant très faibles, une incertitude de mesure relativement élevée $\sigma_M = 0,025$ mg/kg, est obtenue. L'intervalle de discrimination D (la différence entre les niveaux convenus d'acceptation et de rejet fondés sur le risque) est de 0,02 mg/kg.

L'écart type de mesure de $\sigma_M = 0,025$ mg/kg, est donc dominant (le calcul de d_I donne 0,075). Le nombre de prélèvements par échantillon composite est $n_I = 6$, le nombre d'échantillons d'essai par échantillon composite est $n_T = 2$ et le nombre de mesures par échantillon d'essai est $n_M = 2$ (donnant un produit $n_T \cdot n_M = 4$, qui peut être interprété comme une mesure de l'effort d'analyse). L'écart type global cumulé σ_0 est calculé comme suit: $\sqrt{\frac{n_T \cdot n_M}{n_I} \sigma_I^2 + n_M \sigma_P^2 + \sigma_M^2} \approx 0,03$ mg/kg puis divisé par l'intervalle de discrimination D afin d'obtenir l'écart type relatif $d_0 = \sigma_0/D \approx 1,26$. Le tableau B1 de l'annexe B de la norme ISO 10725 [17] permet d'utiliser cet écart type relatif d_0 pour déterminer le nombre ajusté d'échantillons d'essai par échantillon composite $n_T = 2$ (c'est-à-dire n_T demeure inchangé) ainsi que le nombre ajusté de mesures par échantillon d'essai $n_M = 3$, ce qui donne un produit de $n_T \cdot n_M = 6$.

Références

- [1] Évaluation des données de mesure – Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure, JCGM 100:2008.
- [2] S L R Ellison et A Williams (dir. publ.) Guide EURACHEM/CITAC CG4: Quantifier l'incertitude des mesures analytiques – 3^e édition, QUAM:2012.P1.
- [3] Evaluation of measurement data – Supplement 1 to the "Guide to the expression of uncertainty in measurement" – Propagation of distributions using a Monte Carlo method, JCGM 101:2008.
- [4] ISO 21748:2017, Lignes directrices relatives à l'utilisation d'estimations de la répétabilité, de la reproductibilité et de la justesse dans l'évaluation de l'incertitude de mesure.
- [5] ISO 5725-2:2019, Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure – Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée.
- [6] B Jülicher, Petra Gowik et Steffen Uhlig (1998) Assessment of detection methods in trace analysis by means of a statistically based in-house validation concept, The Analyst.
- [7] B Jülicher, Petra Gowik et Steffen Uhlig (1998) A top-down in-house validation based approach for the investigation of the measurement uncertainty using fractional factorial experiments, The Analyst.
- [8] Vocabulaire international de métrologie – Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM), JCGM 200:2012.
- [9] Guide ISO 35, 4^e édition (2017), Matériaux de référence – Lignes directrices pour la caractérisation et l'évaluation de l'homogénéité et la stabilité.
- [10] ISO/IEC 17025:2017, Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais.
- [11] CXG 59-2006, Directives pour l'estimation de l'incertitude des résultats.
- [12] S Uhlig et P Gowik (2018) Efficient estimation of interlaboratory and in-house reproducibility standard deviation in factorial validation studies, Journal of Consumer Protection and Food Safety.
- [13] CXG 50-2004, Directives générales sur l'échantillonnage.
- [14] ISO 3951-1:2022, Règles d'échantillonnage pour les contrôles par mesures – Partie 1: Spécification pour les plans d'échantillonnage simples indexés d'après un niveau de qualité acceptable (NQA) pour un contrôle lot par lot pour une caractéristique qualité unique et un NQA unique.
- [15] ISO 3951-2:2013, Règles d'échantillonnage pour les contrôles par mesures – Partie 2: Spécification générale pour les plans d'échantillonnage simples indexés d'après une limite de qualité acceptable (LQA) pour le contrôle lot par lot de caractéristiques-qualité indépendantes.

- [16] ISO/FDIS 3951-6:2019, Règles d'échantillonnage pour les contrôles par mesures – Partie 6: Spécification pour les plans d'échantillonnage simples pour les contrôles de lots isolés, indexés d'après la qualité limite (QL).
- [17] ISO 10725:2000, Plans et procédures d'échantillonnage pour acceptation pour le contrôle de matériaux en vrac.
- [18] ISO 5725-1:1994, Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure – Partie 1: Principes généraux et définitions.
- [19] ISO 5725-3:1994, Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure – Partie 3: Mesures intermédiaires de la fidélité d'une méthode de mesure normalisée. (Une nouvelle révision est en cours de préparation pour publication.)
- [20] ISO TS 23471:2022, Plans d'expériences pour l'évaluation de l'incertitude – Utilisation de plans factoriels pour la détermination des fonctions d'incertitude.
- [21] S L R Ellison et A Williams (dir. publ.) Guide EURACHEM/CITAC: Metrological Traceability in Chemical Measurement (2^e édition 2019).
- [22] ISO 13528:2022, Méthodes statistiques utilisées dans les essais d'aptitude par comparaison interlaboratoires.
- [23] Gy P M (1979) Sampling of particulate materials – theory and practice. Elsevier, Amsterdam.
- [24] ISO 19036:2019, Microbiologie de la chaîne alimentaire – Estimation de l'incertitude de mesure pour les déterminations quantitatives.

APPENDICE IV

**RÉVISION DES DIRECTIVES GÉNÉRALES SUR L'ÉCHANTILLONNAGE (CXG 50-2004)
(POUR ADOPTION À L'ÉTAPE 8)****1 Directives de référence****1.1 INTRODUCTION**

Les présentes directives sont essentiellement destinées à servir aux comités de produits du Codex chargés d'élaborer des plans d'échantillonnage pour acceptation entrant dans des dispositions de normes du Codex, et aux organismes publics chargés des contrôles des produits alimentaires à l'importation et à l'exportation, leur fonction étant de présenter le schéma et l'évaluation des plans d'échantillonnage utiles au commerce international des produits alimentaires.

Les aliments sont fréquemment échantillonnés, dans l'ensemble de la filière alimentaire, du producteur au consommateur, à des fins de contrôle de qualité. La définition précise des plans d'échantillonnage fait partie intégrante des spécifications relatives à l'échantillonnage et à l'analyse des denrées alimentaires. Les plans d'échantillonnage sont inclus dans les normes du Codex et peuvent être utilisés par les autorités dans les normes relatives aux denrées alimentaires.

Les plans d'échantillonnage du Codex, joints aux méthodes d'analyse, se veulent un moyen de vérification que les aliments sont conformes aux dispositions relatives à leur composition, aux contaminants chimiques ou microbiologiques et aux résidus de pesticides, telles qu'elles figurent dans les normes du Codex.

L'échantillonnage joue donc un rôle important dans la réalisation des objectifs du Codex, à savoir la protection de la santé des consommateurs et la garantie de pratiques loyales dans le commerce alimentaire. Les plans d'échantillonnage du Codex jouent également un rôle important dans l'harmonisation des approches techniques de l'échantillonnage et de l'interprétation des résultats d'analyse concernant les lots ou les expéditions de denrées alimentaires, à la lumière des dispositions pertinentes de la norme Codex applicable.

Il est important que les modalités de l'échantillonnage contribuent à la réalisation de ces objectifs.

La spécification de ces objectifs de qualité, du niveau de qualité acceptable par le client et du taux d'acceptation des produits conformes, permet d'élaborer des plans d'échantillonnage.

Une norme Codex peut définir un plan d'échantillonnage spécifique pour un contexte particulier ou préciser le résultat à atteindre par un plan d'échantillonnage.

Les présentes directives fournissent une approche générique de l'élaboration des plans d'échantillonnage, cependant, les plans d'échantillonnage du Codex sont principalement destinés au contrôle des produits alimentaires à leur réception, notamment par les organismes de réglementation des pays importateurs, et peuvent ne pas convenir à une utilisation par les producteurs. Toutefois, une définition précise des objectifs de qualité dans les normes Codex permettra aux producteurs de concevoir des procédures de contrôle et d'inspection appropriées pour les atteindre.

1.2 CHAMP D'APPLICATION

Les présentes directives sont axées sur les plans d'échantillonnage pour acceptation servant au contrôle de lots homogènes isolés, dans lesquels les risques pour les consommateurs et les producteurs sont maîtrisés. Il existe également des directives pour l'échantillonnage de lots hétérogènes.

Le terme «isolé» signifie que le contrôle de chaque lot est effectué isolément, sans tenir compte du résultat du contrôle des lots adjacents ou, par exemple, d'autres lots provenant du même producteur. Cela ne signifie pas que les informations provenant de contrôles antérieurs ne peuvent pas être utilisées; en particulier, il existe des cas où l'écart type du lot peut être connu grâce au contrôle de lots antérieurs.

Les situations suivantes sont visées:

- les plans d'échantillonnage pour acceptation servant au contrôle du pourcentage de non-conformité de lots homogènes par attributs ou par mesures, pour des marchandises en vrac ou des articles individuels;
- les plans d'échantillonnage servant aux contrôles par mesures de caractéristiques normalement réparties;
- la correction de l'incertitude de mesure dans les cas où elle n'est pas négligeable par rapport à l'écart type du lot, portant principalement sur les cas où l'incertitude de mesure est normalement répartie;

- les plans d'échantillonnage pour le contrôle de la teneur moyenne;
- en outre, certaines informations sont fournies sur les questions que soulève la conception de plans d'échantillonnage pour les denrées en vrac.

La section 2 définit les concepts généraux applicables à l'échantillonnage des produits alimentaires. Les sections 3, 4 et 5 traitent des plans d'échantillonnage pour acceptation dans différentes situations de contrôle statistique des produits alimentaires. La section 6 traite d'autres questions, telles que l'échantillonnage physique et les lots hétérogènes.

L'annexe I contient un guide étape par étape de la sélection des plans d'échantillonnage. L'annexe II contient des tableaux des attributs ISOⁱ et des plans aux mesures indexés d'après le risque du producteur.

Les présentes directives ne prétendent pas à l'exhaustivité; elles ne fournissent pas d'informations sur tous les types de plans d'échantillonnage qui peuvent être disponibles. Les plans d'échantillonnage issus d'autres sources, tels que les plans élaborés par d'autres comités du Codex, restent acceptables sous réserve de leur approbation par le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (CCMAS).

1.3 DÉFINITIONS

Pour les termes fréquemment utilisés dans les présentes directives, les définitions suivantes sont fournies, en plus de celles des *Directives sur la terminologie analytique* (CXG 72-2009)¹.

N.B.: Dans certaines définitions, il est fait référence à l'écart type du procédé ou au niveau de qualité du procédé. Les présentes directives sont axées sur les lots et non sur les procédés. C'est pourquoi les quantités pertinentes dans les présentes directives sont l'écart type du lot et le degré de qualité du lot.

Consommateur et producteur

Les termes «consommateur» et «producteur» sont employés par convention et peuvent s'appliquer à un éventail d'intervenants différents dans la filière alimentaire, qui peuvent être un cultivateur, un fabricant, le système de contrôle de la qualité du fabricant, un fournisseur, un pays exportateur, un transformateur, un revendeur ou un pays importateur. En général, le terme «producteur» désigne un fournisseur ou un vendeur de produits alimentaires et le terme «consommateur» désigne un organisme de réglementation d'un pays importateur, un acheteur ou un consommateur effectif de ces produits alimentaires.

Courbe d'efficacité

Courbe montrant le rapport entre la probabilité d'acceptation du produit et le niveau de qualité avant contrôle pour un plan d'échantillonnage donné.

Critère d'acceptation

Le critère d'acceptation recouvre l'usage des nombres d'acceptations et de rejets s'agissant des plans par attributs et des constantes d'acceptabilité s'agissant des plans aux mesures.

N.B.: Dans les présentes directives, le terme «critère d'acceptation» sert à désigner la règle qui s'applique aux résultats d'essais obtenus lors du contrôle du lot pour décider de l'acceptation ou du rejet du lot.

Échantillon

Sous-ensemble d'une population constitué d'une ou plusieurs unités d'échantillonnage, destiné à fournir des informations relatives à la population, sur lesquelles il sera possible de fonder une décision concernant la population ou le procédé qui l'a produite.

Échantillon de laboratoire

Un échantillon tel que préparé (à partir du lot) pour envoi au laboratoire à des fins de contrôle ou d'essai.

Échantillonnage pour acceptation

Échantillonnage à l'issue duquel il est décidé d'accepter un lot ou un autre groupement de produits, de matières ou de services, en fonction des résultats obtenus sur les échantillons.

Échantillonnage pour acceptation par attributs

Contrôle de l'échantillonnage pour acceptation par lequel la présence ou l'absence d'une ou plusieurs caractéristiques spécifiées de chaque pièce d'un échantillon est constatée afin d'établir statistiquement l'acceptabilité d'un lot ou d'un procédé.

ⁱ L'Organisation internationale de normalisation (ISO).

Échantillonnage pour acceptation par mesures (de variables)

Le contrôle d'un échantillonnage pour acceptation dans lequel l'acceptabilité d'un procédé est déterminée statistiquement à partir des mesures des caractéristiques de qualité spécifiées pour chaque pièce d'un échantillon prélevé sur un lot.

Évaluation de conformité

Activité visant à déterminer si les exigences spécifiées relatives à un produit, un procédé, un système, une personne ou un organisme sont remplies.

Expédition

Quantité d'une marchandise livrée en une seule fois. Il peut s'agir d'une partie d'un lot ou d'un ensemble de plusieurs lots.

Toutefois, en cas de vérification statistique, l'expédition est considérée comme un nouveau lot pour l'interprétation des résultats.

- Si une expédition est une partie d'un lot, l'expédition est considérée comme un lot aux fins du contrôle.
- Si l'expédition se compose d'un ensemble de plusieurs lots, avant tout contrôle, il convient de s'assurer de l'homogénéité de l'expédition. Si elle n'est pas homogène, on pourra avoir recours à un échantillon stratifié.

Lot

Une quantité d'un produit obtenu dans des conditions présumées uniformes.

Niveau de qualité

Qualité exprimée en pourcentage d'unités non conformes ou en nombre de cas de non-conformité par 100 unités.

N.B.: Dans les présentes directives, le niveau de qualité d'un lot donné est souvent exprimé en pourcentage de pièces non conformes.

Niveau de qualité indifférent

Niveau de qualité qui, dans le plan d'échantillonnage pour acceptation, correspond à une probabilité d'acceptation de 0,5 dans une série de lots.

Plan

Désigne un plan d'échantillonnage pour acceptation.

Plan d'échantillonnage

Voir «Plan d'échantillonnage pour acceptation».

Plan d'échantillonnage pour acceptation

Plan qui stipule la ou les tailles des échantillons à utiliser et ses critères d'acceptation du lot.

Qualité du risque du consommateur (CRQ)

Niveau de qualité d'un lot ou d'un procédé qui, dans le plan d'échantillonnage pour acceptation, correspond à un risque du consommateur (CR) spécifié.

N.B.: La CRQ correspond au niveau de qualité acceptable (NQA) dans les normes ISO 2859² et ISO 3951³.

Qualité du risque du producteur (PRQ)

Niveau de qualité d'un lot ou d'un procédé qui, dans le plan d'échantillonnage pour acceptation, correspond à un risque du producteur spécifié.

N.B.: La qualité du risque du producteur correspond au niveau de qualité acceptable (NQA) dans les normes ISO 2859² et ISO 3951³.

Risque du consommateur (CR)

Probabilité d'acceptation lorsque le niveau de qualité du procédé a une valeur que le plan d'échantillonnage pour acceptation donne comme insatisfaisante.

Risque du producteur (PR)

Degré de probabilité d'une non-acceptation lorsque le niveau de qualité du procédé a une valeur définie par le plan comme acceptable.

2 Échantillonnage pour acceptation – principes généraux

2.1 RAISONS DE L'ÉCHANTILLONNAGE

Alors que diverses mesures, dont l'analyse des risques aux points critiques (HACCP), les bonnes pratiques de fabrication, le contrôle de procédé et l'échantillonnage, sont à la disposition des producteurs souhaitant donner des assurances sur la qualité des produits qu'ils fournissent, les consommateurs se fient habituellement à l'échantillonnage pour acceptation s'ils souhaitent vérifier la qualité des produits entrants.

Les procédures d'échantillonnage pour acceptation sont utilisées lorsque les marchandises sont cédées entre deux parties. Ces procédures ont pour finalité de produire des règles non ambiguës de mise en circulation d'un produit après n'en avoir contrôlé qu'un échantillon limité. Les deux parties doivent avoir pleine connaissance des limites et des risques que comporte le recours à ces procédures, si bien que la plupart des procédures d'échantillonnage pour acceptation se doivent d'être assorties de dispositions relatives au traitement des litiges et des pièces non conformes trouvées dans des lots qui ont été acceptés par le plan d'échantillonnage.

Un plan d'échantillonnage pour acceptation spécifie le nombre de pièces à prélever et les modalités de leur prélèvement, le critère d'acceptation utilisé pour décider si un lot doit être accepté et les modalités de prise en compte de l'incertitude de mesure non négligeable.

En général, l'échantillonnage pour acceptation sert à:

- réduire les coûts;
- permettre l'évaluation du produit quand les essais sont destructeurs;
- permettre de prendre des décisions plus rapidement.

2.2 APPROCHES DE L'ÉCHANTILLONNAGE POUR ACCEPTATION

Il existe trois approches possibles de l'échantillonnage pour acceptation:

- a) contrôle à 100 pour cent, soit le contrôle de l'intégralité du lot (100 pour cent);
- b) échantillonnage régi par des principes statistiques; et
- c) les contrôles ponctuels, soit des plans d'échantillonnage dépourvus de fondement statistique.

Les risques et les coûts inhérents à chacune de ces trois options seront brièvement examinés. L'approche a) n'est généralement pas envisageable en raison du coût prohibitif des essais et, en outre, il se peut qu'il ne reste plus aucun produit à vendre si la méthode d'inspection nécessite des essais destructifs.

L'approche b) présente l'inconvénient de risques plus élevés par rapport à l'approche a), sachant qu'une partie du lot n'est pas contrôlée. Cependant, en appliquant une approche reposant sur des principes statistiques, les risques peuvent être calculés et un plan d'échantillonnage peut être choisi pour garantir que ces risques soient maintenus aux niveaux souhaités. Cette méthode offre également l'avantage de pouvoir être appliquée facilement et à moindre coût.

Les contrôles des lots comportent deux ordres de risque:

- l'acceptation d'un lot de qualité insatisfaisante (risque du consommateur); et
- le rejet d'un lot de qualité acceptable (risque du producteur).

Les plans d'échantillonnage doivent être conçus pour maîtriser ces risques en les maintenant à des niveaux convenables, les niveaux de risque convenables étant déterminés au regard de l'adéquation au but poursuivi («remplir son objet»)

L'approche c) est déconseillée. Elle peut être utilisée pour des raisons d'ordre pratique, qu'il s'agisse de ressources limitées ou de l'impératif de faire simple. Toutefois, ces plans sont susceptibles de ne pas fournir le degré escompté d'assurance sur la qualité des produits alimentaires et d'induire à leur corps défendant des coûts élevés, par exemple en raison de l'acceptation indue de produits alimentaires susceptibles de provoquer des maladies, ou, à l'inverse, d'un rejet injustifié qui, à son tour, pourrait entraîner l'imposition d'amendes, de pénalités ou de sanctions commerciales. Les risques que comportent ces plans doivent être évalués dans la mesure du possible. Les décisions d'acceptation ou de rejet ne doivent pas être prises uniquement en fonction de ces plans, sauf en cas d'accord mutuel entre le consommateur et le producteur, étant entendu que les deux parties ont connaissance des risques encourus.

En résumé, l'approche b) possède une dimension pratique tout en assurant une maîtrise des risques à des niveaux jugés appropriés au regard de l'adéquation au but recherché.

2.2.1 Échantillonnage pour acceptation ou évaluation de la conformité?

L'échantillonnage pour acceptation et l'évaluation de conformité ne partagent pas les mêmes finalités. L'évaluation de conformité consiste à exploiter le résultat d'une mesure unique pour décider si un seul élément se conforme à une donnée limite. L'échantillonnage pour acceptation est le procédé qui consiste à prélever un échantillonⁱⁱ sur un lot et à déterminer les critères d'acceptation et la taille de l'échantillon pour statuer sur l'acceptation ou le rejet du lot.

Dans son acception la plus large, l'évaluation de conformité peut être considérée comme englobant l'échantillonnage pour acceptation. Toutefois, dans un sens plus étroit, l'évaluation de conformité peut s'entendre comme désignant spécifiquement une situation où un seul résultat de mesure est exploité pour établir si une pièce unique objet de l'évaluation est conforme à une exigence spécifiée. Si l'évaluation de conformité est interprétée au sens le plus strict, il devient important de distinguer l'évaluation de conformité de l'échantillonnage pour acceptation. Dans la présente section, l'évaluation de conformité s'entendra au sens le plus strict.

Bien que l'échantillonnage pour acceptation et l'évaluation de conformité comportent des procédures similaires, et que les risques pour le consommateur et le producteur soient définis dans les deux cas, les deux opérations sont réalisées dans des contextes différents et assujetties à des objectifs différents.

Évaluation de conformité

Dans l'évaluation de conformité, la conformité est évaluée par application d'une règle de décision qui tient compte de l'incertitude de mesure. En fonction du mesurande, l'incertitude de mesure peut ou non inclure l'incertitude induite par l'échantillonnage. Selon la règle de décision, il peut arriver que l'évaluation ne soit pas concluante.

Échantillonnage pour acceptation

Dans l'échantillonnage pour acceptation, au moins un résultat de mesure (ordinairement plus d'un) est utilisé pour décider de l'acceptation ou du rejet d'un lot soumis au contrôle. Le plan d'échantillonnage pour acceptation comporte à la fois des exigences relatives à la procédure d'échantillonnage (par exemple, le nombre de pièces à prélever sur le lot) et un critère d'acceptation. Le plan d'échantillonnage pour acceptation est déterminé de manière à garantir que les risques pour le producteur et/ou le consommateur sont suffisamment faibles à un niveau de qualité donné. La variation de la caractéristique concernée dans le lot est toujours prise en considération dans l'échantillonnage pour acceptation; toutefois, l'incertitude analytique n'est prise en compte que si elle n'est pas négligeable. Le contrôle des lots a généralement pour cadre un accord commercial entre deux partenaires commerciaux. Dans l'échantillonnage en vue d'acceptation, un lot est toujours soit accepté, soit rejeté; il n'y a pas de cas où l'on ne peut pas conclure à l'issue d'un contrôle.

Dans le cas où le niveau de qualité est exprimé en pourcentage de pièces non conformes, la distinction entre l'échantillonnage pour acceptation et l'évaluation de conformité est très claire; le mesurande se définit pour les pièces prises individuellement et la question de la conformité à une exigence spécifiée ne peut donc être posée qu'à l'endroit des pièces prises individuellement. Or, l'acceptation ou le rejet d'un lot ne se décide pas en fonction de la conformité ou de la non-conformité d'une de ces pièces. Au contraire, le critère d'acceptation est exprimé en pourcentage de pièces non conformes et en termes de répartition de la caractéristique visée parmi les pièces du lot. Le tableau suivant présente un récapitulatif des différences entre l'échantillonnage pour acceptation et l'évaluation de conformité.

ⁱⁱ Voir la définition à la section 1.3.

Tableau 1: Différences entre l'échantillonnage pour acceptation et l'évaluation de conformité

	Évaluation de conformité	Échantillonnage pour acceptation
Nombre de résultats de mesure	Ordinairement un	Ordinairement plusieurs (Par exemple: si le lot est constitué de pièces indépendantes, plusieurs pièces sont prélevées et chacune d'elles donne lieu à un résultat de mesure.)
L'incertitude des mesures analytiques est-elle prise en compte dans la règle de décision/le critère d'acceptation?	Toujours (si possible)	Uniquement si l'incertitude de la mesure analytique est non négligeable (par rapport à l'écart type du lot)
Les composantes de l'incertitude d'échantillonnage sont-elles prises en compte?	En fonction du mesurande, il peut être nécessaire ou non d'inclure l'incertitude d'échantillonnage.	La variation de la caractéristique visée à l'intérieur du lot est prise en compte par le truchement de l'écart type du lot.
Contexte	Dans de nombreux cas, l'évaluation de conformité est effectuée par rapport à une limite juridique.	A souvent pour cadre un accord entre partenaires commerciaux.
Évaluation non concluante	En fonction de la règle de décision, l'évaluation peut être non concluante.	Il n'y a pas de contrôle non concluant: les lots sont acceptés ou rejetés.

D'autres précisions concernant le terme «mesurande» et la distinction entre incertitude d'échantillonnage et incertitude analytique sont fournies à la section 5.2.1.

N.B. 1: La figure 1 dans les Directives sur l'incertitude de mesure (CXG 54-2004)⁴ représente une procédure qui peut être appliquée dans le cadre de l'évaluation de conformité (cette procédure peut produire des résultats non concluants). Cette procédure ne doit pas être appliquée à l'échantillonnage pour acceptation.

N.B. 2: Si l'échantillon prélevé lors du contrôle d'un lot est constitué d'une seule pièce, les risques pour le producteur et le consommateur peuvent être mal maîtrisés. Néanmoins, il existe des plans d'échantillonnage spéciaux pour le contrôle des lots à partir d'une seule pièce. Ces plans ne doivent pas être confondus avec la procédure d'évaluation de conformité représentée à la figure 1 des Directives sur l'incertitude de mesure (CXG 54-2004)⁴.

2.3 PERFORMANCE DES PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE POUR ACCEPTATION

Les variations sont omniprésentes; les matières premières varient dans leur composition, les procédés de fabrication varient et, par conséquent, les produits fabriqués par ces procédés varieront également. En conséquence, lorsque nous prélevons plusieurs échantillons d'un lot, nous ne nous attendons pas à ce que ces échantillons aient la même composition. En outre, la présence d'une incertitude de mesure fait que l'on n'obtiendra pas le même résultat à l'issue des essais pratiqués sur ces échantillons, voire si le même échantillon est soumis à un second essai. De même, on ne peut s'attendre à ce que les résultats donnés par des ensembles d'échantillons différents prélevés sur le même lot ou ceux qui proviennent de lots différents (issus du même procédé) soient identiques; il y aura toujours une certaine variation.

Du fait de cette variabilité, il est impossible d'éviter que des lots soient acceptés ou rejetés à tort. Cependant, en exploitant un descriptif statistique de la variation au sein d'un lot et de l'incertitude du procédé de mesure, il devient possible de calculer le degré de probabilité qu'un lot soit accepté à bon droit ou à tort à un niveau de qualité donné et pour un plan d'échantillonnage donné.

Dans l'échantillonnage pour acceptation, la probabilité d'acceptation est fonction:

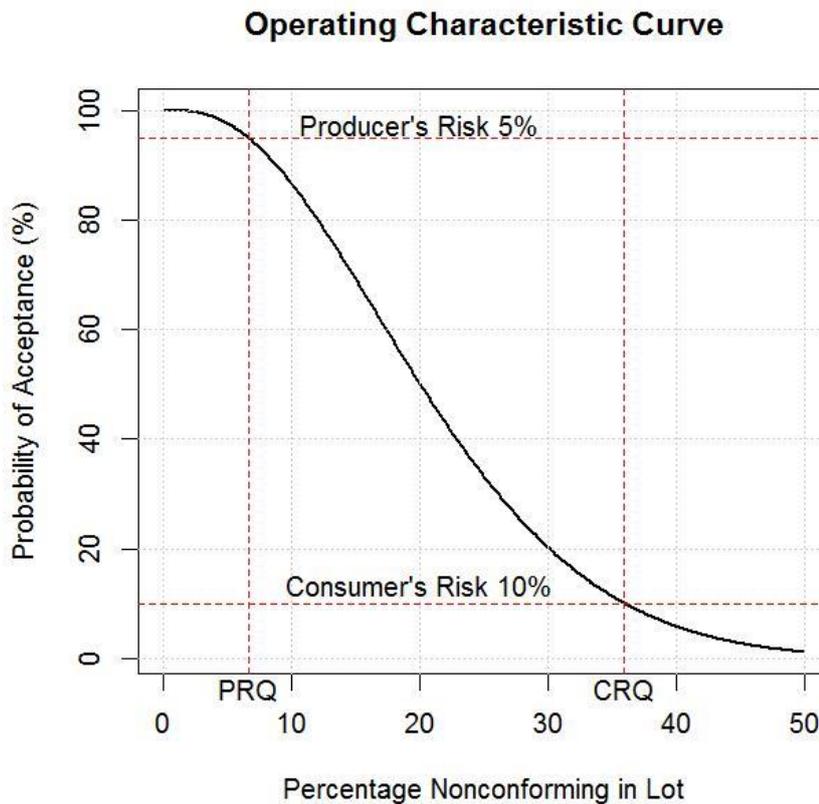
- du niveau de qualité (pourcentage de non-conformité) du lot contrôlé;
- du critère d'acceptation (à savoir celui du plan d'échantillonnage en question);

- de la variation de la caractéristique à l'intérieur du lot; et
- du biais et de la variation inhérents au procédé de mesure (dans le cas d'une incertitude analytique non négligeable).

Dans la pratique, le niveau de qualité (pourcentage de non-conformité) d'un lot n'est pas connu à l'avance; toutefois, s'agissant d'un plan d'échantillonnage pour acceptation, il est possible de calculer la probabilité d'acceptation quel que soit le niveau de qualité. Le rapport entre la probabilité d'acceptation et le niveau de qualité pour un plan d'échantillonnage particulier est figuré par la courbe d'efficacité.

2.3.1 Courbe d'efficacité

Le diagramme suivant est un exemple de courbe d'efficacité qui donne la probabilité d'acceptation (ou de rejet) d'un lot en fonction de son niveau de qualité (exprimé en pourcentage de non-conformité). On retiendra que la spécification des niveaux de qualité est fondamentale pour l'élaboration d'un plan d'échantillonnage.



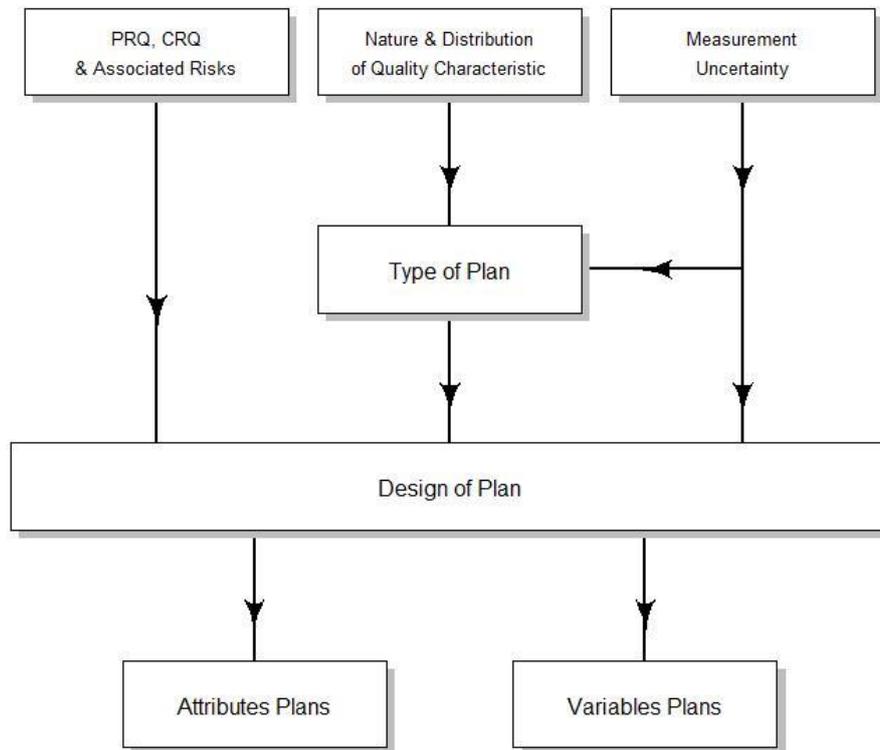
N.B.: La courbe d'efficacité ne donne aucune information quant à la qualité d'un lot donné; elle sert uniquement à indiquer la probabilité qu'un lot soit accepté à un niveau de qualité donné.

Operating Characteristic Curve	Courbe d'efficacité (OC)
Probability of Acceptance (%)	Probabilité d'acceptation (%)
Producer's Risk	Risque du producteur
Consumer's Risk	Risque du consommateur
PRQ CRQ	PRQ CRQ
Percentage Nonconforming in Lot	Pourcentage de non-conformité dans le lot

3 Schéma des plans d'échantillonnage

3.1 ÉLABORATION DES PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE

Sampling Plan Design Process



Sampling Plan Design Process	Processus de conception d'un plan d'échantillonnage
PRQ, CRQ & Associated Risks	PRQ, CRQ et risques associés
Nature & Distribution of Quality Characteristic	Nature et répartition des caractéristiques de qualité
Measurement Uncertainty	Incertitude de mesure
Type of Plan	Type de plan
Design of Plan	Conception du plan
Attributes Plans	Plans aux attributs
Variables Plans	Plans aux mesures

3.2 INTRANTS DES PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE

3.2.1 Rigueur

Comme on l'a expliqué, l'application de plans d'échantillonnage pour acceptation n'élimine pas le risque qu'un lot de mauvaise qualité soit accepté à tort ou qu'un lot de bonne qualité soit rejeté à tort.

Cependant, l'élaboration de ces plans à l'aide de principes statistiques permet de maîtriser ces risques. Pour ce faire, on spécifie un niveau de qualité du risque du producteur (PRQ) et un niveau particulier de qualité du risque du consommateur (CRQ), ainsi qu'un risque du producteur (PR) et un risque du consommateur (CR) qui leur correspondent. Ayant spécifié ces quatre paramètres, la probabilité d'acceptation, et donc les risques du producteur et du consommateur à tout niveau de qualité, sont déterminés de manière unique.

Dans les présentes directives, le terme «rigueur» sert à désigner la capacité d'un plan d'échantillonnage de maîtriser les risques du consommateur et du producteur que le lot soit accepté ou rejeté à tort, quel que soit le niveau de qualité spécifié.

Souvent, le PR est fixé à 5 pour cent, ce qui signifie que la probabilité de rejeter un lot avec PRQ est au maximum de 5 pour cent. Pareillement, le risque du consommateur est ordinairement fixé à 10 pour cent, ce qui signifie que la probabilité de rejeter un lot avec CRQ est au maximum de 10 pour cent. Si on modifie l'un des quatre paramètres, la maîtrise du risque du producteur et celle du risque du consommateur s'en trouvent modifiées.

Dans certaines situations, notamment le cas de caractéristiques afférentes à l'innocuité des aliments où le contrôle du risque du consommateur est primordial, il peut ne pas être indiqué de tenir compte du PR dans la conception des plans d'échantillonnage. De cela, il découle deux options distinctes pour la spécification des risques:

Option 1: Plans qui maîtrisent explicitement à la fois le risque du consommateur et le risque du producteur:

- la qualité du risque du producteur et la qualité du risque du consommateur, ainsi que les probabilités admissibles respectives de rejet à tort (risque du producteur) et d'acceptation à tort (risque du consommateur), sont spécifiées.

Option 2: Plans qui, explicitement, ne maîtrisent que le seul risque du consommateur:

- plans d'évaluation de lots composés de pièces distinctes.

3.2.2 Adéquation à son objet

Les méthodes d'échantillonnage du Codex doivent «être conçues de façon à assurer que des pratiques d'échantillonnage loyales et valides sont utilisées pour vérifier la conformité d'une denrée alimentaire à une norme particulière du Codex relative à un produit»ⁱⁱⁱ. Lorsque des comités de produits ont ajouté des dispositions sur l'échantillonnage dans une norme de produit du Codex, celles-ci doivent être soumises au Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (CCMAS) pour adoption, avec des informations utiles relatives au plan d'échantillonnage.

Les plans d'échantillonnage issus d'autres sources restent acceptables sous réserve de leur approbation par le CCMAS.

Les *Principes concernant l'utilisation des échantillonnages et des essais dans le commerce international de denrées alimentaires* (CXG 83-2013)⁵ stipulent:

«les procédures d'échantillonnage et d'essai remplissent leur objet dans une évaluation de produit donnée si, lorsqu'elles sont utilisées en parallèle avec les critères de décision appropriés, les probabilités qu'un lot ou une expédition soit rejeté à tort sont acceptables».

Finalité légitime

En ce qui concerne la finalité légitime, il est nécessaire de tenir compte à la fois du risque du consommateur (CR) et du risque du producteur (PR) afin d'éviter les situations suivantes:

- des plans d'échantillonnage dont la rigueur est inadaptée, par exemple des plans d'évaluation de la composition qui sont plus stricts que les mesures relatives à la sécurité sanitaire des aliments;
- une élévation du risque du producteur ou du risque du consommateur susceptible de survenir par le recours à des plans d'échantillonnage qui ne reposent pas sur des spécifications appropriées des risques admissibles; et
- des plans d'échantillonnage qui ne reposent pas sur des principes statistiquement valables, par exemple des plans à sondage ponctuel ou d'autres plans qui ne tiennent pas compte (comme il se doit) de l'incertitude des mesures.

En outre, dans l'intérêt de la finalité légitime (ou «loyauté»), les concepteurs de plans doivent également tenir compte des mesures que le producteur peut être amené à prendre pour garantir la conformité, sachant qu'il ne convient généralement pas que le producteur utilise le même plan d'échantillonnage que celui qu'utilise le consommateur.

Lors du choix d'un plan d'échantillonnage, il convient de faire en sorte que les producteurs ne soient pas exposés à des coûts d'échantillonnage et d'analyse déraisonnables, à une perte de rendement ou à un rejet excessif de leurs produits entraîné par une mise en conformité avec la réglementation.

Praticabilité

Il est important de faire en sorte que la praticabilité de tout plan d'échantillonnage retenu ne soit pas compromise par le coût de l'échantillonnage et des essais et que le plan soit d'utilisation aisée.

On peut recourir à d'autres stratégies pour élaborer des plans d'échantillonnage dont l'échantillonnage et les essais seront plus économiques, comme par exemple:

ⁱⁱⁱ Section 2: Élaboration des textes du Codex: Principes de l'établissement ou de la sélection de procédures d'échantillonnage du Codex: finalité des méthodes d'échantillonnage du Codex (Manuel de procédure du Codex, dernière édition).

- gérer les pourcentages de non-conformité sur le moyen et le long termes, plutôt que d'assumer une charge financière élevée en coûts d'essai qui correspondent à un degré d'assurance élevé lot par lot;
- le recours à des plans «à indifférence» faisant une place au «niveau de qualité indifférent», soit un niveau de concentration de défauts correspondant à une acceptation de 50 pour cent, au lieu de se fonder sur la qualité du risque du producteur (PRQ) et la qualité du risque du consommateur (CRQ). Cette formule conduit à l'élaboration de plans où les échantillons sont de tailles commodes à gérer; et
- des correctifs, parfois appelés «bandes de garde», entre les limites utilisées dans les critères d'acceptation et les limites effectives des spécifications, de sorte qu'une disposition peut servir à réduire le risque du consommateur et éventuellement ramener à un nombre raisonnable celui des échantillons lorsqu'il est excessif. Cependant, les correctifs doivent être utilisés avec prudence par loyauté («finalité légitime») à l'égard des producteurs.

3.2.3 Limites de spécification

Pour une caractéristique donnée, une limite de spécification peut être exprimée comme limite minimale ou maximale (ou les deux) et appliquée soit à chaque pièce d'un lot, soit au niveau moyen.

Les limites de spécification doivent s'appliquer aux «vraies» valeurs des caractéristiques plutôt qu'aux mesures elles-mêmes. Il s'ensuit que les évaluations de conformité des lots doivent également retenir les «vraies» valeurs de la caractéristique à l'intérieur du lot (voir section 5.2.1).

Correctifs

Il est important de s'aviser si une limite de spécification donnée comporte un correctif intégré (bande de garde) et si ce correctif reflète l'incertitude de mesure propre à un plan d'échantillonnage particulier, qui peut inclure des incertitudes analytiques et d'échantillonnage.

De nombreuses dispositions relatives aux contaminants chimiques et microbiologiques prévoient des correctifs intégrés entre les limites de spécification et les niveaux de contamination auxquels les aliments peuvent devenir impropres à la consommation. En pareil cas, il n'est peut-être pas nécessaire de concevoir des plans prévoyant des niveaux élevés de protection contre le dépassement des limites, car le risque du consommateur est déjà bien maîtrisé par ces correctifs.

L'utilisation de correctifs permet de réduire la taille des échantillons; par exemple, alors que des échantillons de grande taille sont nécessaires pour établir qu'un lot ne contient pas plus de 1 pour cent de produits non conformes, des échantillons de taille beaucoup plus réduite permettront d'établir que pas plus de 10 pour cent des produits d'un lot ne dépassent une limite strictement définie.

3.2.4 Homogénéité du lot

Les plans d'échantillonnage pour acceptation reposent généralement sur l'hypothèse que les lots sont homogènes; en effet, la définition internationale d'un lot est «une quantité de produit fabriquée dans des conditions présumées uniformes».

Dans les présentes directives, le terme «homogène» ne signifie pas que la caractéristique en question ne varie pas à l'intérieur du lot. Le terme «homogène» signifie qu'il est possible de caractériser la variation de la caractéristique en question à l'intérieur du lot au moyen d'un seul écart type. L'homogénéité ne s'applique qu'aux plans aux mesures.

En matière d'homogénéité, il convient de faire une distinction entre:

- le type (forme) de la répartition (par exemple, répartition *normale*); et
- la *répartition spatiale* de la caractéristique à l'intérieur du lot.

Si le lot est constitué de pièces distinctes et si l'échantillonnage utilisé est de type aléatoire (comme cela est recommandé pour tous les plans dans les présentes directives), la répartition spatiale n'a pas d'importance et le lot peut ne pas toujours être considéré comme homogène.

Pour cette raison, si aucune information préalable concernant la répartition spatiale n'est disponible, il convient de procéder à un échantillonnage aléatoire.

En revanche, si des connaissances préalables indiquent que la répartition spatiale de la caractéristique à l'intérieur du lot est aléatoire, l'échantillonnage aléatoire n'est pas nécessaire. Ce cas correspond peut-être à la compréhension intuitive de la notion d'homogénéité dans le cadre de l'échantillonnage pour acceptation.

Si aucun échantillonnage aléatoire ne peut être exécuté, le lot ne pourra être considéré comme homogène que dans la mesure où la répartition spatiale est aléatoire. En ce sens, si l'échantillonnage aléatoire ne peut être effectué, l'homogénéité du lot sera fonction de la répartition spatiale.

Pour certains lots constitués de matériaux en vrac, l'absence d'homogénéité impose de prélever des échantillons sur plusieurs segments.

Les sections 4.4 et 6.2 fournissent des indications complémentaires concernant le contrôle de lots hétérogènes constitués de matériaux en vrac et d'articles distincts, respectivement.

3.2.5 Répartition de la caractéristique

Les options des plans d'échantillonnage varient selon que les résultats du test sont des mesures (données sur des mesures) ou qu'ils ont des résultats nominaux (données sur des attributs). Dans certains cas, les données relatives aux mesures peuvent être classées comme des résultats binaires, mais cela ne doit se faire qu'après un examen minutieux des options d'échantillonnage disponibles, car la taille des échantillons pour le contrôle des attributs peut être beaucoup plus importante que pour les données de mesures.

Dans le cas de données de mesures, la répartition statistique constituant l'hypothèse de départ des mesures effectuées dans le lot doit aussi être spécifiée, à savoir si la caractéristique présente une répartition normale, une proportion compositionnelle, ou si elle affecte une autre répartition. S'il n'est pas possible de formuler une hypothèse concernant la répartition des données, les résultats peuvent être classés comme s'appliquant à des attributs (pour autant que l'incertitude de mesure soit négligeable [voir section 3.2.8]), ou bien on peut avoir recours à des plans qui reposeront sur la méthode de la non-conformité fractionnée (FNC) (pour autant que l'incertitude de mesure soit non négligeable [voir section 5.2.6]).

Toutefois, il n'est pas nécessaire que la caractéristique réponde exactement à la répartition supposée (et, en tout état de cause, il est difficile de vérifier la conformité à une répartition à partir d'un échantillon de petite taille). Dans la pratique, il suffit que la répartition supposée fournisse un modèle satisfaisant du comportement de la caractéristique dans le lot. Toutefois, si la répartition réelle dans le lot diffère sensiblement de la répartition supposée, les risques encourus par le producteur et le consommateur peuvent dépasser les niveaux autorisés spécifiés dans le modèle du plan.

Une hypothèse «par défaut», généralement adoptée dans les plans aux mesures, est que la caractéristique obéit à une hypothèse normale.

Il est important de noter que dans le cas des plans par attributs, la répartition binomiale est toujours disponible comme hypothèse «par défaut» et que les écarts par rapport à cette hypothèse concernant le type (la forme) de la répartition auront très peu d'impact sur les risques encourus par le producteur et le consommateur.

Les sections 4.4 et 6.2 fournissent des indications complémentaires concernant le contrôle de lots hétérogènes constitués de matériaux en vrac et de pièces distinctes, respectivement.

Connaissance préalable de la répartition d'une caractéristique

Dans l'échantillonnage pour acceptation, l'acceptation ou le rejet d'un lot est décidé à partir d'un échantillon (ensemble de pièces individuelles ou d'incrémentes prélevés dans le lot). Le rapport entre la probabilité d'acceptation (lors de l'application d'un plan d'échantillonnage donné) et le niveau de qualité du lot est établi en fonction des connaissances préalables de la répartition de la caractéristique à l'intérieur du lot.

Il en résulte que des connaissances préalables sont nécessaires *même dans le cadre du contrôle de lots isolés*. En d'autres termes, l'inspection de lots isolés ne signifie pas qu'aucune information préalable n'est disponible. Au contraire, des informations préalables sont toujours nécessaires. Parfois, les informations préalables prennent la forme d'hypothèses (tacites) fondées sur l'expérience et le jugement d'experts. À titre d'exemples: une hypothèse «par défaut» généralement adoptée dans les plans aux mesures est que la caractéristique obéit à une répartition normale.

Si la répartition effective dans le lot diffère sensiblement de la répartition hypothétique, les risques encourus par le producteur et le consommateur peuvent dépasser les niveaux autorisés spécifiés dans le modèle du plan. Il y a deux façons dont la répartition effective peut différer de la répartition hypothétique découlant de connaissances préalables:

- le type (la forme) de la répartition. Par exemple, l'hypothèse est que la répartition est normale alors qu'en fait, il s'agit d'une répartition normale logarithmique; et
- les paramètres de la répartition. Par exemple, on suppose que l'écart type du lot est le même que l'écart type du procédé (sous-jacent), alors qu'il est en réalité deux fois plus important.

Il est important de noter que dans le cas des plans par attributs, la répartition binomiale est toujours disponible comme hypothèse «par défaut» et que les écarts par rapport à cette hypothèse concernant le type (la forme) de la répartition auront très peu d'impact sur les risques encourus par le producteur et le consommateur.

3.2.6 Écart type du lot

Dans le cadre des présentes directives, la population considérée est le lot lui-même et non le procédé sous-jacent. C'est pourquoi la fonction d'écart type du procédé σ dans les normes ISO 3951⁸ est désormais prise en charge par l'écart type du lot. L'écart type du lot peut être représenté soit par sa valeur réelle σ (sigma) soit par une estimation (souvent notée s) de σ .

L'écart type du lot n'est pertinent que pour les plans aux mesures, en particulier pour les caractéristiques qui présentent une répartition normale ou qui affectent des répartitions, telle la répartition normale logarithmique^{iv}, apparentées à la répartition normale.

Pour une caractéristique donnée, l'écart type du lot est une mesure de la variation aléatoire de la caractéristique dans le lot soumis au contrôle. Son estimation peut toutefois subir l'incidence d'éléments d'incertitude analytique ou d'échantillonnage.

Pour les lots isolés, l'écart type du lot devrait généralement être calculé à partir des résultats des tests obtenus au cours du contrôle. Néanmoins, dans certains cas, l'écart type du lot peut être déjà connu, en particulier lorsque le lot est issu d'un procédé dont l'écart type est connu. Sa valeur peut être adoptée comme écart type du lot. Dans ce cas, la taille des échantillons du plan d'échantillonnage peut être considérablement réduite.

Si l'écart type du procédé est connu, il est important de vérifier s'il a été obtenu à partir d'un nombre suffisamment important de données pour garantir une caractérisation fiable de la variation au sein du procédé.

N.B.: Dans l'échantillonnage pour acceptation, l'écart type du lot repose toujours sur un échantillon aléatoire simple. Toutefois, en principe, d'autres procédures d'échantillonnage peuvent être applicables, telles que celles décrites dans l'annexe C.2 du guide EURACHEM^v/CITAC sur l'incertitude de mesure résultant de l'échantillonnage⁶. Ce guide propose plusieurs procédures de calcul de l'incertitude d'échantillonnage. Il ne décrit pas les procédures d'échantillonnage pour acceptation.

3.2.7 Incertitude des mesures

Dans le cadre des contrôles de lots, il est important de déterminer si les composantes analytiques de l'incertitude de mesure – y compris l'incertitude résultant du sous-échantillonnage de l'échantillon de laboratoire (voir section 5.2.6) –, peuvent être considérées comme négligeables. Pour ce faire, on considère généralement le rapport entre l'incertitude analytique et l'écart type du lot. Si la composante analytique de l'incertitude de mesure ne peut être considérée comme négligeable, elle doit être prise en compte dans le critère d'acceptation.

L'ajustement en fonction de la composante analytique de l'incertitude de mesure dans l'échantillonnage pour acceptation est traité plus en détail à la section 5.

L'écart type du lot représente déjà la variation de la caractéristique visée à l'intérieur du lot et toute incertitude supplémentaire découlant de la procédure d'échantillonnage. C'est pourquoi, pour déterminer si un ajustement est nécessaire, seule la composante analytique de l'incertitude de mesure doit être prise en compte.

Le terme «erreur de mesure» ne doit pas être utilisé, car il a été dépassé par l'importance accordée à l'incertitude dans les normes et guides du JCGM^{vi}, de l'ISO et d'EURACHEM^{vii}, comme en témoignent les *Directives sur l'incertitude de mesure* (CXG 54-2004)⁴ et l'adoption du terme «incertitude de mesure» dans les présentes directives.

3.2.8 Taille du lot

La taille du lot n'est normalement pas une donnée requise pour la conception des plans d'échantillonnage ayant pour finalité la maîtrise des risques du consommateur et du producteur dans l'échantillonnage pour acceptation. Cependant, la spécification de la taille du lot est requise pour les plans par attributs appliqués à de petits lots et constitue un intrant dans les plans d'échantillonnage décrits dans les normes ISO 2859² et ISO 3951³ (voir sections 4.2.3, 4.3.4 et annexe II).

^{iv} Pour les caractéristiques présentant une répartition normale logarithmique, les logarithmes des «mesures» présentent une répartition normale.

^v Réseau d'organisations en Europe ayant pour objectif d'établir un système de traçabilité internationale des mesures chimiques et de promouvoir les bonnes pratiques de qualité.

^{vi} Le Comité conjoint pour les guides en métrologie (JCGM).

^{vii} Voir note v ci-dessus.

4 Plans d'échantillonnage

4.1 CHOIX DES PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE

Le tableau suivant fournit des indications utiles pour la lecture des sections correspondantes des présentes directives:

Tableau 2: Indications utiles aux parties correspondant au choix des plans d'échantillonnage

Lots homogènes				
Type de données	Nature de la disposition	Répartition	Incertitude de mesure négligeable	Incertitude de mesure non négligeable
Attributs	Minimum ou maximum	Sans objet	Contrôle par plans par attributs (section 4.2) Annexe II Tableau 8.4.1	Erreurs de contrôle connues (section 5.1.1)
Mesures	Minimum ou maximum	Normale	Contrôle par plans d'attributs (section 4.3) Annexe II Tableau 8.4.2	Erreur de répétabilité (aucun biais de laboratoire) (section 5.2.6)
				Incertitude générale des mesures (sections 5.2.5, 5.2.7, 5.2.8)
				Plans de non-conformité fractionnaire (section 5.2.8)
	Minimum ou maximum	Non normale	Classification par attributs (section 4.3.3)	Plans de non-conformité fractionnaire (section 5.2.8)
Mesures	Minimum ou maximum	Proportions de composition	Plans par proportions de composition (section 4.4.10)	Non inclus
	Niveau moyen	Sans objet	Plans par niveau moyen (section 4.3.5)	Non inclus
Lots hétérogènes (matériaux en vrac)				
Attributs	Minimum ou maximum	(vide)	Plans par attributs (section 4.4.6)	
Mesures	Minimum ou maximum	(vide)	Plan aux mesures (section 4.4.9)	
	Niveau moyen	Sans objet	Plans par niveau moyen (section 4.4.8)	

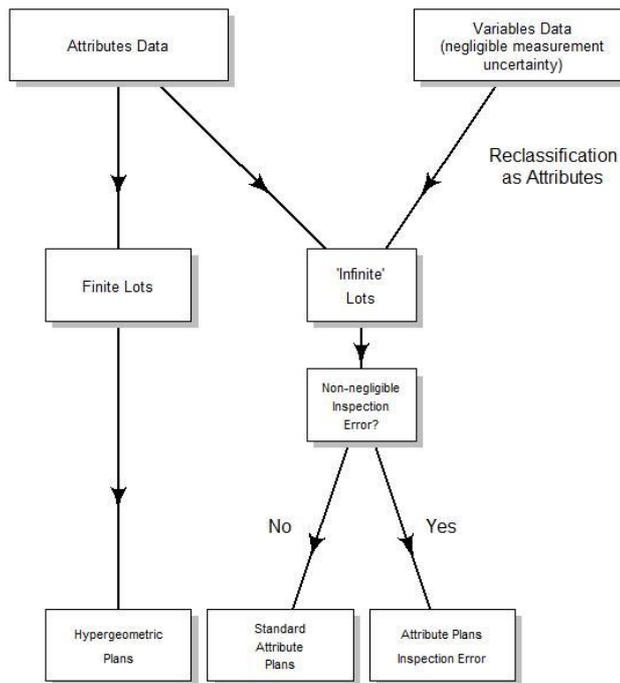
4.2 CONTRÔLE RECOURANT AUX PLANS PAR ATTRIBUTS

4.2.1 Introduction

Ces plans sont généralement désignés comme plans d'échantillonnage par attributs. Il s'agit du type de plan d'échantillonnage unique le plus simple car les résultats du contrôle sont classés en seulement deux catégories de résultats: conforme ou non conforme. Étant applicables à toutes les situations d'échantillonnage, ils sont devenus le modèle de référence auquel tous les autres plans d'échantillonnage peuvent être comparés.

Le diagramme suivant montre le processus de sélection des plans d'échantillonnage par attributs, qui est fonction du type de données et de la nature du lot.

Selection of Inspection by Attributes Plans



Selection of Inspection by Attributes Plans	Choix du contrôle par plans aux attributs
Attributes Data	Données d'attributs
Variables Data (negligible measurement uncertainty)	Données de variables (incertitude de mesure négligeable)
Variables Data (negligible measurement error)	Données de mesures (erreur de mesure négligeable)
Reclassification as Attributes	Reclassement en attributs
Finite Lots	Lots finis
'Infinite' Lots	Lots «infinis»
Non-negligible Inspection Error? No Yes	Erreur de contrôle non négligeable
Hypergeometric Plans	Plans hypergéométriques
Standard Attributes Plans	Plans aux attributs standard
Attributes Plans Inspection Error	Erreurs de contrôle des plans aux attributs

4.2.2 Plan par attributs à deux classes

Les plans par attributs à deux classes sont définis par deux chiffres, la taille de l'échantillon n , le nombre de pièces à prélever sur le lot objet du contrôle et le critère d'acceptation c , le nombre maximal de pièces non conformes permises dans l'échantillon pour que le lot puisse être accepté. Si le nombre de pièces non conformes dans l'échantillon est inférieur ou égal à c , le lot peut être accepté. Si le nombre de pièces non conformes dans l'échantillon est supérieur à c , le lot est rejeté. Sous leur forme la plus générale, le nombre d'échantillons n et le chiffre d'acceptation c pour ces plans sont déterminés à partir des spécifications des risques admissibles pour le consommateur et le producteur. Il est à noter que c ne peut être égal à zéro.

Ces plans peuvent être utilisés pour des lots isolés, ou bien dans le cas d'une série continue de lots qui se composent de pièces distinctes ou de matériaux en vrac.

4.2.3 Normes ISO – plans par attributs

La série de normes ISO 2859² présente des plans d'échantillonnage qui sont indexés d'après CRQ ou PRQ. La taille du lot est un intrant des plans d'échantillonnage dans ces normes car la taille de l'échantillon est fonction de la taille du lot.

Les plans de la norme ISO 2859-2⁷ sont indexés d'après CRQ et sont destinés au contrôle des lots isolés composés de pièces distinctes. Ces plans se prêtent à une application dans le domaine de la sécurité sanitaire des aliments, quand il ne convient pas de gérer explicitement les risques du producteur dans la conception des plans.

L'annexe II présente des tableaux utiles aux contrôles utilisant des plans par attributs issus de ISO 2859-1².

Ces plans sont indexés d'après PRQ.

4.2.4 Plans pour petits lots (fondés sur la répartition hypergéométrique)

Si la taille des échantillons est importante par rapport à la taille du lot, on peut faire l'économie d'un certain nombre d'échantillons. En règle générale, de telles économies sont possibles quand le nombre de pièces, calculé en supposant une taille de lot infinie, dépasse les 10 pour cent de la taille du lot. Pour des lots théoriquement infinis, les plans d'échantillonnage fondés sur la répartition hypergéométrique sont les mêmes que les plans généraux à deux classes fondés sur la répartition binomiale.

4.2.5 Plans d'échantillonnage à critère d'acceptation zéro

Les plans à critère d'acceptation zéro (ZAN) représentent un cas particulier des plans à deux classes dans lesquels le chiffre d'acceptation c est fixé à 0 ($c = 0$). Ils sont utilisés dans des situations plus critiques telles que la présence d'agents pathogènes ou de corps étrangers où seul le risque pour le consommateur est pris en compte directement et l'acceptation des lots impose qu'il ne soit trouvé aucune pièce non conforme lors du contrôle.

Cependant, il convient de noter que ce n'est pas parce qu'aucun article non conforme n'a été trouvé qu'il n'y en a aucun dans des lots qui ont passé le contrôle avec succès. Un des inconvénients des plans ZAN est leur médiocre distinction entre les produits de bonne qualité et de mauvaise qualité, à telle enseigne qu'ils peuvent ne pas être généralement applicables. Les faibles nombres d'échantillons généralement utilisés dans les applications microbiologiques permettent d'assurer des niveaux élevés de protection des consommateurs en raison des décalages importants entre les limites utilisées dans ces plans et les degrés de contamination auxquels les aliments deviennent dangereux (voir section 3.2.4).

Des plans ZAN pour des lots finis peuvent aussi être conçus à partir d'une répartition hypergéométrique.

4.2.6 Plans par attributs à trois classes

Dans ces plans, les résultats des contrôles sont groupés en trois classes, généralement «bons», «marginiaux» et «mauvais» ou «inacceptables». Ce type de plan est fréquemment utilisé dans les évaluations microbiologiques. Ils ont l'avantage, par rapport aux plans à deux classes, d'assurer une meilleure distinction entre les qualités bonne et mauvaise; c'est-à-dire qu'ils présentent des courbes d'efficacité aux pentes plus accentuées que les plans à deux classes pour le même nombre d'échantillons.

Les plans à trois classes sont définis par quatre valeurs (n , c , m , M) où:

- n est le nombre d'échantillons à prélever;
- c est le nombre maximal d'échantillons «marginiaux» autorisés pour l'acceptation du lot;
- m est la limite maximale pour les «bons» échantillons;
- M est la limite au-dessus de laquelle les échantillons sont classés comme «mauvais»;
- les échantillons dont les résultats se situent entre les valeurs m et M sont classés comme marginaux.

Les conditions d'acceptation des lots sont les suivantes:

- aucun des échantillons n n'est mauvais, tous ayant des niveaux supérieurs à M ;
- le nombre maximal d'échantillons marginaux est c , présentant des niveaux compris entre m et M .

Si $m = M$, un plan à trois classes devient un plan à deux classes.

L'évaluation de ces plans nécessite généralement de poser une hypothèse sur la répartition sous-jacente de la caractéristique définie, telle que la distribution normale logarithmique des paramètres microbiologiques. Cela peut s'appliquer également aux plans à deux classes, s'agissant en particulier des plans microbiologiques.

Les plans à trois classes pour des lots finis peuvent aussi être conçus à partir d'une répartition hypergéométrique.

4.2.7 Plans pour les données de mesures où il n'est pas connu de répartition appropriée

Si la répartition sous-jacente d'une caractéristique mesurée dans un lot n'est pas connue et si l'on ne s'accommode pas de l'hypothèse que celle-ci puisse être correctement figurée par la répartition normale ou toute autre répartition, le seul recours dont on dispose est de classer les résultats comme conformes ou non conformes par rapport à la limite de spécification et à utiliser des plans par attributs. Il est à noter que cette approche ne doit être utilisée que lorsque l'incertitude de mesure est négligeable.

4.2.8 Plans par attributs à plusieurs caractéristiques

Les plans par attributs peuvent aisément s'appliquer à une multiplicité de caractéristiques en classant les pièces contrôlées comme non conformes dès lors que l'une des caractéristiques visées n'est pas conforme.

À l'évidence, il ne sera logique d'appliquer un plan à plusieurs caractéristiques que dans les cas où les caractéristiques individuelles présentent un degré de «rigueur» similaire, c'est-à-dire si le même plan ou un plan similaire était utilisé pour contrôler les caractéristiques individuellement. Ces plans ont l'avantage, par rapport à l'utilisation de plans individuels, de permettre une meilleure maîtrise du risque du producteur, en évitant de rejeter un produit de bonne qualité.

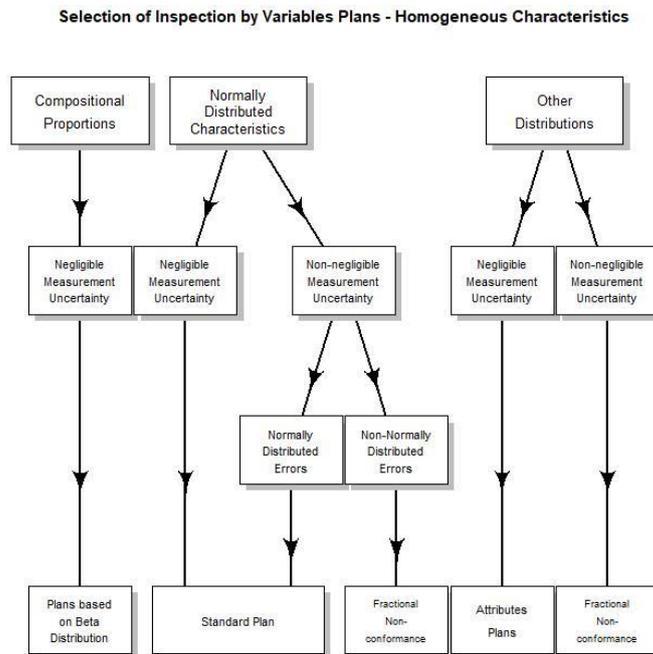
4.3 CONTRÔLE PAR PLANS AUX MESURES

4.3.1 Introduction

Si la distribution sous-jacente d'une caractéristique mesurée est connue, l'échantillonnage pour acceptation peut être effectué directement sur les mesures elles-mêmes. Cela permet souvent une réduction considérable de la taille de l'échantillon.

Pour les plans aux mesures, il est nécessaire de poser une hypothèse concernant la répartition de la caractéristique à l'intérieur du lot. Bien que la répartition gaussienne ou normale soient généralement adoptée, pour les proportions de composition dans des matériaux en vrac, la répartition bêta est plus appropriée (même si la répartition normale peut servir pour l'obtention d'un résultat approximatif).

Le diagramme suivant présente le mode de sélection des plans d'échantillonnage aux mesures:



Selection of Inspection by Variables Plans - Homogeneous Characteristics	Choix du contrôle par plans aux mesures – Caractéristiques homogènes
Compositional Proportions	Proportions de composition
Normally Distributed Characteristics	Caractéristiques réparties normalement
Other Distributions	D'autres répartitions
Negligible Measurement Uncertainty	Incertitude de mesure négligeable
Non-negligible Measurement Uncertainty	Incertitude de mesure non négligeable
Normally Distributed Errors	Erreurs en répartition normale
Non-Normally Distributed Errors	Erreurs en répartition autre que normale
Plans base on Beta Distribution	Plans basés sur la distribution bêta
Standard Plan	Plan normalisé
Fractional Non-conformance	Non conformité fractionnaire
Attributes Plans	Plans aux attributs

4.3.2 Avantages et inconvénients des plans aux mesures

Les avantages des plans d'échantillonnage aux mesures sont les suivants:

- ils offrent la même protection que les plans par attributs mais avec une taille d'échantillon réduite;
- il y a une rétroaction des données sur le procédé qui a produit les unités;
- il y a plus d'informations disponibles dans les situations de renoncement; et
- le degré de conformité de chaque unité est pris en compte dans l'application du plan.

Les inconvénients sont les suivants:

- le résultat est fonction de la pertinence de la répartition sous-jacente, et à ce que la répartition statistique hypothétique offre une image satisfaisante du comportement de la caractéristique au sein du lot;
- les plans d'échantillonnage aux mesures ne s'appliquent qu'à une seule caractéristique à la fois;
- le coût du contrôle par unité peut être plus élevé;
- un lot exempt d'unité non conforme peut être rejeté par un plan aux mesures, ce qui peut se produire lorsque le niveau moyen est trop proche de la limite de spécification, exprimée par le degré de variation dans le lot (écart type du lot);
- il est possible qu'aucune unité non conforme n'apparaisse pour la montrer au producteur après le rejet.

4.3.3 Plans aux mesures

Les plans d'échantillonnage aux mesures sont définis par deux chiffres, la taille de l'échantillon n , soit le nombre de pièces à prélever sur le lot objet du contrôle, et la constante d'acceptabilité k , soit le multiplicateur de l'écart type S du lot dans le critère d'acceptation.

Un lot est accepté si $\bar{X} + kS \leq U$ pour une limite de spécification supérieure U ou si $\bar{X} - kS \geq L$ pour une limite inférieure L .

4.3.4 Normes ISO – plans aux mesures

La série de normes ISO 3951⁸ présente des plans d'échantillonnage indexés d'après CRQ ou PRQ. La taille du lot est un intrant des plans d'échantillonnage dans ces normes car la taille de l'échantillon est fonction de la taille du lot.

Les plans ISO sont indexés d'après CRQ et sont destinés au contrôle de lots isolés composés de pièces distinctes. Ces plans se prêtent à une application dans le domaine de la sécurité sanitaire des aliments, où il ne convient pas de gérer explicitement les risques du producteur dans la conception des plans.

L'annexe II contient des tableaux pour inspection par plans aux mesures de la norme ISO 3951-1³. Ces plans sont indexés d'après PRQ.

La norme ISO 3951-6⁸ contient aussi des procédures qui traitent de l'incertitude de mesure non négligeable. Cet aspect est examiné plus en détail à la section 5.

4.3.5 Plans pour la moyenne dans le lot

Dans certains cas, comme le poids net des emballages, une limite est fixée pour le niveau moyen, avec pour intention que le niveau moyen dans le lot ne soit pas inférieur à la limite. Au sein du Codex, bien qu'il s'agisse d'un exemple de plans d'échantillonnage pour les matières en vrac, les plans pour les aflatoxines reposent eux aussi sur la conformité du niveau moyen. Cela illustre l'utilisation des correctifs (voir section 3.2.3).

On suppose généralement que la caractéristique de qualité est normalement répartie; la pertinence de la répartition est moins critique lorsque l'évaluation porte sur la conformité au niveau moyen. On suppose également qu'il y a une limite de spécification unique, qui peut être une limite de spécification inférieure L , ou une limite de spécification supérieure U .

Lorsque l'écart type du lot σ est connu grâce aux données chronologiques du procédé, le plan de contrôle de conformité du niveau moyen à une limite minimale L est exécuté comme suit:

1. prélever un échantillon aléatoire de taille n et obtenir la valeur moyenne de l'échantillon;
2. calculer $A = L + k \times \sigma$; et
3. si la valeur moyenne de l'échantillon est $\bar{x} > A$, accepter le lot; sinon, rejeter le lot.

Les paramètres du plan sont n et k . À noter que k ne désigne pas la même quantité que dans les plans à mesures habituels. Quand l'écart type σ du lot est inconnu, il est remplacé par l'écart type s de l'échantillon. La courbe d'efficacité OC de ce plan est moins discriminatoire que le plan lorsque l'écart type σ est connu, et une plus grande taille d'échantillon sera nécessaire pour assurer une discrimination équivalente à celle qui est obtenue lorsque l'écart type est connu.

4.4 ÉCHANTILLONNAGE DE MATERIAUX EN VRAC

4.4.1 Introduction

Les matériaux en vrac sont continus, constitués par exemple de particules de densité et de taille différentes. Il est impossible de considérer un lot constitué de matériaux en vrac comme un ensemble de pièces distinctes car il n'y a aucun moyen d'en sélectionner les pièces d'une manière qui soit exempte de biais lorsqu'on utilise un échantillonnage aléatoire simple.

Parmi les objectifs généraux de l'échantillonnage des matériaux en vrac, on retiendra :

- acceptation lot par lot;
- caractérisation du matériau en fonction de son grade^{viii}, de tout besoin de transformation ultérieure et de sa destination;
- détermination du poids ou du contenu à des fins de paiement;
- détermination des propriétés qui doivent être connues pour que l'utilisation finale soit appropriée;
- expérimentation et analyse pour déterminer les procédures d'échantillonnage ultérieures et les usages du matériau.

Les unités d'échantillonnage sont créées au moment de l'échantillonnage au moyen d'un mécanisme d'échantillonnage. Les unités d'échantillonnage se modifient au gré de différents facteurs, tels que la façon dont le dispositif est utilisé et les conditions dans lesquelles il est utilisé.

Dans l'échantillonnage de vrac, les lots des matériaux en vrac sont considérés comme étant composés de segments mutuellement exclusifs.

Il arrive que les segments soient évidents, comme lorsque le matériau se présente dans des caisses ou des sacs.

En d'autres occasions, les segments ne sont pas évidents et doivent donc être créés artificiellement. Une façon de procéder consiste à superposer des grilles imaginaires sur le matériau.

4.4.2 Théorie de l'échantillonnage

La théorie de l'échantillonnage propose une approche globale de l'élaboration de procédures d'échantillonnage, dont le but est d'obtenir un échantillon pour analyse en laboratoire dont la composition est une estimation non biaisée du niveau moyen d'un lot. Cependant, cet échantillon ne serait pas, en lui-même, utile pour évaluer la conformité d'un lot aux limites de spécification minimales ou maximales, car une tolérance supplémentaire est nécessaire pour compenser la variation du lot afin de permettre de telles évaluations.

4.4.3 Terminologie

Le caractère particulier de l'échantillonnage des matériaux en vrac a conduit à l'utilisation d'une terminologie spécifique, nonobstant le fait que celle-ci varie selon les domaines et entre les auteurs, mais aussi entre les différents comités du Codex. La *Norme générale sur les contaminants et les toxines présents dans les produits de consommation humaine et animale* (CXS 193-1995)⁹ utilise la terminologie suivante.

Tableau 3: Terminologie des matériaux en vrac dans les plans d'échantillonnage

Lot	Une quantité identifiable d'une denrée alimentaire livrée en une seule fois et déterminée par le responsable comme ayant des caractéristiques communes, telles que l'origine, la variété, le type d'emballage, le conditionneur, l'expéditeur ou les marquages.
Sous-lot	Partie désignée d'un lot important, sur laquelle on appliquera la méthode d'échantillonnage. Chaque sous-lot doit être physiquement distinct et identifiable.

^{viii} Les aliments et d'autres matériaux sont souvent classés selon leur qualité, des niveaux de qualité différents étant parfois désignés comme grades.

Plan d'échantillonnage	Est défini par une procédure d'essai et une limite acceptation/rejet. Une procédure d'essai compte trois étapes: sélection de l'échantillon, préparation et quantification de l'échantillon. La limite acceptation/rejet est une tolérance habituellement égale au niveau maximal du Codex.
Échantillon incrémental	Une quantité de matériau prélevée sur un lieu aléatoire unique dans le lot ou le sous-lot.
Échantillon composite	Le total combinant tous les échantillons incrémentaux prélevés sur le lot ou le sous-lot.
Échantillon de laboratoire	La plus petite quantité d'une denrée alimentaire, broyée ou pulvérisée en usine ou homogénéisée par un dispositif idoine. L'échantillon de laboratoire peut être une portion de l'échantillon composite ou être constitué de celui-ci dans son entièreté. Si l'échantillon composite est plus important que l'échantillon de laboratoire, ce dernier doit être retiré de l'échantillon composite en procédant de manière aléatoire, afin de faire en sorte que l'échantillon de laboratoire demeure représentatif du sous-lot échantillonné.
Éprouvette	Une portion de l'échantillon de laboratoire, pulvérisée/homogénéisée. L'échantillon de laboratoire doit être intégralement broyé ou pulvérisé en usine ou homogénéisée par un dispositif idoine. Une portion de l'échantillon de laboratoire pulvérisé/homogénéisé fait l'objet d'un prélèvement aléatoire pour analyse.

4.4.4 Conception des plans d'échantillonnage de caractère général pour des matériaux en vrac

Dans le cas le plus simple, comme le contrôle de matériaux en vrac de produits manufacturés, les lots peuvent souvent être considérés comme homogènes, ce qui permet de recourir à des plans normalisés par attributs ou mesures, avec un ajustement pour l'incertitude de mesure analytique le cas échéant.

En revanche, certains matériaux en vrac, tels que les expéditions de céréales ou d'autres matières premières, ne peuvent pas être considérés comme homogènes (voir section 3.2.7). Des techniques particulières sont requises pour ce cas de figure, mais les méthodes statistiques sont complexes et on en trouvera qu'un aperçu dans les présentes directives.

L'homogénéité d'un lot est difficile à vérifier pour les matériaux en vrac, nécessitant généralement un grand nombre d'échantillons. Qui plus est, il est souvent difficile de procéder à des prélèvements d'échantillons aléatoires sur l'intégralité d'un lot d'un matériau en vrac. Par mesure de précaution, les lots doivent être traités comme hétérogènes lorsque l'homogénéité ne peut être présumée ni vérifiée.

La démarche générale de l'échantillonnage de lots hétérogènes de matériaux en vrac est de considérer tout lot comme un ensemble de segments plus petits (des strates) dont chacun est plus homogène que l'ensemble du lot. Cela permet d'appliquer à chaque segment les procédures d'échantillonnage habituelles suivant le principe de l'échantillonnage aléatoire, car l'hétérogénéité au sein de chaque segment sera porteuse de moindres incidences.

La procédure élémentaire d'échantillonnage et de contrôle peut être décrite comme suit:

- les segments, d'où sont prélevés les incréments, sont choisis aléatoirement;
- plusieurs incréments sont choisis aléatoirement sur chacun des segments choisis;
- les incréments de chaque segment peuvent parfois être combinés pour former un échantillon composite, qui est soigneusement mélangé;
- un ou plusieurs sous-échantillons sont prélevés sur chaque échantillon composite;
- ces sous-échantillons sont soumis à essai;
- il est statué sur l'acceptabilité du lot en fonction d'un critère d'acceptation.

4.4.5 Plans par attributs pour matériaux en vrac

Les points suivants doivent être pris en compte dans la conception des plans par attributs pour les matériaux en vrac:

- l'hétérogénéité sera présente et, par conséquent, les plans normalisés d'échantillonnage par attributs pour les lots homogènes ne conviendront pas, car ils n'offrent pas de protection adéquate pour les consommateurs;
- l'hétérogénéité peut être surmontée soit en permettant la corrélation au sein du lot dans la conception du plan d'échantillonnage, soit en divisant le lot en segments plus homogènes et en utilisant des techniques d'échantillonnage stratifiées. Dans un cas comme dans l'autre, une étude préliminaire est nécessaire pour estimer la corrélation et la variation entre les segments;
- les plans proposés doivent être validés à l'aide de différents modèles statistiques appliqués au comportement du degré de non-conformité au sein du lot, afin d'assurer leur solidité au regard des niveaux différents de corrélation.

4.4.6 Plans aux mesures pour les matériaux en vrac

En règle générale, la variation totale observée au sein d'un lot de matériaux en vrac est transcrite par plusieurs composantes en raison, notamment, des variations entre les segments et à l'intérieur de ceux-ci, de la préparation des échantillons (par exemple, le sous-échantillonnage), des essais et d'autres facteurs.

Les plans d'échantillonnage pour les matériaux en vrac, en particulier les plans d'échantillonnage d'un coût optimal, peuvent être le plus efficacement conçus grâce à une connaissance préalable des différentes composantes de variation présente dans les lots; il est souhaitable d'effectuer une étude préliminaire de la variation préalablement à l'élaboration de ces plans.

On recommande un minimum de 10 échantillons par segment pour estimer la variation à l'intérieur du lot, si le critère d'acceptation suppose d'établir la moyenne des résultats d'essais multiples, les échantillons de laboratoire doivent être soumis à essai au moins en double pour permettre une estimation de la composante de répétabilité de l'incertitude de mesure, sauf si une estimation est disponible d'autres sources, telle une étude de validation de la méthode.

Exemple

La Norme générale sur les contaminants et les toxines présents dans les produits de consommation humaine et animale (CXS 193-1995)⁹ montre la ventilation de la variation totale pour les aflatoxines dans les fruits à coque, étant axée sur l'échantillonnage, la préparation des échantillons et les essais; la variation due à l'échantillonnage inclut les variations intra-segmentaires et intersegmentaires. Il est à noter que les dispositions relatives aux aflatoxines sont exprimées en termes de niveaux moyens dans un lot.

Tableau 1. Variances^a associées à la prise d'essai pour les aflatoxines pour chaque fruit à coque

Prise d'essai	Amandes	Noisettes	Pistaches	Noix du Brésil décortiquées
Échantillonnage ^{b,c}	$S_s^2 = (7\ 730/ns) 5,759C^{1,561}$	$S_s^2 = (10\ 000/ns) 4,291C^{1,609}$	$S_s^2 = 8\ 000/ns) 7,913C^{1,475}$	$s_s^2 = (1\ 850/ns) 4,8616C^{1,889}$
Préparation de l'échantillon ^d	$S_{sp}^2 = (100/nss) 0,170C^{1,646}$	$S_{sp}^2 = (50/nss) 0,021C^{1,545}$	$S_{sp}^2 = (25/nss) 2,334C^{1,522}$	$s_{ss}^2 = (50/nss) 0,0306C^{0,632}$
Analytique ^e	$S_a^2 = (1/na) 0,0484C^{2,0}$	$S_a^2 = (1/na) 0,0484C^{2,0}$	$S_a^2 = (1/na) 0,0484C^{2,0}$	expérimental $s_a^2 = (1/n) 0,0164C^{1,117}$ or FAPAS $s_a^2 = (1/n) 0,0484C^{2,0}$
Variance totale	$S_s^2 + S_{sp}^2 + S_a^2$	$S_s^2 + S_{sp}^2 + S_a^2$	$S_s^2 + S_{sp}^2 + S_a^2$	$S_s^2 + S_{sp}^2 + S_a^2$

S_s^2 , S_{sp}^2 et S_a^2 expriment la variabilité afférente aux étapes de l'échantillonnage, de la préparation des échantillons et des travaux analytiques, respectivement

Un plan d'échantillonnage se définit par la taille ns de l'échantillon de laboratoire, la taille nss de l'éprouvette et le nombre na d'aliquotes (à savoir le nombre d'échantillons analytiques prélevés sur chaque sous-échantillon). Les informations de ce tableau peuvent servir à concevoir un plan d'échantillonnage optimisé en fonction du coût total d'un risque de consommateur spécifique pour une concentration C donnée. De toute évidence, les coûts afférents à chaque étape doivent être connus pour en tirer un plan d'un coût optimal.

Les matériaux en vrac étant continus, des parties de chaque échantillon peuvent être mélangées pour former un échantillon composite. Ce dernier est alors soumis à essai une seule fois, au lieu de devoir effectuer de nombreux essais sur les échantillons particuliers. Il s'agit d'un moyen physique par lequel on crée un échantillon représentant le contenu moyen par lot ou segment. Cet établissement d'une moyenne a pour effet de réduire la variation apparente, à savoir qu'un ajustement du critère d'acceptation peut être nécessaire pour les évaluations par rapport aux limites minimales ou maximales.

Il est à noter cependant que le recours à un échantillonnage composite se traduit par une plus grande complexité de la stratégie d'échantillonnage générale, en raison de la complexité statistique de la modélisation du processus de mélange; en effet, l'hypothèse que les mélanges des échantillons composites, constitués de nombreuses portions individuelles, puissent être parfaits peut ne pas être réaliste.

4.4.7 Plans aux mesures pour le niveau moyen

De nombreux plans d'échantillonnage pour matériaux en vrac servent à évaluer la conformité du niveau moyen d'une caractéristique. Dans certains cas, comme dans les plans d'échantillonnage pour les aflatoxines, dans la *Norme générale sur les contaminants et les toxines présents dans les produits de consommation humaine et animale* (CXS 193-1995)⁹, ces plans sont utilisés assortis de correctifs (voir section 3.2.3) pour assurer la protection du consommateur.

D'autres procédures sont disponibles pour le contrôle du niveau moyen d'un lot, telles celles de la norme ISO 10725¹⁰, qui tiennent compte des coûts d'élaboration de plans d'application économique, bien que ces plans puissent ne pas convenir dans les cas où une détermination plus précise du niveau moyen est nécessaire.

Les plans pour le niveau moyen peuvent également être applicables lorsque le produit est homogénéisé par mélange ou par transformation ultérieure.

4.4.8 Plans aux mesures pour le pourcentage de non-conformité (limites minimales ou maximales)

La stratégie est similaire à la conception des plans aux mesures pour le niveau moyen, à cette différence près qu'il convient également de tenir compte des variations au sein du lot, que l'on peut obtenir par l'analyse statistique présentée à la section 4.4.5. Une approche simplifiée consiste à estimer la variation au sein du lot comme la variation entre les segments en prélevant un échantillon de chaque segment et en soumettant ces échantillons à des essais en double pour permettre un ajustement de l'incertitude de mesure, bien que cela n'apportera aucune information sur les autres composantes de la variation:

- le critère d'acceptation est de même forme qu'un plan de contrôle aux mesures de type conventionnel appliqué à des lots homogènes;
- le nombre d'échantillons n et la constante d'acceptabilité k peuvent être trouvés par essais et erreurs, en évaluant les probabilités d'acceptation selon divers modèles concurrents de comportement de la caractéristique au sein du lot. Cette procédure suppose que la formation des segments peut ne pas refléter la disposition du produit non conforme au sein du lot.

4.4.9 Plans aux mesures pour proportions de composition (incertitude de mesure négligeable)

Pour les matériaux en vrac, les caractéristiques de composition sont souvent des mesures de qualité. Par exemple, le pourcentage de matières grasses du lait avec une limite minimale de 26 pour cent est une des premières mesures de qualité du lait entier en poudre^{ix}.

Les proportions de composition, également appelées fractions massiques, sont caractérisées par des unités de mesure telles que pourcentages (massiques), mg/kg, $\mu\text{g}/100\text{ g}$ et unités similaires, qui sont, à proprement parler, des nombres «sans dimension» compris entre 0 et 1.

Les proportions de composition peuvent être modélisées à l'aide de la répartition bêta. Les plans d'échantillonnage aux mesures reposant sur la répartition normale ne peuvent être qu'approximatifs pour les proportions de composition et peuvent entraîner des risques pour le consommateur plus élevés que souhaité.

Les plans d'échantillonnage pour les proportions de composition sont définis par deux paramètres: m , le nombre d'échantillons à prélever sur le lot, et k , la constante d'acceptabilité définie de la même manière que pour les plans d'échantillonnage aux mesures habituels. L'élaboration de ces plans, en plus de la PRQ, de la CRQ, etc., nécessite une estimation du «paramètre de précision», noté θ , pour la répartition bêta. Cette estimation peut être obtenue par l'analyse de la suite chronologique des données.

^{ix} Norme pour les laits en poudre et la crème en poudre (CXS 207-1999).

Lors de l'utilisation de ces plans, les échantillons m sont prélevés sur le lot et ils peuvent être testés individuellement ou en combinaison (soit mélangés, dûment mixés, etc.) pour former un échantillon composite qui ne doit être testé qu'une seule fois.

Le niveau moyen P est calculé soit en prenant la moyenne des résultats m de l'essai sur des échantillons individuels, soit en tant que résultat unique de l'essai sur l'échantillon composite.

Une caractéristique de la répartition bêta est que son écart type est fonction du niveau moyen, ce qui permet d'effectuer une évaluation à l'aide d'un seul essai d'un échantillon composite prélevé sur le lot. L'écart type est calculé à l'aide de la formule:

$$s = \sqrt{P(1-P)/\theta}$$

où θ est le paramètre de précision de la répartition bêta, estimé à partir de la suite chronologique des données (voir ci-dessus).

Le lot est accepté par rapport à une limite supérieure U telle que $P + k \times s \leq U$ et de même pour une limite inférieure.

5 Erreur de contrôle et incertitude de mesure

Le terme «erreur de contrôle» a trait aux contrôles par attributs, et «incertitude de mesure» a trait aux contrôles aux mesures.

Une incertitude de mesure analytique et une erreur de contrôle non négligeables peuvent perturber les probabilités d'acceptation d'un plan d'échantillonnage. Il s'ensuit que l'incertitude de mesure analytique ou l'erreur de contrôle non négligeables doivent être prises en compte dans le contrôle d'échantillonnage.

Il a été démontré que l'incertitude de mesure analytique et les erreurs de contrôle ont davantage de répercussions sur le risque du producteur que sur le risque du consommateur, à savoir que l'augmentation du risque du producteur (soit le rejet à tort d'un produit de bonne qualité), dépasse l'augmentation du risque pour le consommateur d'accepter un lot de qualité inacceptable. En conséquence, par souci d'équité, il est important de prendre les dispositions nécessaires contre les erreurs de mesure et de contrôle non négligeables.

Les plans d'échantillonnage pour acceptation peuvent être conçus pour prendre en compte l'incertitude de mesure analytique non négligeables et l'erreur de contrôle.

5.1 PLANS PAR ATTRIBUTS

Dans le contexte des plans par attributs, le terme «erreur de contrôle» désigne des erreurs aléatoires consistant à classer à tort des pièces conformes comme non conformes et vice versa.

Les erreurs de contrôle se produisent lors de l'essai de conformité d'une pièce; elles peuvent être causées par une erreur humaine, une erreur de l'instrument ou toute autre erreur inhérente à la mesure.

Les erreurs de contrôle sont de deux types:

- Les erreurs de type I (e_1) surviennent lorsque des pièces conformes sont classées comme non conformes.
- Les erreurs de type II (e_2) surviennent lorsque des pièces non conformes sont classées comme conformes.

La présence d'erreurs de contrôle provoque généralement une plus forte augmentation des risques pour le producteur que pour le consommateur. Pour un plan d'échantillonnage unique, les erreurs de type I (e_1) ont un effet plus important sur la courbe d'efficacité (OC) que les erreurs de type II (e_2).

Le rapport liant la fraction de non-conformité véritable p et la fraction de non-conformité observée p_e s'exprime dans l'équation suivante:

$$p_e = e_1(1 - p) + (1 - e_2)p$$

Les incidences des erreurs de contrôle sont particulièrement marquées dans le cas des plans aux critères d'acceptation zéro (plans ZAN).

5.1.1 Erreurs de contrôle connues

Si les erreurs de classement sont connues, c'est-à-dire si des estimations précises des erreurs de classement sont disponibles, par exemple à partir d'une étude de validation de méthode, les estimations des erreurs de type I et de type II peuvent être utilisées pour concevoir un plan d'échantillonnage qui assure la maîtrise des risques du producteur et du consommateur à des niveaux spécifiés. Cela entraînera inévitablement une augmentation de la taille des échantillons.

5.2 PLANS AUX MESURES

L'incertitude de mesure dégage des informations afférentes à la gamme des valeurs qui peuvent être raisonnablement attribuées au mesurande. À cet égard, elle constitue une importante mesure de la qualité ou de la fiabilité d'un résultat d'essai.

Pour une analyse plus complète de l'incertitude de mesure, consulter les *Directives sur l'incertitude de mesure* (CXG 54-2004)⁵.

Il est à noter que le concept d'incertitude de mesure, tel qu'il est généralement interprété (et analysé dans les *Directives sur l'incertitude de mesure* [CXG 54-2004])⁵ a trait à une détermination unique effectuée sur un échantillon unique. Cela convient pour l'évaluation de conformité, mais pas dans le cas de l'échantillonnage pour acceptation (voir section 2.2). Cela vaut aussi pour la procédure illustrée à la figure 1 des *Directives sur l'incertitude de mesure* (CXG 54-2004)⁵. Dans le cadre de l'échantillonnage pour acceptation, il est important de tenir compte de la manière dont les différentes composantes de l'incertitude de mesure se manifestent dans les procédures d'échantillonnage et de calcul qui sont appliquées. Cela est analysé à la section 5.2.4, ci-dessous.

Les termes «négligeable» et «non négligeable»^x sont utilisés pour indiquer s'il convient ou non de tenir compte de l'incertitude de mesure dans les plans d'échantillonnage pour acceptation. Dans la série de normes ISO 3951⁸, l'incertitude de mesure est considérée comme non négligeable si elle est de 10 pour cent supérieure à l'écart type du *procédé*. Dans le cadre du contrôle de lots séparés, le même critère peut être appliqué, mais en remplaçant l'écart type du *procédé* par l'écart type du lot (voir section 3.2.6). Toutefois, la seule manière sûre de déterminer si un ajustement pour l'incertitude de mesure est nécessaire est d'examiner la courbe d'efficacité du plan d'échantillonnage proposé en présence d'une incertitude de mesure (voir section 2.3.1).

5.2.1 Incertitude de mesure

Afin de préciser le rôle de l'incertitude de mesure dans l'échantillonnage d'acceptation, il est nécessaire d'établir une distinction entre l'incertitude de mesure analytique et la composante échantillonnage dans l'incertitude de mesure totale. Nous commençons par reproduire la définition suivante donnée à la section 8 des *Directives sur l'incertitude de mesure* (CXG 54-2004)⁵.

Un échantillon de laboratoire est un échantillon tel que préparé (à partir du lot) pour envoi au laboratoire à des fins de contrôle ou d'essai.

Toutes les sources qui contribuent à l'incertitude de mesure avant l'arrivée de l'échantillon au laboratoire peuvent être considérées comme des composantes de l'incertitude d'échantillonnage:

- la procédure d'échantillonnage et sa mise en œuvre;
- la variation de la caractéristique visée à l'intérieur du lot;
- les personnes procédant à l'échantillonnage;
- les étapes de sous-échantillonnage (conduisant à l'échantillon de laboratoire);
- les contributions des conditions d'entreposage et de transport (avant l'arrivée de l'échantillon de laboratoire au laboratoire).

Toutes les sources qui contribuent à l'incertitude au sein du laboratoire peuvent être considérées comme des composantes de l'incertitude de mesure analytique, par exemple:

- les étapes de sous-échantillonnage effectuées à partir de l'échantillon de laboratoire, telles que le prélèvement d'un échantillon d'essai, d'une éprouvette, etc.;
- la préparation de l'échantillon;
- la contribution des conditions d'entreposage (en laboratoire);
- les étapes analytiques;
- les procédures de laboratoire.

Pour déterminer l'incertitude de mesure, il est important de prendre en compte toutes les contributions pertinentes, y compris toutes les sources d'échantillonnage et d'analyse.

Rôle de l'incertitude de mesure dans l'échantillonnage pour acceptation

Dans l'échantillonnage pour acceptation, l'objectif est de statuer sur l'acceptation ou le rejet du lot contrôlé en appliquant un critère d'acceptation. L'application du critère d'acceptation comprend souvent une estimation de

^x Le terme «significatif» est aussi utilisé.

l'écart type du lot, qui est une mesure de la variation aléatoire de la caractéristique au sein du lot contrôlé. Il est important de faire en sorte que l'estimation de l'écart type du lot ne subisse pas l'incidence de sources d'incertitude. En conséquence, le rôle de l'incertitude de mesure dans l'échantillonnage pour acceptation peut être résumé comme suit:

L'incertitude de mesure peut influencer sur l'estimation de l'écart type du lot. Si cet effet est non négligeable, et a donc une incidence sur les risques pour le consommateur et le producteur, l'estimation de l'écart type du lot doit être corrigée pour tenir compte de l'incertitude de mesure non négligeable.

En théorie, l'estimation de l'écart type du lot peut être conditionnée par les deux composantes de l'incertitude de mesure: l'échantillonnage et l'analyse. On doit cependant noter que si l'incertitude analytique gonfle toujours l'estimation de l'écart type du lot, l'effet des composantes de l'échantillonnage peut être soit une augmentation, soit une diminution de sa valeur. Pour cette raison, la correction de l'écart type estimatif du lot rendue nécessaire par l'incertitude analytique consistera toujours à «retrancher» la contribution de cette incertitude et peut donc être considérée comme plus facilement réalisable qu'une correction rendue nécessaire par les composantes de l'incertitude d'échantillonnage. Les présentes directives sont donc axées sur la correction de l'incertitude *analytique* non négligeable. Il convient néanmoins de s'assurer que les procédures d'échantillonnage sont adéquates. Il est souhaitable de recourir à un échantillonnage aléatoire à valeur statistique ou à des procédures d'échantillonnage validées. Il convient également de noter que toute incidence de l'incertitude analytique ou de l'incertitude d'échantillonnage sur l'estimation de l'écart type du lot peut être ignorée tant que l'écart type correspondant est inférieur à 10 pour cent de l'écart type du lot.

Les procédures de correction de l'écart type du lot en fonction de l'incertitude de mesure analytique et de l'incertitude d'échantillonnage non négligeables sont traitées dans les sections suivantes (voir section 5.2.6).

5.2.2 Analyse générale des biais

L'incertitude de mesure se compose, d'une part, de composantes qui reflètent des effets aléatoires (variant de manière aléatoire avec chaque résultat d'essai) et, d'autre part, de composantes qui reflètent des effets systématiques (demeurant constants d'un résultat d'essai à l'autre).

Un effet systématique est généralement désigné comme biais.

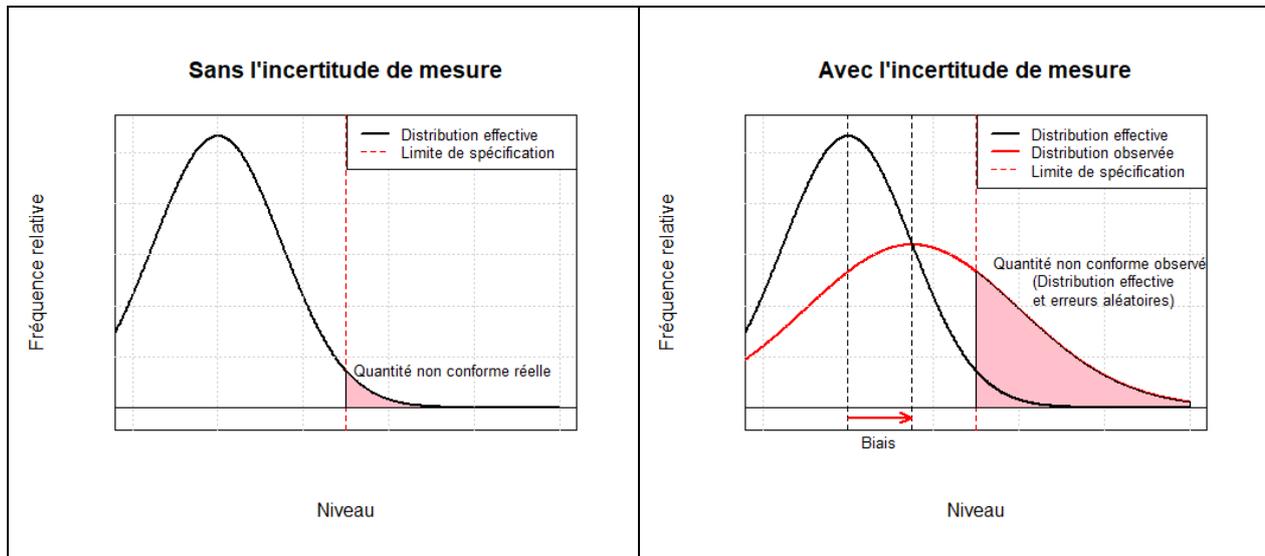
En principe, lorsqu'un biais est constaté, il appelle une correction; et c'est *l'incertitude de la correction du biais* qui est prise en compte dans l'incertitude de mesure.

Dans la pratique, un biais peut avoir une incidence sur des résultats d'essais même après qu'une *correction de biais* a été effectuée. C'est le cas, par exemple, si la correction du biais est adéquate pour une matrice donnée, mais pas pour une autre.

Les sources de biais peuvent être diverses. La méthode analytique elle-même peut présenter un biais. En outre, le biais de la méthode peut varier d'une matrice à l'autre. En ce sens, des effets de matrice (ou «biais de matrice») peuvent être observés. En outre, le biais de la méthode peut varier d'un laboratoire à l'autre. En ce sens, des effets de laboratoire (ou un «biais de laboratoire») peuvent être observés. Enfin, il peut également y avoir un biais d'échantillonnage, c'est-à-dire qu'une procédure d'échantillonnage donnée peut systématiquement sous-estimer la moyenne ou l'écart type du lot.

Il est souvent possible d'obtenir une estimation de l'ampleur d'un biais même en l'absence d'informations sur la «valeur réelle». Par exemple, la composante «interlaboratoires» de la précision de reproductibilité, calculée à partir de données d'une étude collaborative et généralement exprimée sous forme d'écart type, caractérise l'ampleur du biais de laboratoire. De même, il existe des procédures permettant d'estimer le biais du laboratoire à partir des données de contrôle de la qualité ou des résultats des essais d'aptitude, qui peuvent être utilisées pour caractériser l'ampleur du biais du laboratoire.

Le diagramme suivant montre la répartition et le pourcentage de non-conformité d'un lot dans le cas où il n'y a ni effets aléatoires ni biais (appelé plan «sans erreur»), ainsi que la répercussion que les effets aléatoires et les biais peuvent avoir sur la répartition observée et le pourcentage apparent de non-conformité d'un lot. Ce diagramme montre donc l'incidence que les effets aléatoires et les biais peuvent avoir sur la probabilité d'acceptation d'un lot, si ces effets ne sont pas pris en compte de manière adéquate.



5.2.3 Approche descendante de la détermination de l'incertitude de mesure: le modèle ISO 5725-2¹¹

Dans de nombreux cas, une estimation de l'incertitude de mesure analytique est étayée par des données de précision provenant d'une étude de validation de méthode interlaboratoires (étude collaborative), calculées d'après la conception simplifiée des normes ISO 5725-1¹² et ISO 5725-2¹¹. Ce modèle permet de calculer deux composantes de précision:

- une composante représentant les *effets aléatoires* dans des conditions quasi identiques au sein d'un laboratoire donné, appelée composante de répétabilité;
- une composante représentant le *biais du laboratoire*, appelée composante interlaboratoires.

Le modèle statistique sous-jacent n'est pas le modèle le plus général^{xi}, mais de nombreuses études collaboratives sont menées conformément à la norme ISO 5725-2¹¹. C'est pourquoi les sections suivantes reviendront sur les deux composantes du modèle ISO 5725-2.

N.B.: La composante «interlaboratoires» dans ISO 5725-2¹¹ caractérise la plage des biais de laboratoire dans des conditions de répétabilité. La norme ISO 5725-3¹³ englobe d'autres modèles, qui permettent une estimation séparée de la précision de répétabilité, une précision intermédiaire (effets des facteurs) et biais de laboratoire résiduel.

5.2.4 Le critère d'acceptation

Le critère d'acceptation dans un plan aux mesures est de la forme suivante:

$$\bar{x} + k \cdot s \leq USL,$$

où \bar{x} est la valeur moyenne des résultats d'essai obtenus par le contrôle, s est leur écart type et USL désigne la limite de spécification supérieure.

Dans un cas de figure optimal, l'écart type s est une mesure fiable de la caractéristique visée dans le lot. Cependant, dans la pratique, s peut inclure d'autres composantes, comme l'incertitude de mesure analytique.

- La valeur moyenne \bar{x} est calculée à partir des résultats de plusieurs essais. Lorsque l'on prend en compte l'incertitude de mesure dans le critère d'acceptation, il est donc nécessaire d'examiner les conséquences du calcul de la moyenne sur les différentes composantes de l'incertitude de mesure analytique.

En ce qui concerne les deux composantes du modèle ISO 5725-2¹¹ traité ci-dessus:

- l'utilisation de la valeur moyenne des n résultats des essais réduira la composante de répétabilité par un facteur de \sqrt{n} [$\text{sqrt}(n)$];
- cependant, l'utilisation de la valeur moyenne n des résultats des essais n'entraînera aucune réduction de la composante interlaboratoires.

En l'absence de variabilité fondamentale, l'écart type du lot d'un résultat d'essai *unique* obtenu à partir d'un échantillon composite *bien mélangé* issu n d'incrémentes est réduit de $\text{sqrt}(n)$.

^{xi} Pour les approches descendantes courantes, voir les *Directives sur l'incertitude de mesure* (CXG 54-2004).

5.2.5 Biais de laboratoire dans l'échantillonnage pour acceptation

En ce qui concerne l'échantillonnage pour acceptation, il convient de noter ce qui suit:

- Si des informations relatives au biais de laboratoire sont disponibles sous la forme d'un écart type interlaboratoires provenant d'une étude interlaboratoires menée conformément à la norme ISO 5725-2¹¹, les mesures effectuées lors du contrôle des lots doivent être réalisées dans des conditions de répétabilité, en prenant en compte dans le plan d'échantillonnage le biais, représenté par l'écart type interlaboratoires.
- Les effets de matrice (variation du biais entre les matrices dans le champ d'application de la méthode) peuvent influencer diversement sur les résultats des essais dans des laboratoires différents (voir les *Directives sur l'incertitude de mesure* [CXG 54-2004]⁵, sections 10, 12 et 15). Autrement dit, une estimation de la variation interlaboratoires peut être valable pour une matrice donnée, mais pas pour une autre. Une estimation du biais entre différentes matrices peut être obtenue au moyen d'une expérience menée en interne. Si une telle estimation est disponible, elle doit être prise en compte dans le plan d'échantillonnage.

Si une estimation de l'écart type interlaboratoires est disponible, il est important d'examiner si elle constitue une caractérisation fiable de la variation du biais de laboratoire, c'est-à-dire que l'estimation a été obtenue à partir de données provenant d'un nombre suffisamment important de laboratoires (voir les *Directives sur l'incertitude de mesure* [CXG 54-2004]⁵, sections 16, 17 et 18).

5.2.6 Variation interne aux pièces

Dans le cas de lots composés d'éléments distincts, une source d'incertitude mérite une attention particulière: **la variation interne aux pièces**. En règle générale, une valeur de mesure est obtenue par pièce ou article, et l'écart type du lot est calculé à partir de ces valeurs propres aux pièces. Chaque valeur de mesure est censée représenter la concentration moyenne de la pièce en question. Cependant, l'écart type du lot calculé de cette manière peut être gonflé par la variation interne aux pièces. Deux cas sont à considérer.

Premier cas – Sous-échantillonnage préalable à l'arrivée de l'échantillon au laboratoire

Dans ce cas de figure, il y a une étape de sous-échantillonnage entre la sélection de la pièce et l'arrivée de l'échantillon de laboratoire au laboratoire, et cette étape de sous-échantillonnage entraîne des écarts non négligeables entre échantillons de laboratoire d'une seule et même pièce (si plusieurs échantillons de laboratoire ont été prélevés sur la même pièce). Il est à noter que, dans ce cas, l'écart type du lot sera gonflé par une composante d'incertitude de mesure inhérente à l'échantillonnage (au lieu de l'analyse). La correction de ce type de surestimation de l'écart type du lot pose des problèmes pratiques et n'est ordinairement pas envisagée. Ce cas n'est mentionné ici que dans un souci d'exhaustivité.

Deuxième cas – Sous-échantillonnage dans le laboratoire

Dans ce cas de figure, le sous-échantillonnage au sein du laboratoire entraîne des écarts non négligeables entre les éprouvettes prélevées sur le même échantillon de laboratoire (pièce/article). D'un point de vue théorique, cette composante relève de l'incertitude analytique plutôt que de l'incertitude de mesure de l'échantillonnage. Il est possible d'en obtenir une estimation grâce à un plan expérimental «en double», dans lequel deux éprouvettes par échantillon de laboratoire (pièces) sont analysées. Si une étude de validation est menée sur la base d'un matériau de référence certifié, il peut s'avérer impossible d'obtenir une estimation de cette composante. En outre, selon le contexte, cette composante peut ou non être considérée comme faisant partie de la précision d'une méthode donnée. Par conséquent, dans certains cas, une estimation de cette composante peut ne pas être disponible du tout, ou n'être disponible que par le biais d'études menées pour déterminer l'incertitude de l'échantillonnage au lieu de l'incertitude analytique.

5.2.7 Absence de biais de laboratoire

Afin de garantir des estimations non biaisées, l'estimation de l'écart type du lot doit être corrigée pour tenir compte de toute incertitude de mesure indésirable et des composantes du sous-échantillonnage (comme décrit dans le deuxième cas de la section précédente). En l'absence de biais de laboratoire, il est possible d'y parvenir par une procédure relativement simple.

Si l'on peut supposer que:

- le biais est négligeable;
- la caractéristique suit une répartition normale dans le lot contrôlé;
- les effets de répétabilité suivent une répartition normale;

l'approche suivante peut être appliquée.

L'écart type s est ajusté en «retranchant» l'écart type représentant la composante répétabilité de l'incertitude de mesure u :

$s_{adj}^2 = s^2 - u^2$. L'écart type ajusté est alors utilisé dans le critère d'acceptation:

$\bar{x} + ks_{adj} \leq USL$. Si l'incertitude de mesure est supérieure à s , l'écart type ajusté est fixé à zéro.

Si il n'y a pas de variation de sous-échantillonnage, la procédure décrite ci-dessus est adéquate.

Si l'écart type du lot est gonflé par une composante de sous-échantillonnage et que u reflète cette composante, la procédure décrite ci-dessus est adéquate.

Si l'écart type du lot est gonflé par une composante de sous-échantillonnage (comme décrit dans le deuxième cas de la section précédente), et si u ne reflète pas cette composante, une autre approche peut être utilisée pour ajuster l'écart type du lot à la fois pour la variation de répétabilité et la variation entre sous-échantillons. En particulier, si chaque pièce est testée en double, un ajustement de l'incertitude de mesure peut être effectué à la fois pour la variation entre sous-échantillons et pour la variation de répétabilité. En pareil cas, l'écart type observé s , calculé à partir de toutes les données, est ajusté en retranchant la quantité $\frac{1}{2}u^2$ où u est l'écart type des différences entre les résultats de chaque paire d'échantillons doublés:

$$s_{adj}^2 = s^2 - \frac{1}{2}u^2.$$

5.2.8 Présence de biais de laboratoire

Nous considérons le cas où une estimation de la variation interlaboratoires est disponible, par exemple à partir d'une étude de validation précédemment menée conformément à la norme ISO 5725¹².

Cette estimation est considérée comme une mesure du biais de laboratoire et est prise en compte dans le plan d'échantillonnage.

Si le biais de laboratoire est relativement faible, il est possible d'en tenir compte en utilisant les techniques décrites dans l'annexe B de la norme ISO 3951-6⁸. On suppose que les effets de la répétabilité et du biais de laboratoire, ainsi que la caractéristique, sont normalement répartis. Bien que le critère d'acceptation soit de la même forme que dans les plans aux mesures «sans erreur», il peut arriver qu'il ne soit pas possible de trouver un plan d'échantillonnage (le nombre d'échantillons n et la constante d'acceptabilité k) qui permette de maîtriser les risques du producteur et du consommateur de la manière voulue.

Si le biais du laboratoire (c'est-à-dire l'estimation de la variation interlaboratoires) est trop important pour appliquer la procédure de la norme ISO 3951-6⁸, une limite de spécification ajustée USL_{adj} doit être calculée comme suit $USL_{adj} = USL - q \cdot s_L$,

où s_L désigne l'estimation de la variation interlaboratoires (exprimée en écart type) et q désigne le quantile approprié. Si une estimation de la variation du biais sur l'ensemble des matrices s_{matrix} est disponible, la limite de spécification ajustée doit être calculée comme suit:

$$USL_{adj} = USL - q \cdot \sqrt{s_L^2 + s_{matrix}^2}.$$

5.2.9 Non-conformité fractionnaire

Lorsque la caractéristique ne suit pas une répartition normale (voir section 3.2.5), des plans basés sur la non-conformité fractionnaire (FNC) peuvent être utilisés pour prendre en compte l'incertitude de mesure analytique.

La non-conformité fractionnaire (FNC) d'un échantillon peut être conçue comme la probabilité que la valeur vraie de l'échantillon dépasse la limite de spécification, afin de prendre en compte la présence de toute incertitude de mesure.

Un plan d'échantillonnage reposant sur le principe d'ajustement de la non-conformité fractionnaire (FNC) se définit par deux valeurs: n , le nombre d'échantillons à prélever et A_c , la limite maximale d'acceptation pour l'acceptation du lot. Ces deux valeurs sont déterminées de la même manière que dans les autres types de plan, en considérant les risques admissibles à PRQ et CRQ. Des informations supplémentaires sur le rapport entre l'incertitude de mesure et l'écart type du lot sont également nécessaires pour l'élaboration de ces modèles de plans.

Un lot est accepté lorsque la somme des valeurs FNC des échantillons individuels ne dépasse pas la limite maximale d'acceptation.

$$\sum_{i=1}^n FNC_i \leq Ac$$

où FNC_i est la valeur FNC pour le i^{e} échantillon ($i = 1 \dots n$).

Le recours à l'ajustement FNC est préférable aux approches dans lesquelles les échantillons sont classés comme conformes ou non conformes par rapport à une limite de spécification ou selon le principe «au-delà de tout doute raisonnable», en tenant compte de l'incertitude de mesure. Ces approches sont moins économiques en termes de nombre d'échantillons et pourraient ne pas offrir une maîtrise optimale des risques du producteur et du consommateur et nécessitent d'être évaluées.

6 Autres questions relatives à l'échantillonnage

6.1 ÉCHANTILLONNAGE PHYSIQUE

La théorie de l'échantillonnage (voir section 4.4.2) s'appuie sur des procédures qui représentent la pratique optimale et exempte de biais d'échantillonnage physique d'un lot. Ces procédures d'échantillonnage doivent être respectées pour chaque échantillon individuel prélevé sur un lot, et pour tout mélange et sous-échantillonnage ultérieurs, etc., en retenant que, généralement, plus d'un échantillon unique est requis dans les plans d'échantillonnage pour acceptation. On se reportera aux normes ISO et à d'autres normes de matériaux spécifiques pour connaître les modalités de procédures d'échantillonnage applicables à différents produits. Le respect de procédures d'échantillonnage spécifiques peut être une exigence législative ou réglementaire dans certaines juridictions pour certains produits.

6.1.1 L'échantillonnage aléatoire

Pour les lots composés de pièces distinctes, l'échantillonnage aléatoire signifie que la probabilité de sélectionner une pièce dans l'échantillon est égale pour toutes les pièces. L'hypothèse d'un échantillonnage aléatoire permet de calculer la courbe d'efficacité; tout écart par rapport à l'échantillonnage aléatoire peut avoir pour effet que le plan ne maîtrise pas les risques des producteurs ou des consommateurs comme on l'aurait voulu. Dans de nombreux cas, un échantillonnage systématique, opéré en prélevant des échantillons dans un lot à intervalles réguliers, suffira comme substitut à un échantillonnage aléatoire véritable.

Il est courant que les lots soient «stratifiés», les pièces individuelles pouvant (par exemple) être emballées dans des cartons, il peut y avoir plusieurs (mais le même nombre) de ces petits cartons emballés dans un carton plus grand, et plusieurs (mais le même nombre) des plus grands cartons empilés sur une palette. La sélection de pièces d'un échantillon aléatoire de taille n s'opère comme suit:

- sélectionner n palettes dans un nombre de palettes dans le lot (la même palette pouvant être sélectionnée plus d'une fois);
- sélectionner de manière aléatoire un grand carton parmi ceux qui se trouvent de chaque côté de la palette sélectionnée;
- sélectionner un petit carton à l'intérieur de chacun des grands cartons qui ont été sélectionnés;
- enfin, sélectionner une pièce individuelle dans chacun de ces petits cartons – celles-ci constitueront l'échantillon qui sera testé et examiné.

S'agissant des matériaux en vrac, il est plus difficile de prélever un échantillon aléatoire. De nombreux lots de matériaux en vrac peuvent être considérés comme un ensemble de segments; on utilise l'échantillonnage aléatoire stratifié dans lequel, dans le cas le plus simple, des segments sont sélectionnés aléatoirement dans le nombre total des segments, puis à l'intérieur de chaque segment qui a été choisi, on effectue un prélèvement aléatoire d'incrémentes.

Cet opération est traitée plus en détail à la section 4.4.

En principe, aucun échantillonnage aléatoire n'est nécessaire pour les fluides ou les produits en vrac intégralement mélangés; cependant, l'échantillonnage aléatoire peut toujours être utilisé par mesure de précaution contre l'hétérogénéité ou pour des raisons de procédure.

6.1.2 Échantillonnage de convenance

L'échantillonnage de convenance est souvent désigné comme échantillonnage pragmatique. Il s'agit de prélever des échantillons – parfois un seul échantillon – d'une partie d'une population commode à échantillonner et qui est souvent utilisée en raison de la modicité du coût. C'est une forme d'échantillonnage spécial parfois utilisé dans les essais pilotes.

L'échantillonnage de convenance comporte généralement plus d'inconvénients que d'avantages. Il y a une possibilité d'erreur d'échantillonnage et de manque de représentation adéquate de la population, et en outre,

l'utilisation de l'échantillonnage de convenance peut conduire à des différends car il s'agit d'une procédure qui n'est ni équitable ni valable.

6.2 LOTS HETEROGENES

Alors que la section 3.2.4 traite des *conditions auxquelles* un lot peut être considéré comme homogène, la présente section traite de *la manière dont doivent être traités* les cas de lots hétérogènes composés de pièces distinctes. Pour plus d'informations sur l'échantillonnage des lots hétérogènes composés de matériaux en vrac, consulter la section 4.4.

La plupart des plans d'échantillonnage reposent sur l'hypothèse que les lots sont homogènes. Le recours à ces plans en présence d'une hétérogénéité des lots augmentera généralement les risques pour les producteurs et les consommateurs, jusqu'à compromettre la protection des consommateurs.

Une hétérogénéité des lots peut apparaître du fait que les lots soumis à contrôle diffèrent des lots de la fabrication. Une approche peut consister à scinder le lot hétérogène objet du contrôle en sous-lots correspondant à des lots de production ou d'autres procédés de fabrication normalisés. Chacun des sous-lots pourra alors être suffisamment homogène pour être contrôlé en ayant recours à des plans d'échantillonnage normalisés par attributs ou mesures, en contrôlant chaque sous-lot avec le même plan qui aurait été utilisé pour l'ensemble du lot, si celui-ci avait été homogène. Cependant, les lots ne doivent pas être subdivisés en sous-lots en fonction de résultats obtenus lors d'essais antérieurs.

ANNEXE I**GUIDE DE SÉLECTION ET DE CONCEPTION DES PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE****1 Introduction**

Les concepts et critères des plans d'échantillonnage exposés dans les présentes directives sont applicables aux dispositions des normes du Codex. La présente annexe fournit des indications sur la conception de ces plans d'échantillonnage.

Elle a été structurée de manière à permettre aux utilisateurs de suivre le processus d'élaboration d'un plan d'échantillonnage à partir des principes de base dans le but de pouvoir dégager rapidement les options de plans d'échantillonnage correspondant à une situation particulière dans laquelle l'échantillonnage doit être effectué.

Les liens fournis permettent aux utilisateurs d'accéder rapidement à de plus amples informations sur des options d'échantillonnage particulières dans le document principal.

1.1 POINT DE DÉPART

Les exemples suivants sont fournis pour faciliter la conception des plans d'échantillonnage et ne doivent pas être interprétés comme des recommandations.

Exemple: Options relatives aux plans d'échantillonnage par attributs

Dans ce qui suit, le risque du producteur (PR) est de 5 pour cent, et le risque du consommateur (CR) de 10 pour cent. Ces valeurs sont couramment utilisées.

Dans les plans d'échantillonnage par attributs avec qualité du risque du producteur (PRQ), un niveau de qualité du lot de 6,5 pour cent peut s'appliquer à des défauts de produits, comme des taches et autres défauts visuels sur des fruits frais.

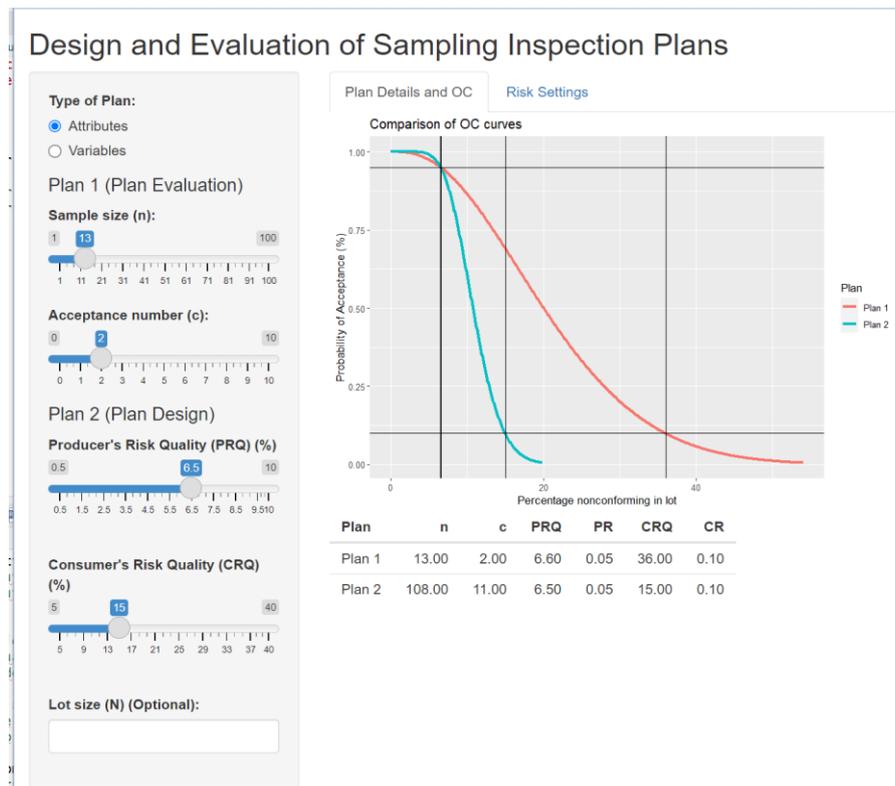
Une PRQ de 6,5 pour cent signifie que les lots présentant 6,5 pour cent de pièces non conformes seront acceptés 95 fois sur 100, tandis que, par exemple, une qualité du risque du consommateur (CRQ) de 20 pour cent signifie que les lots contenant 20 pour cent de pièces non conformes seront rejetés 90 fois sur cent.

Le tableau suivant présente des options de plans d'échantillonnage pour différents niveaux de qualité CR.

Tableau : Options de plan d'échantillonnage pour PRQ = 6,5 pour cent.

CRQ	PRQ	n	c
20 %	6,5 %	51	6
25 %	6,5 %	30	4
30 %	6,5 %	21	3
36 %	6,5 %	13	2

Les courbes d'efficacité de deux de ces plans sont présentées ci-dessous; elles montrent la probabilité d'acceptation d'un lot avec ces plans à tous niveaux de qualité. Le choix d'un plan d'échantillonnage dépendra de la probabilité d'acceptation dans le spectre complet des niveaux de qualité.



Design and Evaluation of Sampling Inspection Plans	Conception et évaluation des plans de contrôle par échantillonnage
Type of plan - Attributes - Variables	Type de plan – Aux attributs – Aux mesures
Plan 1 (Plan Evaluation)	Plan 1 (plan d'évaluation)
Sample size (n)	Taille de l'échantillon (n)
Acceptance number	Critère d'acceptation
Plan 2 (Plan Design)	Plan 2 (modèle du plan)
Producer's Risk Quality (PRQ)	Qualité du risque du producteur (PRQ)
Consumer's Risk Quality (CRQ)	Qualité du risque du consommateur (CRQ)
Lot size (N) (Optional)	Taille de l'échantillon (N) (optionnelle)
Plan details and OC - Risk settings	Détail du plan et OC – Paramètres de risque
Comparison of OC curves	Comparaison des courbes d'efficacité
Probability of acceptance	Probabilité d'acceptation
Percentage nonconforming in Lot	Pourcentage de non-conformité dans le lot

Exemple: Options pour des plans d'échantillonnage aux mesures

La disposition relative à une caractéristique de composition pour un produit spécifique que son taux de présence ne doit pas dépasser une limite maximale. Dans cet exemple, on suppose que l'incertitude de mesure est négligeable et que l'écart type du lot est connu.

Le tableau suivant présente des options de plans d'échantillonnage aux mesures avec un PRQ de 3,5 pour cent et pour différents niveaux de qualité CR.

Tableau: Options de plan d'échantillonnage pour PRQ = 3,5 pour cent.

CRQ	PRQ	n	k
10 %	3,5 %	31	1,52
15 %	3,5 %	16	1,39
20 %	3,5 %	10	1,29
25 %	3,5 %	7	1,19
30 %	3,5 %	6	1,14
35 %	3,5 %	5	1,08

Les courbes d'efficacité de deux de ces plans sont présentées ci-dessous; elles montrent la probabilité d'acceptation d'un lot avec ces plans à tous niveaux de qualité. Le choix d'un plan d'échantillonnage dépendra

de la probabilité d'acceptation dans le spectre complet des niveaux de qualité. Il sera aussi fonction de la nature connue ou inconnue de l'écart type du lot.

Design and Evaluation of Sampling Inspection Plans

Type of Plan:
 Attributes
 Variables

Standard Deviation Type
 Known
 Unknown

Plan 1 (Plan Evaluation)

Sample size (n):

 1 11 21 31 41 51 61 71 81 91 100

k-constant (k):

 1 1.2 1.4 1.6 1.8 2 2.2 2.4 2.6 2.8 3

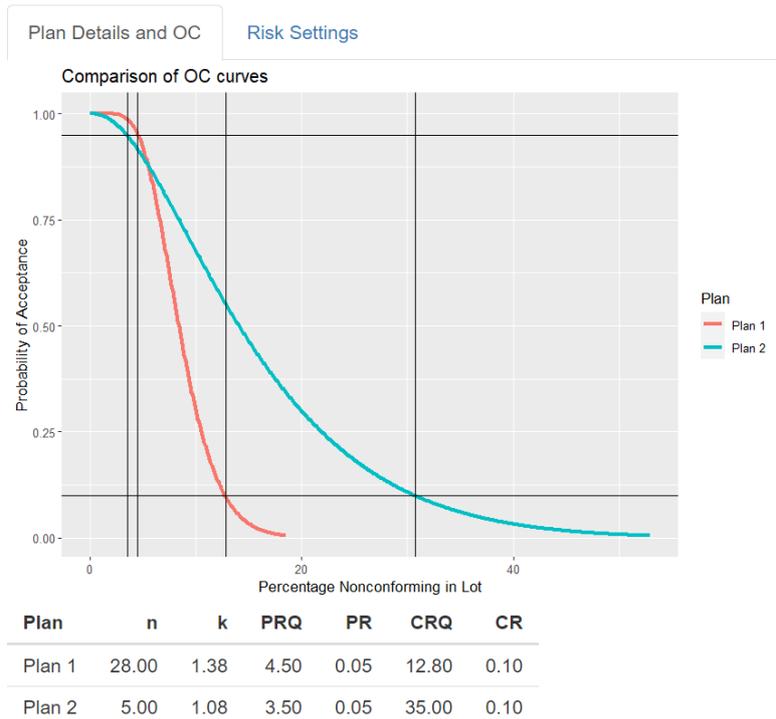
Plan 2 (Plan Design)

Producer's Risk Quality (PRQ) (%)

 0.5 1.5 2.5 3.5 4.5 5.5 6.5 7.5 8.5 9.5 10

Consumer's Risk Quality (CRQ) (%)

 5 9 13 17 21 25 29 33 37 40



Design and Evaluation of Sampling Inspection Plans	Conception et évaluation des plans de contrôle par échantillonnage
Type of plan - Attributes - Variables	Type de plan – Aux attributs – Aux mesures
Standard Deviation Type - Known - Unknown	Type de l'écart type – Connu – Inconnu
Plan 1 (Plan Evaluation)	Plan 1 (plan d'évaluation)
Sample size (n)	Taille de l'échantillon (n)
k-constant (k)	constante-k (k)
Plan 2 (Plan Design)	Plan 2 (modèle du plan)
Producer's Risk Quality (PRQ)	Qualité du risque du producteur (PRQ)
Consumer's Risk Quality (CRQ)	Qualité du risque du consommateur (CRQ)
Plan details and OC - Risk settings	Détail du plan et OC – Paramètres de risque
Comparison of OC curves	Comparaison des courbes d'efficacité
Probability of acceptance	Probabilité d'acceptation
Percentage nonconforming in Lot	Pourcentage de non-conformité dans le lot

1.2 SÉLECTION DES OPTIONS DES PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE

A. Détermination des options des plans d'échantillonnage

Étape 1. Type de données

Les résultats des essais sont-ils exprimés en termes de réussite/échec (ou équivalent) ou s'agit-il de mesures?

Réussite/échec, ou équivalents (attributs) Aller à l'étape 2

Mesures (variables) Aller à l'étape 3

[Aide sur les données d'attributs](#)

[Aide sur les données de mesure](#)

Étape 2. Données d'attributs

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

Négligeable	\\	PR et CR	
	CXG 50 4.2.3	CR seulement	ISO2859-2
	CXG 50 Appendice II	PR seulement	ISO2859-1
Non négligeable			
	CXG 50 5.1.1	Erreurs de contrôle connues	

[Aide sur la conception de plans par attributs](#)

Étape 3. Données de mesures

La disposition concerne-t-elle la conformité de la répartition ou le niveau moyen de la caractéristique?

Étape 3.a. Plans d'évaluation de la conformité de la répartition

La caractéristique est-elle normalement répartie, est-elle une caractéristique de composition ou affecte-t-elle à une autre répartition?

Normalement répartie	Aller à l'étape 4
Proportion de composition	Aller à l'étape 6
Une autre répartition	Aller à l'étape 7

[Aide à la conception de plans aux mesures](#)

Étape 3.b. Plans pour le niveau moyen

Plans pour le niveau moyen	Aller à l'étape 8
----------------------------	-------------------

[Aide sur la disposition](#)

[Aide sur le niveau moyen](#)

Étape 4. Plans aux mesures, caractéristiques à la répartition normale

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

Négligeable	CXG 50 4.3.3	PR et CR	
	CXG 50 4.3.4	CR seulement	ISO3951-6
	CXG 50 Appendice 2	PR seulement	ISO3951-1
Non négligeable	Aller à l'étape 5		

Étape 5. Plans aux mesures, caractéristiques de répartition normale, incertitude de mesure non négligeable

L'incertitude de mesure est-elle de répartition normale ou présente-t-elle une autre répartition?

Répartition normale	CXG 50 5.2.7	PR et CR	
	CXG 50 5.2.5	CR seulement	ISO3951-6
Une autre répartition	CXG 50 5.2.8	PR et CR	

Étape 6. Proportions de composition

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

Négligeable [CXG 50 4.4.10](#) PR et CR

Non négligeable Aller à l'étape 5

Étape 7. La caractéristique ne présente pas une répartition normale et n'est pas non plus une proportion dans la composition

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

Négligeable [CXG 50 4.2.7](#) PR et CR

Non négligeable [CXG 50 5.2.8](#) PR et CR

Étape 8. La disposition est exprimée en termes de niveau moyen dans un lot

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

Négligeable [CXG 50 4.4.8](#) PR et CR

Non négligeable

(pas d'information communiquée)

**B. Spécifiez la rigueur du plan d'échantillonnage
(plans d'établissement de la conformité à des niveaux minimaux ou maximaux)**

Niveau de qualité du risque du consommateur (CRQ)

Quel pourcentage de non-conformité (niveau de qualité?) autoriseriez-vous dans des lots que vous rejetteriez la plupart du temps?

6,5 %

Risque du consommateur (CR)

Quel risque pour le consommateur êtes-vous prêt à autoriser, c'est-à-dire à quelle fréquence voudriez-vous accepter des lots contenant 6,5 pour cent de non-conformité?

10 %

Si la caractéristique est un sujet de préoccupation «sérieux» pour la sécurité alimentaire (ou autre):

- il pourrait ne pas être approprié de vouloir endiguer explicitement les risques du producteur;

- utiliser des plans ISO (ou d'autres) qui endiguent uniquement le risque du consommateur.

Si la caractéristique n'est pas une préoccupation «sérieuse» en matière de sécurité alimentaire ou autre, il convient d'endiguer également le risque du producteur.

Niveau de qualité du risque du producteur (PRQ)

Quel pourcentage de non-conformité (niveau de qualité?) ne devrait pas être dépassé dans des lots que vous souhaiteriez <u>accepter</u> la plupart du temps?	5 %
--	-----

Risque du producteur (PR)

Quel risque pour le producteur êtes-vous prêt à autoriser, c'est-à-dire à quelle fréquence voudriez-vous rejeter des lots contenant 5 pour cent de non-conformité?	5 %
--	-----

C. Évaluez le plan pour déterminer ses paramètres et calculez la courbe d'efficacité

Déterminez le nombre d'échantillons et le critère d'acceptation (plans par attributs) ou la constante d'acceptabilité (plans aux mesures)

Matériaux auxiliaires

Contexte	Terme	Explication
Nature de la disposition	Disposition	Une disposition est une exigence visant un produit, que celui-ci doit respecter pour être conforme à la norme.
Nature de la disposition	Répartition globale	Les limites de spécification peuvent être exprimées comme limite minimale ou maximale (ou les deux) et appliquées soit à la répartition globale de la caractéristique dans le lot, par exemple le pourcentage du niveau de qualité non conforme, soit au niveau moyen.
Nature de la disposition	Niveau moyen	Dans certains cas, comme le poids net des emballages, une limite est fixée au niveau moyen, avec pour intention que le niveau moyen dans le lot ne soit pas inférieur à la limite. Au sein du Codex, bien qu'il s'agisse d'un exemple de plans d'échantillonnage pour les matières en vrac, les plans pour les aflatoxines reposent eux aussi sur la conformité du niveau moyen, afin de garantir qu'il n'y a qu'une faible probabilité que le niveau moyen d'un lot dépasse la limite maximale. On suppose généralement que la caractéristique de qualité est normalement répartie; la pertinence de la répartition est de moindre importance lorsque l'évaluation porte sur la conformité du niveau moyen. On suppose également qu'il y a une limite de spécification unique, soit une limite de spécification inférieure, L ou une limite de spécification supérieure, U .

Types de données	Attributs	Données pour lesquelles les résultats des essais ont des résultats nominaux ou sont mesurés sur une échelle, en particulier les résultats binaires tels que réussite ou échec, et les mesures classées comme résultats binaires.
Types de données	Mesures (variables)	Dans le contrôle par mesures, les résultats des mesures effectuées sur chaque échantillon sont un nombre, généralement un nombre décimal. Cela les distingue des données d'attributs qui donnent lieu à l'obtention de résultats (réussite/échec) ou d'un grade sur une échelle (parfois graduée numériquement, par exemple 1 à 5).
Type de plan d'échantillonnage	Plans par attributs	Le contrôle par attributs consiste à examiner une pièce ou les caractéristiques d'une pièce et à classer celle-ci comme «conforme» ou «non conforme». L'action à effectuer est décidée en établissant le nombre de pièces non conformes ou le nombre de non-conformités trouvées dans un échantillon aléatoire. Un contrôle recourant à un plan d'échantillonnage par attributs spécifie le nombre d'échantillons (n) et le nombre maximal de pièces non conformes, appelé constante d'acceptation (c), pour le lot à accepter. Les valeurs n et c sont établies à partir des niveaux spécifiés de risque admissible.
Type de plan d'échantillonnage	Plan aux mesures	Le contrôle par plans aux mesures utilise des moyennes et des écarts types calculés à partir des mesures (données de mesures) pour statuer sur l'acceptation d'un lot. Ces plans sont spécifiés par le nombre d'échantillons à prélever (n) et une constante d'acceptabilité (k).
Incertitude de mesure		Un paramètre, associé au résultat d'une mesure, qui caractérise la dispersion des valeurs qui pourraient raisonnablement être attribuées au mesurande (soit la quantité destinée à être mesurée). La mesure peut comprendre des composantes aléatoires et systématiques.
Écart type du lot		Paramètre, généralement exprimé sous la forme d'un écart type, représentant la variation d'une caractéristique au sein d'un lot.
Incertitude de mesure négligeable		Situation dans laquelle l'incertitude de mesure est faible par rapport à l'écart type du lot et qu'il n'est pas nécessaire de prendre en compte dans la conception d'un plan d'échantillonnage. D'ordinaire, l'incertitude de mesure est considérée comme négligeable si l'écart type représentant l'incertitude de mesure est inférieur à 10 pour cent de l'écart type du lot.
Incertitude de mesure non négligeable		Désigne les cas où l'incertitude de mesure est NON négligeable.
Écart type		L'écart type est une mesure de la quantité de variation ou de dispersion dans un ensemble de valeurs.
Écart type connu (vrai)		Écart type théorique qui serait trouvé, par exemple, si chaque pièce d'un lot était mesurée. Dans la pratique, les écarts types peuvent être considérés comme connus s'ils sont calculés à l'aide d'un nombre raisonnablement élevé de résultats d'essais, généralement 100 à 200. Pour qu'un écart type représentant la variation à plus long terme d'un procédé soit considéré comme connu, le procédé doit être stable (cohérent) dans le temps.

Écart type estimatif (échantillon)		Un écart type calculé à partir d'une quantité de données inférieure à celle qui est requise pour que l'écart type soit considéré comme connu.
Répartition normale		Distribution statistique couramment utilisée dans de nombreuses branches de la statistique pour exprimer la variation d'une méthode de mesure dans certaines conditions ou d'une caractéristique au sein d'un lot. Une répartition normale est donnée par sa moyenne (c'est-à-dire son niveau moyen) et son écart type et elle suit une courbe caractéristique en forme de cloche.
Proportion de composition		Caractéristique dont la concentration dans un lot peut être exprimée sous la forme d'une «fraction massique», nombre prenant des valeurs comprises entre 0 et 1. Au sens strict, les proportions de composition sont sans dimension et n'ont pas d'unités de mesure qui leur soient propres; il est cependant courant de les exprimer en utilisant des unités telles que des pourcentages, des parties par million (ppm), etc.
Risque du producteur	PR	En termes généraux, le risque du producteur est le risque qu'un lot de bonne qualité soit rejeté. Plus précisément, dans la conception des plans d'échantillonnage pour acceptation, le risque du producteur est la probabilité de rejeter un lot dont le niveau de qualité est égal au niveau de qualité du risque du producteur (PRQ).
Niveau de qualité du risque du producteur	PRQ	Niveau de qualité (pourcentage de non-conformité dans le lot) auquel la probabilité de rejeter le lot est égale au risque du producteur (PR) spécifié.
Risque du consommateur	CR	Le risque du consommateur (CR) est le risque qu'un lot de mauvaise qualité soit accepté. Plus précisément, dans la conception des plans d'échantillonnage pour acceptation, le risque du consommateur est la probabilité d'accepter un lot dont le niveau de qualité est égal au niveau de qualité du risque du consommateur (CRQ).
Niveau de qualité du risque du consommateur	CRQ	Niveau de qualité (pourcentage de non-conformité dans le lot) auquel la probabilité d'accepter le lot est égale au risque du consommateur (CR) spécifié.

ANNEXE II**PLANS DE CONTRÔLE ISO INDEXÉS D'APRÈS LE RISQUE DU PRODUCTEUR****1 Plans de contrôle ISO indexés d'après le risque du producteur – Introduction / Contexte**

Comme indiqué dans les sections 4.2.3 et 4.3.4, les plans d'échantillonnage inclus dans les normes ISO 2859⁶ et ISO 3951⁷ diffèrent des plans traités ailleurs dans les présentes directives, car ils ont été conçus pour gérer explicitement soit le risque du producteur, soit le risque du consommateur, mais pas les deux, et utilisent une valeur relative à la taille du lot pour déterminer la taille d'échantillon requise.

1.1 TAILLE DU LOT OU TAILLE DE L'ÉCHANTILLON

Statistiquement, la taille du lot elle-même n'a pas un rôle important dans la détermination de la protection des consommateurs et des producteurs, tandis que les changements dans la taille de l'échantillon ont une incidence sur la protection offerte par un plan quel qu'il soit.

Toutefois, un rapport entre la taille du lot et celle de l'échantillon a été intégré aux modèles de plans d'échantillonnage figurant dans les normes ISO. Ce rapport est arbitraire, bien qu'il ait pour effet général d'atténuer les risques de prendre des décisions incorrectes pour des lots plus grands, cas de figure où les coûts induits par des décisions incorrectes seront plus importants. Ce rapport a pour corolaire que les normes ISO ne s'appliquent qu'aux lots constitués de pièces ou articles distincts.

L'utilisation d'un rapport entre la taille des échantillons et celle du lot a conduit l'ISO à énoncer que les plans d'échantillonnage indexés d'après la qualité du risque du producteur (PRQ), maîtrisant explicitement le risque du producteur, sont destinés au contrôle d'une suite continue de lots, et que les plans indexés d'après la qualité du risque du consommateur (CRQ), maîtrisant explicitement le risque du consommateur, se prêtent au contrôle de lots pris isolément. Cependant, cette distinction n'est plus pertinente si les deux types de risques sont pris en compte dans le modèle des plans d'échantillonnage.

1.2 SCHÉMAS D'ÉCHANTILLONNAGE

Les normes ISO présentent des schémas d'échantillonnage, des ensembles de plans d'échantillonnage avec différents niveaux de contrôle pour garantir une maîtrise efficace de la qualité. Les schémas d'échantillonnage contiennent également des règles de permutation pour passer d'un niveau de contrôle à l'autre en fonction de l'historique récent de la qualité. D'ordinaire, et dans les normes ISO, la permutation se produit entre des plans de contrôle normaux, renforcés et réduits dans chaque schéma d'échantillonnage:

- un contrôle normal a lieu lorsque le procédé est considéré comme fonctionnant au niveau PRQ ou légèrement mieux que celui-ci;
- dans un contrôle renforcé, on utilise des règles de décision plus rigoureuses que celles du contrôle normal. L'intérêt principal du recours au contrôle renforcé est d'exercer une pression sur le producteur lorsque la qualité est inférieure à la PRQ, en introduisant un taux de rejet plus élevé;
- le contrôle réduit permet d'utiliser des échantillons plus petits que ceux que l'on utilise dans le contrôle normal. Lorsque le niveau de la qualité soumise est suffisamment bon, un contrôle réduit offre une économie d'échantillonnage.

Les schémas d'échantillonnage offrent une assurance plus complète que l'utilisation des plans d'échantillonnage individuels. Toutefois, les règles de permutation sont jugées trop complexes pour être appliquées dans le commerce international et du point de vue du consommateur en général, bien qu'il soit possible de concevoir un plan d'échantillonnage qui maîtrise les risques du producteur et du consommateur aux mêmes niveaux qu'un schéma d'échantillonnage global.

1.3 TABLEAU: CONTRÔLE PAR PLANS AUX ATTRIBUTS SELON LA NORME ISO 2859-1⁷

Taille du lot	NQA	Niveau de contrôle					
		réduit		normal		renforcé	
(Nombre de paquets, chacun contenant au moins 1 unité)		<i>n</i>	<i>c</i>	<i>n</i>	<i>c</i>	<i>n</i>	<i>c</i>
2 à 8	0,65 %	8	0	8	0	8	0
	2,50 %	2	0	5	0	8	0
	6,50 %	2	0	2	0	3	0
9 à 15	0,65 %	8	0	15	0	15	0
	2,50 %	2	0	5	0	8	0

Taille du lot	NQA	Niveau de contrôle					
		réduit		normal		renforcé	
	6,50 %	2	0	2	0	3	0
16 à 25	0,65 %	8	0	20	0	25	0
	2,50 %	2	0	5	0	8	0
	6,50 %	5	1	8	1	13	1
26 à 50	0,65 %	8	0	20	0	32	0
	2,50 %	2	0	5	0	8	0
	6,50 %	5	1	8	1	13	1
51 à 90	0,65 %	8	0	20	0	32	0
	2,50 %	13	1	20	1	32	1
	6,50 %	5	1	13	2	13	1
91 à 150	0,65 %	8	0	20	0	32	0
	2,50 %	13	1	20	1	32	1
	6,50 %	8	2	20	3	20	2
151 à 280	0,65 %	8	0	20	0	32	0
	2,50 %	13	1	32	2	32	1
	6,50 %	13	3	32	5	32	3
281 à 500	0,65 %	50	1	80	1	125	1
	2,50 %	20	2	50	3	50	2
	6,50 %	20	5	50	7	50	5
501 à 1 200	0,65 %	50	1	80	1	125	1
	2,50 %	32	3	80	5	80	3
	6,50 %	32	6	80	10	80	8
1 201 à 3 200	0,65 %	50	1	125	2	125	1
	2,50 %	50	5	125	7	125	5
	6,50 %	50	8	125	14	125	12
3 201 à 10 000	0,65 %	80	2	200	3	200	2
	2,50 %	80	6	200	10	200	8
	6,50 %	80	10	200	21	200	18
10 001 à 35 000	0,65 %	125	3	315	5	315	3
	2,50 %	125	8	315	14	315	12
	6,50 %	80	10	200	21	200	18
35 001 à 150 000	0,65 %	200	5	500	7	500	5
	2,50 %	200	10	500	21	500	18
	6,50 %	80	10	200	21	200	18
150 001 à 500 000	0,65 %	315	6	800	10	800	8
	2,50 %	200	10	500	21	500	18
	6,50 %	80	10	200	21	200	18
500 001 et au-delà	0,65 %	500	8	1 250	14	1 250	12
	2,50 %	200	10	500	21	500	18
	6,50 %	80	10	200	21	200	18

Si la taille n de l'échantillon égale ou dépasse la taille du lot, procéder à un contrôle à 100 pour cent.

1.4 TABLEAU: CONTRÔLE PAR PLANS AUX MESURES, D'APRÈS ISO 3951-1 (ÉCART TYPE DU LOT INCONNU)

Taille du lot (Nombre de paquets, chacun contenant au moins 1 unité)	NQA	Niveau de contrôle					
		réduit		normal		renforcé	
		<i>n</i>	<i>k</i>	<i>n</i>	<i>k</i>	<i>n</i>	<i>k</i>
2 à 8	0,65 %	6	1,476	8	1,889	8	2,079
	2,50 %	4	0,850	4	1,242	6	1,476
	6,50 %	4	0,586	4	0,735	3	0,950
9 à 15	0,65 %	6	1,476	11	1,889	15	2,079
	2,50 %	4	0,850	4	1,242	6	1,476
	6,50 %	4	0,586	4	0,735	3	0,950
16 à 25	0,65 %	6	1,476	11	1,889	15	2,079
	2,50 %	4	0,850	4	1,242	6	1,476
	6,50 %	4	0,586	6	0,939	6	1,061
26 à 50	0,65 %	6	1,476	11	1,889	15	2,079
	2,50 %	4	0,850	9	1,323	6	1,476
	6,50 %	4	0,586	6	0,887	9	1,218
51 à 90	0,65 %	6	1,476	11	1,889	15	2,079
	2,50 %	6	1,061	13	1,475	13	1,569
	6,50 %	5	0,550	9	0,869	9	1,190
91 à 150	0,65 %	6	1,476	11	1,889	15	2,079
	2,50 %	9	1,218	13	1,426	18	1,682
	6,50 %	7	0,507	14	0,935	14	1,147
151 à 280	0,65 %	11	1,642	22	1,972	15	2,079
	2,50 %	9	1,190	20	1,411	18	1,659
	6,50 %	9	0,628	21	0,945	21	1,227
281 à 500	0,65 %	17	1,769	30	2,079	28	2,153
	2,50 %	14	1,147	30	1,471	27	1,636
	6,50 %	14	0,601	33	1,036	32	1,225
501 à 1 200	0,65 %	23	1,893	31	2,061	38	2,263
	2,50 %	21	1,227	46	1,482	41	1,702
	6,50 %	21	0,830	52	1,120	50	1,245
1 201 à 3 200	0,65 %	24	1,862	48	2,043	40	2,237
	2,50 %	32	1,225	69	1,552	63	1,702
	6,50 %	33	0,954	79	1,195	78	1,281
3 201 à 10 000	0,65 %	37	1,853	71	2,101	61	2,230
	2,50 %	48	1,394	105	1,619	99	1,720
	6,50 %	52	1,120	124	1,239	122	1,325
10 001 à 35 000	0,65 %	54	1,904	108	2,104	89	2,279
	2,50 %	71	1,489	159	1,683	150	1,752
	6,50 %	52	1,120	124	1,239	122	1,325
35 001 à 150 000	0,65 %	84	1,914	159	2,166	137	2,285
	2,50 %	105	1,619	247	1,716	233	1,785
	6,50 %	52	1,120	124	1,239	122	1,325
150 001 à 500 000	0,65 %	117	2,037	239	2,220	214	2,300
	2,50 %	105	1,619	247	1,716	233	1,785

Taille du lot	NQA	Niveau de contrôle					
		réduit		normal		renforcé	
	6,50 %	52	1,120	124	1,239	122	1,325
500 001 et au-delà	0,65 %	169	2,117	348	2,268	323	2,324
	2,50 %	105	1,619	247	1,716	233	1,785
	6,50 %	52	1,120	124	1,239	122	1,325

Si la taille n de l'échantillon égale ou dépasse la taille du lot, procéder à un contrôle à 100 pour cent.

NOTES

¹ FAO et OMS. 2009. *Directives sur la terminologie analytique*. Directive du Codex Alimentarius, n° CXG 72-2009. Commission du Codex Alimentarius. Rome.

² ISO. 1999. *ISO 2859: Règles d'échantillonnage pour les contrôles par attributs – Partie 1: Procédures d'échantillonnage pour les contrôles lot par lot, indexés d'après le niveau de qualité acceptable (NQA)*. Genève. ISO.

³ ISO 2022. *ISO 3951-1: Règles d'échantillonnage pour les contrôles par mesures – Partie 1: Spécification pour les plans d'échantillonnage simples indexés d'après un niveau de qualité acceptable (NQA) pour un contrôle lot par lot pour une caractéristique qualité unique et un NQA unique*. Genève. ISO.

⁴ FAO et OMS. 2004. *Directives sur l'incertitude de mesure*. Directive du Codex Alimentarius, n° CXG 54-2004. Commission du Codex Alimentarius. Rome.

⁵ FAO et OMS. 2013. *Principes concernant l'utilisation des échantillonnages et des essais dans le commerce international des denrées alimentaires*. Directive du Codex Alimentarius, n° CXG 83-2013. Commission du Codex Alimentarius. Rome.

⁶ EURACHEM et CITAC. 2000. *Guide quantifying uncertainty in analytical measurement (2^e édition)*. Secrétariat EURACHEM. BAM. Berlin. www.eurachem.org.

ISO 2020. *ISO 2859-2: Règles d'échantillonnage pour les contrôles par attributs – Partie 2: Plans d'échantillonnage pour les contrôles de lots isolés, indexés d'après la qualité limite (QL)*. Genève. ISO

⁸ ISO. À venir. *ISO/DIS 3951-6: Règles d'échantillonnage pour les contrôles par mesures – Partie 6: Spécification pour les plans d'échantillonnage simples pour les contrôles de lots isolés, indexés d'après la qualité limite (QL)*. Genève. ISO.

⁹ FAO et OMS. 1995. *Norme générale sur les contaminants et les toxines présents dans les produits destinés à la consommation humaine et animale*. Norme n° CXS 193-1995 du Codex Alimentarius. Commission du Codex Alimentarius. Rome.

¹⁰ ISO 2017. *ISO/IEC 17025: Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*. Genève. ISO.

¹¹ ISO. 2019. *ISO 5725-2: Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure – Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée*. Genève. ISO.

¹² ISO. 1994. *ISO 5725-1: Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure – Partie 1: Principes généraux et définitions*. Genève. ISO.

¹³ ISO 1994. *ISO 5725-3: Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure – Partie 3: Mesures intermédiaires de la précision d'une méthode de mesure normalisée*. Genève. ISO.

APPENDICE V**Indications relatives au choix d'une méthode de Type II parmi plusieurs méthodes de Type III**

(À inclure dans le document d'information: Indications détaillées concernant le processus de soumission, d'examen et de confirmation des méthodes à inclure dans la norme CXS 234 – section 3.7 bis)

Introduction

Il n'est pas rare que plusieurs méthodes d'analyse soient proposées pour une seule combinaison produit/disposition. Cependant, l'une d'entre elles seulement pourra être retenue en tant que méthode de référence (méthode de Type II). Les paragraphes suivants donnent des indications permettant de sélectionner des méthodes de Type II parmi plusieurs méthodes de Type III.

Méthodes d'analyse du Codex

Conformément au Manuel de procédure, les méthodes d'analyse du Codex sont avant tout des méthodes internationales destinées à être utilisées pour vérifier l'application des dispositions des normes du Codex. Elles seront utilisées à des fins de référence, lors de l'étalonnage des méthodes utilisées, ou introduites pour les essais de routine et les contrôles.

Objet des méthodes de référence (Type II)

Définition établie dans le Manuel de procédure: «Une méthode du Type II est celle que l'on désigne comme méthode de référence lorsque les méthodes du Type I ne sont pas applicables. On devrait la choisir parmi les méthodes du Type III (telles que définies ci-dessous). On devrait recommander son emploi dans les cas de litige et aux fins d'étalonnage.»

Objet des méthodes de référence (Type III)

Conformément à la description figurant dans le Manuel de procédure, les méthodes de Type III répondent à tous les critères définis par le Comité sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage, aux fins de contrôle, d'inspection ou de réglementation.

Si plusieurs méthodes de Type III sont utilisées pour la même combinaison disposition/produit, elles devraient aboutir à des décisions équivalentes (conformité ou non conformité), même si elles reposent sur des approches différentes.

Considérations relatives au choix d'une méthode de Type II parmi plusieurs méthodes de Type III¹.

- Le champ d'application des méthodes d'analyse étant aligné sur diverses matrices de nombreux groupes de produits (Manuel de procédure du Codex, Critères généraux régissant le choix des méthodes d'analyse, Méthodes d'analyse et d'échantillonnage recommandées [CXS 234-1999]), il convient de privilégier la méthode qui a été clairement confirmée pour le produit mentionné dans la disposition du Codex: par exemple, lorsqu'une méthode est requise pour analyser le cuivre dans les préparations pour nourrissons, il est préférable de choisir une méthode qui a été clairement confirmée pour ce produit plutôt qu'une méthode confirmée pour le lait en poudre.
- Il convient de privilégier une méthode confirmée pour plus d'une matrice d'un même produit². Par exemple, une méthode validée pour les préparations pour nourrissons à base de lait et de protéines de soja doit être préférée à une méthode validée uniquement pour les préparations à base de lait.
- Il convient d'accorder la préférence à la méthode présentant la meilleure sélectivité.
- La préférence devrait être accordée à la méthode présentant les meilleures données de précision (si cette différence de précision est pertinente pour la question posée).
- Il convient de privilégier la méthode pour laquelle un matériel de référence certifié a été inclus dans la validation, de préférence à partir d'une matrice similaire à celle utilisée dans le champ d'application de la méthode.
 - La méthode doit être praticable et applicable dans des conditions normales de laboratoire.

¹ Dans certaines situations, le Comité peut décider de ne pas appliquer ces critères de sélection, par exemple pour des raisons d'ordre éthique, économique ou liées à la sécurité sanitaire. Une telle décision doit être dûment justifiée.

² Différentes matrices d'un même produit. Les préparations pour nourrissons comprennent les préparations à base de lait, de soja et de protéines hydrolysées, par exemple.

Annexe I**Validation des indications proposées aux fins de la sélection**

Les combinaisons suivantes produit/disposition pour lesquelles plusieurs méthodes de Type III sont incluses dans la norme CXS 234 ont été utilisées pour évaluer les indications proposées aux fins de la sélection:

- Sodium et potassium dans les préparations pour nourrissons (une méthode de Type II et trois méthodes de Type III).
- Cuivre dans les produits à base de matières grasses laitières (une méthode de Type II et deux méthodes de Type III).

Tableau 1: Indications relatives au choix de méthodes de Type II

Disposition et produit	Méthode	Principe	Type	Type II				
				Validée pour le produit	Validée pour des ensembles de matrices plus importants	Meilleure sélectivité	Meilleures données de précision	Matériel de référence certifié inclus, de préf. avec un champ d'app. similaire de la matrice
Sodium/ Potassium dans les préparations pour nourrissons	AOAC 2015.06	ICP-MS	Type II	x	x		x	x
	AOAC 2011.14	ICP-OES	Type III	x	x			x
	ISO 8070 FIL 119	FAAS	Type III précédemment Type II	non, produits laitiers uniquement	x			x lait en poudre
	AOAC 986.24	ICP-OES	Précédemment Type III					?
Cuivre dans les produits à base de matières grasses laitières	AOAC 2015.06	ICP-MS	Type II	oui, beurre	x	x		oui, préparations pour nourrissons
	ISO 5738 FIL 76	photométrie	Type III	Oui, beurre, huile de beurre	x		x	non
	AOAC 2011.14	ICP-OES	méthode de Type III envisagée	oui, beurre	x			oui, préparations pour nourrissons

Considérations relatives au choix d'une méthode de Type II pour la détermination du sodium/potassium dans les préparations pour nourrissons:

- L'AOAC 986.24 ne peut être considérée comme étant de Type II en raison de la différence entre les étapes analytiques par rapport à d'autres méthodes de Type III, ce qui peut avoir des incidences sur les résultats. Cette méthode pose également des problèmes au niveau de la sécurité sanitaire (destruction par l'acide perchlorique). La méthode est révoquée à juste titre par l'organisation de normalisation et le CXS 234.
- La méthode ISO 8070 | FIL 119 fait intervenir l'incinération à sec pour la préparation de l'échantillon, ce qui ne convient pas à la détermination du sodium. En outre, cette méthode n'est pas validée pour les préparations pour nourrissons. La méthode présente donc plusieurs inconvénients par rapport aux deux autres méthodes de Type II envisagées: AOAC 2011.14 et AOAC 2015.06.
- Si l'on compare les méthodes AOAC 2015.06 et AOAC 2011.14, toutes deux validées à partir des mêmes échantillons, la méthode AOAC 2015.06 présente de meilleures données de précision et devrait donc être privilégiée en tant que méthode de Type II (voir documents MAS40/CRD05 en ce qui concerne les données de précision).

Considérations relatives au choix d'une méthode de Type II pour la détermination du cuivre dans les produits à base de matières grasses laitières:

- La validation de l'AOAC 2011.14 a été effectuée sans tenir compte de ce que prévoit la disposition et ne peut donc pas être considérée comme une méthode de Type III (voir documents MAS40/CRD05 en ce qui concerne les données de précision).
- La méthode ISO 5738 | FIL 76, basée sur la photométrie, semble fournir de meilleures données de précision, mais la méthode AOAC 2015.06, fondée sur l'ICP-MS, présente une meilleure sélectivité et doit donc être privilégiée en tant que méthode de Type II.

Conclusions

Sur la base des exemples fournis pour le sodium et le potassium dans les préparations pour nourrissons ainsi que pour le cuivre dans les produits à base de matières grasses laitières, les indications proposées conviennent à la sélection de la méthode de Type II la plus appropriée lorsqu'il existe plusieurs méthodes de Type III, et peuvent donc aider le Comité à examiner et à confirmer les méthodes à inclure dans la norme CXS 234.