

Indications détaillées sur le processus de soumission, d'examen et d'approbation des méthodes à inclure dans la norme CXS234

(à l'usage interne du CCMAS)

1. Préambule/Introduction

Le présent document donne des indications intégrées sur la présentation, pour examen, des méthodes d'analyse au Comité sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (CCMAS) avant leur inclusion dans *la Norme générale sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage* (CXS 234-1999). Ces indications ont pour but d'aider les pays et les organismes de normalisation à soumettre et examiner les méthodes d'analyse à inclure dans la norme CXS 234. Les méthodes sont avant tout des méthodes internationales destinées à vérifier l'application des dispositions des normes Codex¹. Les indications visent à compléter, sans les remplacer ni les annuler, les informations contenues dans le *Manuel de procédure de la Commission du Codex Alimentarius*². On s'appuiera sur le *Manuel de procédure* pour définir toutes les exigences liées à la présentation et l'examen des méthodes.

2. Définitions

Les définitions utilisées dans la description des méthodes et de leurs critères de performance doivent être conformes aux *Directives sur la terminologie analytique* (CXG 72-2009) et à la source correspondante (par exemple ISO, VIM, Eurachem, etc.). D'autres descripteurs, notamment «identique» et «complémentaire» ont été utilisés dans les débats qui ont eu lieu dans le cadre du Codex et sont définis ci-dessous:

- «Identique» (ce terme s'applique à tous les types de méthodes du Codex³)
 - Une seule méthode publiée conjointement par deux ou plusieurs organismes de normalisation sous la forme d'un document unique;
 - Des documents distincts contenant un texte identique;
 - Deux ou plusieurs méthodes qui présentent le même principe et les mêmes substances chimiques dans les mêmes concentrations et la même procédure/séquence, qui utilisent le même équipement de mesure mais qui sont publiées par divers organismes de normalisation et rédigées dans des styles différents⁴.
- «Complémentaire»
 - Deux ou plusieurs méthodes qui sont toutes nécessaires pour déterminer le résultat souhaité.

Tableau 2.1: Définitions des méthodes: précisions et exemples

Nom	Signification	Exemple	Type	Séparateur dans CX S234
Identique	1. Une seule méthode publiée conjointement par deux ou plusieurs organismes de normalisation sous la forme d'un document unique; ou	ISO 5534 IDF 4	Tous les types.	
	2. Des documents distincts contenant un texte identique; ou			/
	3. Deux ou plusieurs méthodes qui présentent le même principe et les mêmes substances chimiques dans les			/

¹ Manuel de procédure (de la Commission) du Codex Alimentarius: *Principes pour l'élaboration des méthodes d'analyse du Codex*.

² Des extraits du *Manuel de procédure de la Commission du Codex Alimentarius* sont inclus dans les présentes indications lorsque le contexte le justifie.

³ Voir la note 1 en bas de page et la description du type de méthode (ci-dessous).

⁴ Lorsqu'une norme contient de nombreuses approches de la détermination qui ne sont pas présentées séparément, la comparaison avec une deuxième méthode comprenant davantage de dispositions prescriptives sera effectuée au cas par cas pour déterminer si les deux méthodes peuvent être considérées comme identiques.

Nom	Signification	Exemple	Type	Séparateur dans CX S234
	mêmes concentrations et la même procédure/séquence, qui utilisent le même équipement de mesure mais qui sont publiées par divers organismes de normalisation et rédigées dans des styles différents ⁴ .			
Complémentaire	Deux ou plusieurs méthodes qui devraient déterminer/calculer la réponse souhaitée.	ISO 5534 FIL 4 et ISO 1735 FIL 5	Tous les types.	et

Description des types de méthode (empruntée au Manuel de procédure)

Méthodes d'analyse

Différents types de méthodes d'analyse

a) Définition des méthodes (type I)

Définition: Méthode qui définit une valeur qu'il n'est possible d'obtenir qu'aux termes de la méthode *per se* et qui est, par définition, la seule utilisée pour établir la valeur acceptée de l'élément mesuré.

Exemples: Méthode Howard (dénombrement des moisissures), Indice de Reichert-Meissl, perte à la dessiccation, détermination du sel dans la saumure par la densité.

b) Méthodes de référence (type II)

Définition: 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 de type III (définies ci-après). On devrait recommander son emploi dans les cas de litige et aux fins d'étalonnage. Exemple: Méthode potentiométrique pour les halogénures.

c) Méthodes de remplacement approuvées (type III)

Définition: Les méthodes de type III répondent à tous les critères définis par le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage aux fins de contrôle, d'inspection ou de réglementation.

Exemple: Méthode Volhard ou Méthode Mohr pour les chlorures.

d) Méthode provisoire (type IV)

Définition: Une méthode de Type IV est une méthode traditionnelle ou encore une méthode d'application récente, mais pour laquelle on n'a pas encore déterminé les critères exigés par le Comité sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage.

Exemples: détermination du chlore par fluorescence aux rayons X, estimation des colorants synthétiques dans les aliments.

Tableau 2.2: Indications sur la liste des méthodes figurant dans la norme CXS 234

Type	Explication complémentaire	Coexistence avec d'autres types de méthode	Exemples
I	Besoin de données de validation ⁵ .	Une seule méthode de type I peut être répertoriée pour chaque produit et disposition (sauf si elle est complémentaire ou identique). Aucune autre méthode de type II ou III ne peut être répertoriée pour le même produit et la même disposition.	Détermination de la teneur en azote par la méthode Kjeldahl, détermination de la matière grasse par la méthode Weibull-Berntrop.
II	Besoin de données de validation ⁴ .	Une seule méthode de type I peut être répertoriée pour chaque produit et disposition (sauf si elle est complémentaire ou identique).	Chromatographie, spectrophotométrie.
III	Besoin de données de validation ⁴ .	Plusieurs méthodes de type III peuvent être répertoriées pour un produit et une disposition mais ne peuvent pas exister sans une méthode de type II.	Chromatographie, spectrophotométrie.
IV	Données de validation insuffisantes ou inexistantes.	Peuvent être répertoriées en tant que méthodes alternatives aux méthodes de type I/II/III si cela est jugé utile par le CCMAS. On peut répertorier plus d'une méthode de type IV pour chaque produit et disposition. Il peut s'agir du seul type de méthode répertorié s'il n'existe aucune autre méthode répondant aux critères généraux de sélection des méthodes.	

3. Processus de soumission des méthodes d'analyse pour les dispositions figurant dans les documents du Codex

3.1 Étapes du processus:

- i. Signaler et noter le besoin d'une méthode lorsqu'une disposition nouvelle ou modifiée, ou une référence à la disposition, est incluse dans un document du Codex.
- ii. Un ou plusieurs organismes de normalisation, membres du Codex ou d'autres entités apparentées au Codex (Bureau international des poids et mesures, Conseil international du pétrole, etc.) prennent une initiative visant à examiner une méthode candidate existante ou à élaborer et valider la méthode candidate.
- iii. Soumettre la méthode candidate au comité du Codex concerné ou directement au CCMAS lorsque le comité concerné a été ajourné (voir Section II 3.2 ii).
- iv. Une méthode candidate peut être soumise directement au CCMAS pour examen et approbation même lorsque le comité compétent du Codex est actif. Si elle est approuvée, la méthode sera présentée, pour approbation, au comité du Codex compétent avant d'être soumise à la Commission du Codex Alimentarius.
- v. Le comité du Codex compétent examine l'adéquation de la méthode (aptitude aux fins recherchées) et la soumet au CCMAS pour examen.
- vi. Le CCMAS examine la méthode, en choisit le type et la confirme. Il décide ensuite de soumettre une proposition à la Commission du Codex Alimentarius en vue de l'adoption

⁵ Il est important de disposer de chiffres de précision pour évaluer la performance des méthodes. Pour les méthodes de type I nouvellement mises au point ou proposées, il serait bon de présenter des chiffres de précision dans le cadre des données examinées au cours du processus d'approbation. L'absence de ces données n'entraîne pas de changement concernant le type de méthode ou la révocation d'une méthode.

de la méthode et de son inclusion dans la norme CXS 234, en indiquant éventuellement le remplacement ou la modification du type de la ou des méthodes déjà répertoriées dans la norme CXS234. (voir Section II 3.4).

- vii. La Commission du Codex Alimentarius prend la décision d'adopter la méthode et de l'inclure dans la norme CXS234, en indiquant éventuellement le remplacement ou la modification de la ou des méthodes déjà répertoriées dans la norme CXS234.

3.2 Acceptation des méthodes d'analyse

Les comités du Codex doivent soumettre les méthodes au CCMAS pour confirmation conformément au Manuel de procédure. Les normes Codex pour les produits faisant l'objet d'échanges commerciaux entre les pays doivent être définies par chaque comité.

- i. Toutes les méthodes d'analyse proposées doivent être directement adaptées à la norme du Codex à laquelle elles sont destinées.
- ii. Chaque disposition d'une spécification doit avoir une valeur (valeur limite, niveau maximum ou minimum, une description, etc.) et une méthode d'analyse appropriée à utiliser en cas de litige.
- iii. Pendant le processus d'élaboration d'une norme par un comité et avant sa soumission au CCMAS, le comité en question doit:
 - a. Prendre en compte l'approche fondée sur des critères au lieu de recommander des méthodes spécifiques;
 - b. Déterminer si une méthode d'analyse proposée est apte aux fins recherchées, en concertation avec les organisations du commerce, les laboratoires certifiés, les autorités compétentes et les organismes de normalisation;
 - c. Déterminer si des données de validation sont disponibles pour la méthode et la substance analysée dans le produit ou l'aliment;
 - d. Déterminer si la méthode d'analyse proposée a été déjà étudiée par un ou plusieurs organismes de normalisation;
 - e. Consulter les organismes de normalisation appropriés pour connaître l'état d'avancement de la validation et de la publication de la méthode et son applicabilité;
 - f. Transmettre, autant que possible et pour chaque méthode d'analyse proposée, des informations au CCMAS concernant la spécificité, l'exactitude, la précision (sur la répétabilité, la reproductibilité), le seuil de détection, la sensibilité, l'applicabilité et l'utilité pratique, selon le cas⁶ (voir l'Annexe I).
- iv. Une proposition de méthode d'analyse peut être présentée au CCMAS pour confirmation à condition que la méthode d'analyse concernée réponde aux critères ci-dessus (ii. a-f).
 - a. La proposition doit inclure les informations présentées dans le modèle figurant à l'annexe 1 afin que le Comité puisse évaluer et comparer la performance d'analyse réelle de la méthode avec les spécifications de la norme pertinente du Codex. Les délégués et les observateurs du CCMAS sont censés examiner ces informations avant de confirmer la méthode à inclure dans la norme CXS 234.
 - b. Il convient d'accorder la préférence aux méthodes d'analyse élaborées par des organisations internationales s'occupant elles-mêmes d'une denrée alimentaire ou d'un groupe de denrées alimentaires.
 - c. Les méthodes qui ont été validées par des essais réalisés conjointement par plusieurs laboratoires seront privilégiées.
- v. Les comités sont encouragés à faire des propositions pour le choix du type de méthode et le principe (définition de la technique), conformément aux exigences de la norme CXS 234. Le CCMAS confirmera ces propositions et tiendra également compte des avis des organismes de normalisation concernés.

⁶ Manuel de procédure: *Relations entre les comités s'occupant de produits et les comités s'occupant de questions générales: Méthodes d'analyse et d'échantillonnage, Pratique usuelle.*

- vi. Les propositions de méthode doivent être présentées au CCMAS 60 jours avant une réunion physique, ce qui laisse suffisamment de temps pour recueillir et traiter comme il convient les observations des parties intéressées.
 - a. Les délégués, les organismes de normalisation et les observateurs sont vivement encouragés à présenter des observations écrites en temps opportun, soit 30 jours avant la réunion.

3.3 La confirmation par le CCMAS d'une méthode d'analyse proposée est un processus en plusieurs étapes:

- i. Les méthodes proposées sont présentées au comité au titre du point 2 et du point 3 de l'ordre du jour provisoire du CCMAS.
- ii. Les méthodes ainsi que le type et le principe qui leur correspondent sont examinés par le groupe de travail physique (GTp) sur la confirmation des méthodes, dont la réunion se tient en général immédiatement avant celle du CCMAS.
 - 1. Les délégués et les observateurs sont encouragés à examiner les méthodes et à formuler par écrit des recommandations sur d'autres méthodes possibles ou sur des méthodes identiques 30 jours avant la réunion du GTp et conformément au calendrier du CCMAS.
 - 2. Si des recommandations concernant d'autres méthodes ou des méthodes identiques sont formulées pendant la réunion du GTp et non avant celle-ci, le débat sur ces méthodes et leur confirmation peuvent être suspendus jusqu'à la prochaine réunion du comité pour permettre un examen approprié des recommandations.
- iii. Le rapport du GTp recommande au comité de confirmer ou de refuser les méthodes.
- iv. Le CCMAS examine en plénière le rapport du Groupe de travail physique sur la confirmation des méthodes.
- v. Les méthodes confirmées par le CCMAS sont présentées à la Commission du Codex Alimentarius pour adoption, sauf si elles ont été soumises directement au CCMAS et sans la participation préalable du comité actif du comité du Codex concerné (section 3.1 iv).

3.4 Révocation/suppression par le CCMAS d'une méthode d'analyse répertoriée dans la norme CXS 234:

Le CCMAS a décidé (REP16/MAS, Appendice IV) de procéder à un examen périodique (10 ans) des méthodes. Cet examen périodique est en partie destinée à recenser les méthodes qui doivent être abrogées/supprimées. En outre, les étapes suivantes sont nécessaires pour lancer la révocation/suppression d'une méthode en dehors du processus d'examen périodique:

- i. Le fait qu'une méthode soit obsolète, inappropriée (ne convient plus à l'objectif visé) ou qu'elle ait été retirée par l'organisme de normalisation concerné doit être porté à la connaissance du CCMAS par les membres du comité du Codex, les États membres, les observateurs et les organismes de normalisation.
- ii. Lorsqu'une méthode devient obsolète, le comité qui a initialement proposé la méthode d'analyse doit en être informé; il doit trouver une méthode de remplacement et la porter à l'attention du CCMAS.
- iii. Si le comité du Codex a été ajourné, ou s'il est inactif ou ne répond plus, l'organisme de normalisation doit transmettre les informations directement au CCMAS.
- iv. Il serait bon que l'avis de l'organisme de normalisation qui est «propriétaire» de la méthode soit pris en compte par le CCMAS.
- v. Les propositions de remplacement sont encouragées et seront examinées par le CCMAS.
- vi. Lorsqu'il juge qu'une méthode est obsolète ou inappropriée, le CCMAS doit informer le comité concerné (s'il est actif) que la méthode pourrait être retirée de la norme CXS 234 afin de lui permettre de réagir à la proposition de retrait.

3.5 Le rôle des organismes de normalisation dans les comités du Codex

Afin de jouer un rôle positif dans le maintien des méthodes d'analyse à utiliser dans le système du Codex, les organismes de normalisation qui souhaitent conserver la propriété de la méthode qu'ils ont initiée et exercer les droits qui découlent (questions de propriété intellectuelle et de droit d'auteur) doivent entreprendre les activités de suivi ci-après:

- i. Avoir le statut d'observateur auprès du Codex Alimentarius.
- ii. Suivre de près les activités des comités pertinents du Codex.
- iii. Présenter des observations écrites en temps opportun sur des questions pertinentes.
- iv. Fournir des données sur la performance de la méthode et d'autres informations pertinentes au CCMAS lors du processus d'examen.
- v. Faire des observations orales lors des travaux en plénière.
- vi. Informer le comité du Codex des modifications apportées aux activités de l'organisme de normalisation (par exemple, dans un rapport/bulletin d'information ou par le biais de contributions conjointes de la réunion interinstitutions).
- vii. Attirer l'attention du CCMAS sur le fait que des actions d'un comité du Codex pourraient entraîner une modification des exigences relatives à une méthode d'analyse.
- viii. Attirer l'attention d'un comité du Codex sur le fait que des actions du CCMAS pourraient entraîner une modification des exigences relatives à une méthode d'analyse.
- ix. Apporter une assistance au Codex Alimentarius lorsque des délibérations impliquent des détails techniques ou une compréhension plus approfondie des questions d'analyse.
- x. Encourager les comités horizontaux et régionaux à demander l'avis des organismes de normalisation compétents sur des questions d'analyse, à toutes les étapes de l'élaboration des normes, notamment en contactant les organismes qui ne participent pas au débat.
- xi. Veiller à ce que les références à leurs normes figurant dans la norme CXS 234 soient correctes et mises à jour.

3.6 Le rôle des organismes de normalisation auprès du CCMAS dans le processus de confirmation des méthodes

Les organismes de normalisation doivent:

- i. Fournir des informations précises sur l'état d'une méthode d'analyse, son état d'avancement dans le processus d'évaluation (par exemple, statut de publication, SLV, étude coopérative complète ou collecte de données empiriques ou par essai d'aptitude) et son aptitude aux fins recherchées.
- ii. S'entendre lorsque des méthodes sont «identiques» ou présentent suffisamment de différences pour influencer le résultat de l'analyse. Les organismes de normalisation doivent fournir cette assurance au CCMAS.
- iii. Être capables d'examiner le champ d'application et son extension par rapport aux «Méthodes générales du Codex»,
- iv. Être en mesure de donner des conseils sur le choix du type des méthodes car ces critères sont spécifiques au Codex et ne sont généralement pas utilisés par les organismes de normalisation en dehors du CCMAS.

3.7 Remplacement des méthodes de type I

Cette sous-section s'applique au remplacement d'une méthode de type I par une nouvelle méthode de type I ou par une ou des méthodes de type II/III.

- i. Un comité du Codex, par l'intermédiaire des membres ou en concertation avec l'organisme de normalisation concerné, propose de remplacer une méthode existante de type I.
- ii. La nouvelle méthode peut être une méthode empirique ou rationnelle.
- iii. La nouvelle méthode est nommée, examinée et approuvée comme indiqué dans la sous-section 3.1.

- iv. Dans le cadre de la confirmation, un délai est accordé pour mener à bien le changement.
- v. Si elle est adoptée par la Commission, la nouvelle méthode remplacera l'ancienne méthode figurant dans la norme CXS 234, à la date indiquée.

3.8 Méthodes de type IV et leur transition vers d'autres types de méthodes

- i. Les nouvelles méthodes candidates ne peuvent être classées en types I, II ou III que si elles sont soumises avec un ensemble complet de données de validation, par exemple des données de précision obtenues conformément aux normes reconnues au plan international. D'autres données de validation moins importantes seront soumises et ces méthodes seront classées méthodes de type IV.
- ii. Les méthodes de type I existantes ne comprenant pas un ensemble complet de données de validation doivent être examinées au cas par cas par l'organisme de normalisation pertinent, en particulier les éléments suivants:
 - a. La faisabilité de la collecte et de la soumission des données de validation manquantes au Codex.
 - b. La disponibilité d'une autre méthode candidate pouvant devenir la méthode de type I.
 - c. La raison pour laquelle la méthode existante de type I est conservée.
 - d. La raison pour laquelle il faut modifier le type de la méthode ou la révoquer.
- iii. Une méthode de type IV peut changer de type si l'organisme de normalisation, ou le «propriétaire» de la méthode, soumet des données de validation acceptables au CCMAS.

Une méthode ne doit pas rester indéfiniment une méthode de type IV.

- iv. Lorsque deux méthodes sont proposées en tant que type I pour une disposition particulière, les organismes de normalisation concernés doivent déterminer si les méthodes sont identiques (elles peuvent dans ce cas être répertoriées) ou si l'une d'elles répond mieux aux critères requis compte tenu des données sur les performances ou d'autres informations. S'il existe une préférence régionale pour une méthode par rapport à une autre, les comités du Codex compétents doivent choisir la méthode qui sera proposée au CCMAS.

3.9 Présentation des méthodes à incorporer dans la norme CXS 234

Le document CXS 234 est un document récapitulatif qui contient toutes les méthodes d'analyse concernant les dispositions figurant dans les normes Codex. Il ne comprend pas les méthodes applicables aux résidus de pesticides ou de médicaments vétérinaires dans les aliments, l'évaluation de la qualité microbiologique et de la sécurité sanitaire des aliments et l'évaluation des spécifications relatives aux additifs alimentaires. Il constituera à terme la seule référence pour ces méthodes.

- i. Informations requises:
 - a. Une disposition dans une norme Codex comprenant une limite/une plage de valeurs ou une caractéristique (authenticité).
 - b. Une méthode appropriée pour l'analyse, de préférence de la part d'un organisme de normalisation accepté.
 - c. Un principe.
 - d. Un choix du type du Codex.
 - e. La preuve qu'un nombre suffisant d'essais ont été effectués pour générer des données de précision.
 - f. Des données de validation qui prouvent l'aptitude aux fins recherchées⁷.
- ii. Utilisation correcte des séparateurs entre les méthodes présentées dans la norme CXS 234 (voir tableau 2.1).
- iii. Si le séparateur n'est pas applicable (par exemple, non identique), les méthodes doivent être présentées dans des lignes séparées.

⁷ Mesure dans laquelle les données générées par un processus de mesure permettent à l'utilisateur de prendre des décisions correctes d'un point de vue technique et administratif pour une fin convenue. *Directives sur la terminologie analytique* (CAC/GL 72-2009).

Annexe I**Modèle de présentation des méthodes de confirmation des méthodes d'analyse et d'échantillonnage****Résumé (si le document est long)**

Insérer un bref résumé de la présentation et des recommandations adressées au CCMAS.

Point 3 de l'ordre du jour: Confirmation des dispositions relatives aux méthodes d'analyse et des plans d'échantillonnage figurant dans les normes du Codex**Comité du Codex sur****Méthodes d'analyse pour les dispositions figurant dans les normes du Codex (CXS....)****Méthode(s) pour la disposition 1**

- Le cas échéant, rappel de la décision du Comité du Codex.
- Titre et description de la méthode A. Champ d'application, matrice (s) validée (s). Indiquer si la méthode est publiée et si les données/rapports validés de l'étude collaborative le sont également.
- Description du principe (y compris les réactifs, les normes, les températures, les équipements, etc.)
- Si d'autres méthodes sont déjà énumérées dans la norme CXS 234, une brève description de la ou des méthodes actuelles (méthode B) et la façon dont la nouvelle méthode proposée peut lui (leur) être comparée.

Inclure un tableau récapitulatif des données de validation pour chaque caractéristique (répétabilité, reproductibilité, récupération et limite de quantification, si les données ne sont pas protégées par le droit d'auteur). Le tableau et/ou le texte ci-dessus peuvent inclure d'autres informations pertinentes de l'étude collaborative.

Caractéristique – XXX	Méthode A	Méthode B
Matrices, échantillons utilisés dans l'étude collaborative.		
Plage de concentration des matrices validées.		
Répétabilité (RSD_r ou s_r).		
Reproductibilité (RSD_R ou s_R).		
Plage de récupération de SLV/MLT.		
Précision (matériaux certifiés).		
Seuil de quantification.		
CXS XXX disposition 1.		

[Note: SLV fait référence à une validation des méthodes d'analyse par un seul laboratoire. MLT fait référence à des études de tests effectuées par plusieurs laboratoires (études collaboratives).

Résumé des modifications proposées à la norme CXS 234, y compris la modification du type des méthodes existantes et les recommandations soumises au CCMAS

Tableau 1. Méthodes d'analyse et d'échantillonnage recommandées (CXS 234-1999)

Produit	Disposition	Méthode	Principe	CXS	Type proposé
Produit	Disposition	Nouvelle méthode A	Principe		II
		Modification du type de la méthode B existante	Principe		II III
		Aucune modification du type de la méthode C existante	Principe		III
		Proposition de suppression de la méthode existante	Principe		III

Recommandations adressées au CCMAS

XXX recommande au CCMAS de prendre les mesures suivantes:

1. Approuver la méthode A en tant que méthode de type II pour la détermination de la ou des caractéristiques dans le produit A et reclasser les méthodes de type II existantes ci-après en méthode de type III:
 - a. Méthode B.
 - b. Méthode C.