

commission du codex alimentarius

F



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

ORGANISATION
MONDIALE
DE LA SANTÉ



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

PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES

COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS

Vingt-sixième session
Rome (Italie), 30 juin – 5 juillet 2003

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

Budapest (Hongrie)
18-22 novembre 2002

Note: Le présent document inclut la lettre circulaire CL 2002/53-MAS

commission du codex alimentarius



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

ORGANISATION
MONDIALE
DE LA SANTÉ



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

CX 4/50.2

CL2002/53-MAS
Novembre 2002

- AUX:** - Services centraux de liaison avec le Codex
- Organisations internationales intéressées
- DU:** - Secrétaire, Commission du Codex Alimentarius, Programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires, FAO, 00100 Rome (Italie)
- OBJET:** Distribution du Rapport de la vingt-quatrième session du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (ALINORM 03/23)

A. QUESTIONS SOUMISES À LA COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS POUR ADOPTION À SA VINGT-SIXIÈME SESSION

Amendements au Manuel de procédure proposés

1. Amendement aux *Critères généraux régissant le choix des méthodes d'analyse à l'aide de la démarche – critères* et nouvelle section intitulée *Instructions concernant l'application de la démarche – critères par le Codex* (par. 42, Annexe II)

Directive pouvant servir de référence aux fins du Codex

2. *Directives harmonisées de l'UICPA concernant la validation des méthodes d'analyse par un laboratoire unique* (par. 95, Annexe III)

Méthodes d'analyse et d'échantillonnage

3. Méthodes d'analyse générales pour les additifs, les contaminants et les aliments irradiés (par. 61-66, Annexe VI – Sections G et H)
4. Méthodes d'analyse prescrites dans des normes de produits à différentes étapes de la procédure (par. 57 à 60 et 67 à 70, Annexe VI – Sections A à F)

Les gouvernements souhaitant proposer des amendements ou formuler des observations sur les documents susmentionnés doivent écrire conformément au Guide concernant l'examen des normes à l'étape 8 (Manuel de procédure de la Commission du Codex Alimentarius) au Secrétaire, Programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires, FAO, Viale delle Terme di Caracalla, 00100 Rome (Italie) **avant le 15 mars 2003.**

Avant-projet de directives à l'étape 5

5. Avant-projet de directives générales sur l'échantillonnage (par. 19, Annexe IV)
6. Avant-projet de directives sur l'incertitude des mesures (par. 52, Annexe V)

Les gouvernements souhaitant formuler des observations sur les incidences que l'avant-projet d'amendement pourrait avoir sur leurs intérêts économiques doivent s'adresser par écrit, conformément à la procédure d'élaboration des normes mondiales à l'étape 5, au Secrétaire, Commission du Codex Alimentarius, Programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires, FAO, Viale delle Terme di Caracalla, 00100 Rome (Italie) **avant le 15 mars 2003.**

B. DEMANDE D'OBSERVATIONS ET D'INFORMATIONS

7. Avant-projet de directives concernant l'évaluation, en vue de leur confirmation des méthodes d'analyse (par. 26, Annexe VII)

Les gouvernements et les organisations internationales souhaitant soumettre des observations à l'étape 3 sont invités à écrire au Secrétaire, Programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires, FAO, Viale delle Terme di Caracalla, 00100 Rome (Italie), avec copie au Docteur Mária Váradi, Central Food Research Institute (KÉKI), H-1022 Budapest, Herman Ottó út 15 (Télécopie n°: +361.212.9853 et 361.355.8929; mél: m.varadi@mail.cfri.hu) **avant le 30 mai 2003.**

RÉSUMÉ ET CONCLUSIONS

À sa vingt-quatrième session, le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage est parvenu aux conclusions ci-après:

Questions soumises à la Commission pour examen:

Le Comité:

- est convenu de proposer l'inclusion d'une nouvelle section intitulée *Instructions concernant l'application de la démarche – critères par le Codex* dans le Manuel de procédure ainsi qu'un amendement en découlant concernant les *Critères généraux régissant le choix des méthodes d'analyse à l'aide de la démarche – critères* (par. 42, Annexe II);
- a proposé que la Commission adopte pour référence aux fins du Codex *les Directives harmonisées de l'UICPA concernant la validation des méthodes d'analyse par un laboratoire unique* (par. 95, Annexe III);
- a approuvé plusieurs méthodes d'analyse prescrites dans des normes de produits à différentes étapes de la procédure; et a proposé plusieurs méthodes pour les additifs, les contaminants et la détection des aliments irradiés pour adoption en tant que méthodes générales Codex (par. 57 à 70, Annexe VI);
- a porté à l'étape 5 l'Avant-projet de directives générales sur l'échantillonnage (par. 19, Annexe IV);
- a porté à l'étape 5 l'Avant-projet de directives générales sur l'incertitude des mesures (par. 52, Annexe V);
- est convenu d'entreprendre de nouveaux travaux sur l'avant-projet de directives pour le règlement des différends à propos des résultats d'analyse (par. 32) et en vue de l'examen la *Terminologie analytique aux fins du Codex alimentarius* figurant dans le Manuel de procédure (par. 95).

Autres questions intéressant la Commission

Le Comité:

- est convenu de renvoyer l'Avant-projet de directives concernant l'évaluation des méthodes d'analyse acceptables aux fins du Codex à l'étape 3 (par. 26, Annexe VII);
- est convenu d'examiner les critères applicables aux méthodes d'analyse des aliments dérivés des biotechnologies à sa prochaine session (par. 81).

TABLE DES MATIÈRES		<u>Paragraphe</u>
Ouverture de la session.....		1-2
Adoption de l'Ordre du jour.....		3
Questions soumises par la Commission du Codex Alimentarius et par les autres Comités du Codex.....		4-6
Avant-projet de directives générales sur l'échantillonnage.....		7-19
Critères d'évaluation des méthodes d'analyse acceptables aux fins du Codex		
A) Avant-projet de Directives pour l'évaluation des méthodes d'analyse acceptables.....		20-32
B) Projet d'amendements aux principes relatifs à l'élaboration des méthodes d'analyse et d'échantillonnage du Codex dans le Manuel de procédure		33-42
Avant-projet de Directives sur l'incertitude des mesures.....		43-52
Approbation des dispositions relatives aux méthodes d'analyse figurant dans les Normes Codex.....		53-70
Considération des Méthodes pour la détection et l'identification des aliments dérivés des biotechnologies: approche générale et critères pour les méthodes.....		71-81
Considération des méthodes pour la détection et l'identification des aliments dérivés des biotechnologies: méthodes soumises par le Groupe intergouvernemental spécial sur les aliments dérivés des biotechnologies		82-86
Validation des méthodes par un seul laboratoire : Considération des Directives UICPA harmonisées pour la validation interne des méthodes d'analyse.....		87-95
Exigences pour la validation par un seul laboratoire aux fins du Codex.....		96-104
Validation par un seul laboratoire: validation des méthodes par l'utilisation des résultats de systèmes d'essais d'aptitude.....		105-108
Utilisation des résultats analytiques: échantillonnage, relations entre les résultats analytiques, l'incertitude, les facteurs de récupération et les spécifications dans les Normes du Codex.....		109-117
Rapport de la Réunion inter-institutions sur les méthodes d'analyse.....		118-123
Autres questions et travaux futurs.....		124
Date et lieu de la prochaine session.....		125

LISTE DES ANNEXES		<u>Page</u>
Annexe I	Liste des Participants	16
Annexe II	Proposition d'amendements au Manuel de Procédure	28
Annexe III	Directives Harmonisées UICPA pour la validation des méthodes d'analyse par un seul laboratoire	31
Annexe IV	Avant-projet de Directives générales sur l'échantillonnage	32
Annexe V	Avant-projet de Directives sur l'incertitude des mesures	102
Annexe VI	Situation en ce qui concerne l'approbation des méthodes d'analyse et d'échantillonnage	104
Annexe VII	Avant-projet de Directives concernant l'évaluation, en vue de leur confirmation, des méthodes d'analyse	117

INTRODUCTION

1. Le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage a tenu sa vingt-quatrième session à Budapest, Hongrie, du 18 au 22 novembre 2002, à l'aimable invitation du Gouvernement hongrois. M. Péter Biacs, professeur et Secrétaire d'Etat adjoint au Ministère de l'agriculture et du développement régional a présidé à la session. A certaines sessions du Comité ces fonctions ont également été assumées en tant que vice-président par M. Pál Molnár, professeur et chef du Département pour la qualité des produits alimentaires de l'Institut central de recherches sur les produits alimentaires (KEKI). Y ont participé 135 délégués et observateurs représentant 46 Etats membres et 12 organisations internationales. La liste complète des participants figure à l'Annexe I du présent rapport.

OUVERTURE DE LA SESSION

2. La session a été ouverte par le Dr Tibor Szanyi, député au Parlement et Secrétaire d'Etat au Ministère de l'agriculture et du développement régional. Le Dr Szanyi a souligné le rôle des normes du Codex Alimentarius servant à assurer la sécurité des produits alimentaires et leur importance en vue de l'harmonisation et le commerce international des produits alimentaires. Il a indiqué que la Hongrie a eu le grand plaisir d'être l'hôte de ce Comité pendant trente années et il a informé les participants des initiatives du Gouvernement visant à assurer la sécurité des produits alimentaires en Hongrie et en particulier la décision du Gouvernement hongrois d'établir un Office de la sécurité des produits alimentaires. Le Dr Szanyi a souligné l'importance du travail effectué par le Comité sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage afin d'assurer la conformité avec les dispositions des normes du Codex et a souhaité aux délégués beaucoup de succès dans leur travail.

ADOPTION DE L'ORDRE DU JOUR (Point 1 de l'Ordre du jour)

3. Le Comité a décidé de remettre à plus tard la discussion du point 3 de l'Ordre du jour pour permettre aux participants d'avoir plus de temps pour étudier les amendements prévus par le Groupe de travail ad hoc qui s'était tenu avant la session, comme proposé par la Délégation française. Il a aussi donné son accord pour considérer les points 4 b) et 7 b) de l'Ordre du jour avant les points 4a) et 7a) respectivement puisque ceux-ci contenaient des questions d'un caractère plus général au sujet desquelles le Comité devait se mettre d'accord avant d'entrer dans des discussions spécifiques. Avec ces amendements le Comité a donc adopté l'Ordre du jour provisoire tel que présenté dans le document CX/MAS 02/01.

QUESTIONS SOUMISES PAR LA COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS ET PAR LES COMITES DU CODEX (Point 2 de l'Ordre du jour)¹

4. Le Comité a constaté qu'un certain nombre de questions soumises par la 24ème Session de la Commission du Codex Alimentarius (CAC), le Comité exécutif et les autres Comités du Codex étaient présentés pour information ou seraient discutés plus en détail dans les points pertinents de l'Ordre du jour. En outre, le Comité a noté les questions faisant l'objet d'une référence comme suit :

Méthodes pour les dioxines et PCBs

5. La Délégation de l'Allemagne a informé le Comité que le document sur la détermination des dioxines et PCBs n'avait pas été préparé parce qu'il n'y a pas eu de propositions reçues des Gouvernements membres avant la présente session. Le Comité a donné son accord pour qu'une lettre circulaire demande aux Gouvernements membres et aux organisations internationales intéressées de soumettre leurs propositions sur la détermination des dioxines et PCBs à l'Allemagne qui préparerait ensuite un document qui pourrait être discuté à la prochaine session du Comité.

Chloramphénicol dans les crevettes

6. Le Comité a noté le renvoi de la 13ème Session du Comité de coordination FAO/OMS régional pour l'Asie (ALINORM 03/15, paragraphes 151 à 155) selon lequel il était nécessaire de considérer la solution du problème des changements abrupts intervenant dans les techniques analytiques, et des changements se présentant quant aux limites de détection au niveau de détermination, et il a été informé que les commentaires de l'Inde présentés au CRD 6 pourraient être pris en considération d'un point de vue général aux points pertinents de l'Ordre du jour du présent Comité.

¹ CX/MAS 02/02; CX/MAS 02/2-Add.1.

AVANT-PROJET DE DIRECTIVES GENERALES SUR L'ECHANTILLONNAGE (Point 3 de l'Ordre du jour)²

7. Le Comité a rappelé qu'à sa 23^{ème} session il avait été convenu que la Délégation de la France continuerait son travail avec l'assistance d'un Groupe de rédaction travaillant par courrier électronique afin de compléter la révision du texte devant être circulé à l'étape 3 et qu'un Groupe de travail allait se réunir avant la 24^{ème} session pour y incorporer les commentaires reçus et ainsi faciliter la discussion en Plénière.

8. La Délégation de la France a présenté le rapport des progrès effectués sur l'Avant-projet de Directives entre la 23^{ème} session et la session présente et a introduit le CRD 16 préparé par le Groupe de travail ad hoc. La Délégation a souligné qu'après l'adoption des décisions à la dernière session du Comité, le Groupe de rédaction avait préparé un document explicatif simplifié qui suivait l'approche statistique scientifique et incorporait les commentaires écrits qui n'avaient pas été pris en compte par la dernière session du Comité. La Délégation a informé les participants que le Groupe de travail qui s'était réuni avant la présente session avait révisé le document à la lumière des commentaires reçus et a préparé le CRD mentionné en vue de son étude par la Plénière. La Délégation a indiqué que tous les changements additionnels avaient été mis en relief dans le CRD 16 pour servir de référence facile et que les nouveaux amendements importants suivants avaient été effectués :

- ❖ le Préambule a été divisé en deux parties à la place de la préface.
- ❖ Le champ d'application et le Tableau 1 ont été modifiés à des fins de clarification.
- ❖ De nouvelles sections 3.3 et 4.4 sur l'échantillonnage spécial pour les contrôles moyens a été insérée.
- ❖ Trois tableaux de la Procédure 12 NMKL décrivant le nombre d'unités devant être échantillonnés aux différents niveaux d'inspection ont été introduits pour faciliter l'utilisation de l'Avant-projet de directives.

9. Le Comité a considéré l'Avant-projet de directives présenté au CRD 16 section par section et a fait les amendements suivants outre plusieurs modifications de rédaction dans l'ensemble du texte:

10. Le Comité a inséré "par exemple" à la note en bas de page 2 afin de clarifier l'utilisation d'une approche pragmatique dans le Comité sur les résidus de pesticides et le Comité sur les résidus de médicaments vétérinaires dans les aliments.

11. A la Section 1.4 Champ d'application des Directives, le Comité a remplacé "l'incertitude" de la mesure par "erreur" de la mesure et a ajouté l'expression de "erreur d'échantillonnage" tout en entendant que ces termes seront changés en conséquence et mieux clarifiés à la section 2.4 sur les erreurs d'estimation.

12. Le Comité a clarifié dans le champ d'application que ces directives seraient principalement applicables pour le contrôle à la réception, et pouvaient ne pas être applicables pour le contrôle des produits finis et pour le contrôle des procédés pendant la production.

13. A la Section 1.5 le Comité a accepté les propositions de l'ISO et a corrigé les références à plusieurs de leurs normes.

14. A la Section 2.4 il a été convenu d'inclure d'abord "un cas spécifique" avec l'erreur de mesure du même ordre de grandeur que l'erreur d'échantillonnage, et un "deuxième cas spécifique" où l'erreur de mesure est plus grande que l'erreur d'échantillonnage et où il n'est pas nécessaire de prévoir des plans échantillonnage statistiques. Il a également été convenu que les Directives ne considéraient pas comment tenir compte des erreurs de mesure.

15. Le Comité a accepté la proposition de la Délégation de l'Indonésie et a amendé l'avant dernier paragraphe dans la Section 2.6 pour indiquer que le choix des plans correspondant à de faibles valeurs NQA dépend du produit.

16. Le Comité a supprimé la dernière phrase sur la complexité des plans d'échantillonnage à la Section 2.6 et y a fait référence aux normes pertinentes de l'ISO.

17. Le Comité a inséré le mot "Procédure" et a supprimé le texte figurant en crochets dans la première colonne sous les dimensions du lot aux Tableaux 10, 14 et 17 à des fins de clarification.

18. Le Comité a exprimé ses remerciements chaleureux à la Délégation de la France et aux membres du Groupe de travail pour leur excellent travail fait à cette session et au cours des années récentes ce qui a permis au Comité de faire un progrès considérable au sujet de questions complexes et de longue durée. Le Comité a reconnu que le développement des directives fournirait une orientation de grande importance aux gouvernements et autres

² CX/MAS 02/3; CX/MAS 02/3-Add.1 (commentaires du Canada, de la République tchèque, de la Hongrie, de l'Afrique du Sud et des Etats Unis); CX/MAS 02/3-Add.2 (commentaires de la Nouvelle Zélande); CX/MAS 02/3-Add.3 (commentaires de la France); CRD 3 (version préparée en vue de considération par le Groupe de travail *ad hoc*); CRD 7 (commentaires du Brésil, de l'Inde); CRD 13 (commentaires des Philippines); CRD 14 (commentaires de Australie), CRD 16 (version préparée par le Groupe de travail *ad hoc* en vue de considération par la Plénière).

utilisateurs des plans d'échantillonnage. Le Comité est convenu de convoquer à nouveau le Groupe de travail avant la prochaine réunion pour réviser les commentaires et faciliter la discussion sur la finalisation du document.

Statut de l'Avant-projet de Directives générales sur l'échantillonnage

19. Le Comité est convenu d'avancer l'Avant-projet de Directives générales sur l'échantillonnage, comme modifié pendant cette session, à l'étape 5 de la procédure en vue de son adoption par la 26^{ème} session de la Commission (voir l'Annexe IV).

CRITERES D'EVALUATION DES METHODES D'ANALYSE ACCEPTABLES AUX FINS DU CODEX (Point 4 de l'Ordre du jour)

AVANT-PROJET DE DIRECTIVES POUR L'EVALUATION DES METHODES D'ANALYSE ACCEPTABLES (Point 4a de l'Ordre du jour)³

20. La dernière session du Comité avait été d'accord pour développer des directives permettant d'évaluer des méthodes d'analyse à l'intention des Gouvernements, en plus des critères pour inclusion dans le Manuel de procédure. Le Comité exécutif a par la suite approuvé cette proposition en tant que nouveau travail, mais par manque de temps, l'Avant-projet de directives n'a pas pu être circulé dans le but d'obtenir des commentaires.

21. La Délégation du Royaume Uni a souligné les approches possibles qui pourraient être appliquées en rapport avec la question complexe de l'évaluation des méthodes d'analyse : identifier des paramètres de performance spécifiques et assigner des valeurs numériques à ceux-ci en conformité avec l'approche traditionnelle (Annexe II du document); ou bien identifier une approche "aptitude aux fins recherchées", en tenant compte de toutes les valeurs en définissant un seul paramètre ou une fonction d'aptitude (Annexe I). Les fonctions d'aptitude pourraient décrire la performance actuelle d'une méthode spécifique ("fonction caractéristique") et l'incertitude qui est appropriée aux fins recherchées pour un champ d'application spécifique. La Délégation a noté que le développement de ce concept relativement nouveau exigerait un travail substantiel, mais il sera particulièrement pertinent à la lumière de l'approche fondée sur la performance lors de la sélection des méthodes.

22. La Délégation des Philippines a soutenu cette approche parce qu'elle offrirait la possibilité aux pays en voie de développement de sélectionner les méthodes sur la base de leur caractère approprié aux fins recherchées et permettrait de choisir des méthodes avec une comparaison graphique de la fonction caractéristique avec la fonction d'aptitude.

23. Plusieurs délégations ont exprimé l'opinion que l'approche de "l'aptitude aux fins recherchées" était intéressante et devrait être considérée plus en détail dans le futur. Cependant, cela pourrait bien être un processus à long terme et à cette étape le Comité devrait fournir une orientation aux gouvernements en conformité avec l'approche traditionnelle.

24. Quelques délégations ont proposé d'inclure des exemples dans les Directives afin de faciliter leur application pratique. Il a été noté que des exemples pourraient ne pas apparaître dans le texte final des Directives qui contiendraient plutôt des recommandations d'ordre général. Cependant, ils pourraient être utilisés au cours du processus d'élaboration et seraient disponibles dans des documents de travail comme références pour les pays membres.

25. Le Comité a été d'accord que, pour faciliter les progrès, l'Avant-projet de Directives reflétant "l'approche traditionnelle" (Annexe II du document) soit circulé pour obtenir des commentaires à l'étape 3, alors que la section sur "l'aptitude aux fins recherchées" serait rédigée à nouveaux en vue de son étude ultérieure à la prochaine session. Le Comité a exprimé ses remerciements à la Délégation du Royaume Uni pour son travail d'ensemble et complet portant sur ces questions complexes.

Statut de l'Avant-projet de Directives pour l'évaluation de méthodes d'analyse acceptables

26. Le Comité a été d'accord pour faire circuler l'Avant-projet de Directives pour observations à l'étape 3 (voir l'Annexe VII). Le Comité a également été d'accord que la Délégation du Royaume Uni, assistée par un groupe⁴ de rédaction, révise le texte à la lumière des commentaires reçus et qu'elle développe aussi le document sur l'approche de "l'aptitude aux fins recherchées" en vue de son étude ultérieure à la prochaine session.

³ CX/MAS 02/4, CX/MAS 02/4-Add.2 (document sur des situations de litige préparé par la France), CRD 8 (commentaires de l'Inde), CRD 13 (commentaires des Philippines), CRD 17 (Proposition pour un nouveau travail sur les situations de litige)

⁴ Autriche, Finlande, France, Japon, Pays-Bas, Suisse, Etats-Unis

SITUATIONS DE LITIGE

27. Le Comité a rappelé qu'à sa dernière session il avait discuté les situations de litige dans le cadre de l'approche de critères et avait été d'accord pour que la Délégation de la France, en coopération avec d'autres pays, prépare un document traitant cette question.

28. La Délégation de la France a présenté un document basé sur certaines sections de l'ISO 4259:2000, et a proposé des procédures permettant de régler les litiges inter-laboratoires, dans l'absence de règles spécifiques prévues dans la spécification ou mentionnées dans la méthode test. Le document a offert une approche pas à pas pour identifier les causes de désaccord entre les laboratoires au sujet des résultats analytiques et pour faciliter un règlement. Sur cette base, la Délégation a proposé de prendre l'initiative d'un nouveau travail sur des directives prévoyant le règlement des litiges.

29. Quelques délégations ont exprimé l'opinion que bien que le document suive une approche scientifique, il était trop complexe aux fins du Codex et une approche plus simple et davantage pratique devrait être suivie, comme proposé dans les commentaires écrits de la Thaïlande. On s'est également référé aux recommandations précédentes du Comité sur les systèmes d'inspection et de certification des importations et des exportations alimentaires dont le but était que les recommandations dans ce domaine ne soient pas trop prescriptives⁵.

30. Après quelques discussions, il a été convenu que la Délégation de la France, en coopération avec les délégations de l'Australie, du Canada, de la Finlande, de la Nouvelle Zélande, des Pays-Bas, de la Suède, du Royaume Uni, et des Etats-Unis travailleraient au cours de la session pour proposer un plan révisé. Le résultat de ces discussions a été présenté au Comité dans le CRD 17 "Proposition pour un nouveau travail sur les situations de litige".

31. Le Comité a bien accueilli cette proposition et a reconnu que des litiges pouvaient provenir de différences dues à des différences d'échantillonnage; de différences dans les procédures analytiques; et de différences dans l'interprétation des résultats des tests. Certaines délégations ont donné leur soutien pour considérer tous les types de litiges, y compris les différences afférentes aux plans d'échantillonnage. Cependant, le Comité a été d'accord pour se concentrer à ce stade sur le règlement des différences se présentant dans les procédés analytiques, et de développer des directives qui traiteraient deux situations 1) une même méthode validée est utilisée par les deux laboratoires; 2) deux méthodes validées différentes sont utilisées par chacun des laboratoires. Les directives devront préciser comment ce désaccord apparent pourrait être résolu pas à pas.

32. Le Comité est convenu de commencer de nouveaux travaux sur un Avant-projet de Directives pour régler les litiges concernant les résultats analytiques (tests) devant être développé par la Délégation de la France en coopération avec un Groupe de rédaction⁶ pour examen à la prochaine session, sous réserve de l'approbation de la Commission.

PROJET D'AMENDEMENT AUX PRINCIPES RELATIFS A L'ELABORATION DES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE DU CODEX DANS LE MANUEL DE PROCEDURE (Point 4b de l'Ordre du jour)⁷

33. Le Comité a rappelé qu'à sa dernière session il avait approuvé en principe la démarche critères et proposé des amendements aux *Principes pour l'élaboration de méthodes d'analyse du Codex* et aux *Relations entre les Comités s'occupant de produits et les Comités s'occupant de questions générales* - Méthodes d'analyse et d'échantillonnage, qui ont été par la suite adoptés par la Commission et inclus dans le Manuel de procédure. En outre, le CCMAS avait proposé des Instructions de travail pour la mise en œuvre de la démarche critères. La Commission était convenue que le texte simplifié préparé par la Délégation de la Suède, en coopération avec le Japon et le Royaume-Uni, soit renvoyé au Comité sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage en vue de son étude ultérieure.

34. La Délégation du Royaume-Uni a rappelé le progrès réalisé grâce à l'adoption de la démarche critères et a souligné l'importance de fournir des instructions de travail aux Comités du Codex pour faciliter son application. Cette vue a été appuyée par plusieurs délégations.

35. La Délégation du Japon a appuyé l'adoption du texte, à l'exception de l'action rétroactive, et elle a exprimé quelques réserves quant à l'inclusion des définitions, compte tenu de ce que la terminologie proposée était encore en discussion tant dans les Etats membres qu'au niveau international.

⁵ ALINORM 01/30, para. 102

⁶ Australie, Canada, Finlande, Nouvelle Zélande, Pays-Bas, Philippines, Suède, Suisse, Royaume Uni, Etats Unis

⁷ CX/MAS 02/5, CX/MAS 02/5-Add. 1 (commentaires de la France, EC), CX/MAS 02/5-Add.2 (commentaires des Etats-Unis), CRD 8 (commentaires de l'Inde)

36. D'autres délégations ont souligné que les définitions étaient nécessaires dans le cadre de la démarche critères, étant entendu qu'elles seraient soumises à une révision ultérieure, et ont demandé une clarification en la matière. Le Secrétariat a indiqué que les définitions figurant au Manuel de la Procédure pouvaient être révisées sur une base régulière et qu'une note pouvait être incluse pour préciser qu'elles avaient été adoptées sur une base intérimaire et qu'elles étaient sujets à révision, comme dans le cas des définitions pour l'analyse à risques. Le Comité a été d'accord pour inclure une note à ces fins à la Terminologie analytique et que les révisions soient effectuées régulièrement, en tant que de besoin.

37. Le Comité a été d'accord pour procéder comme suit au sujet de l'action rétroactive. Les méthodes déjà adoptées par le Codex devraient rester comme elles le sont à présent, et la démarche critères ne devrait être appliquée que dans le cas des méthodes qui doivent encore être mises au point dans les normes du Codex ou approuvées par le CCMAS, exception faite pour les cas où une multiplicité de méthodes devait être considérée en vue de leur adoption pour les méthodes du Type III. Toutefois, il n'était pas été nécessaire d'inclure une section à ces fins dans les *Instructions de travail*.

38. La Délégation du Danemark, parlant au nom des Etats membres de l'Union européenne, a proposé d'appliquer la démarche critères pour les méthodes du Type II, en plus de celles du Type III. La Délégation des Etats Unis, tout en soutenant en principe la démarche critères pour les deux Types, a exprimé l'opinion que les méthodes du Type II ne devraient pas être éliminées avant que les situations de litige aient été résolues, et elle a également proposé d'inclure des exemples pour permettre de clarifier son application.

39. Plusieurs Délégations ont souligné que du point de vue scientifique il n'y avait pas de différence lors de la considération des méthodes des Types II et III et que les mêmes critères devraient être appliqués pour les deux. On a aussi fait remarquer que les méthodes du Type II étaient sélectionnées à partir des méthodes du Type III.

40. Le Comité a rappelé que le texte proposé n'était pas prescriptif et qu'il laissait la possibilité aux Comités du Codex ou au CCMAS de choisir soit une méthode spécifique ou des critères. Ceci serait appliqué pour chacun des deux Types et ce serait la responsabilité du Comité d'approuver la méthode ou les critères en conformité avec la disposition et les analytes concernés au cas par cas. Après un échange de vues, le Comité a été d'accord pour que la démarche critères soit appliquée aux méthodes du Type II et du Type III. Le Comité est par conséquent convenu d'amender les *Critères généraux régissant le choix des méthodes d'analyse à l'aide de la démarche critères* (adoptés en 2001) pour faire ressortir qu'ils s'appliquent également aux méthodes du Type II.

41. En ce qui concerne les exigences générales requises pour les méthodes, le Comité a discuté pour savoir si les méthodes du Type III devaient être testées en collaboration. Certaines délégations ont indiqué que cela n'était pas toujours possible, en particulier dans le cas des éléments trace. Il a été noté que cette question serait discutée d'une manière plus approfondie au Point 8 de l'Ordre du jour, mais en principe les études de collaboration seraient demandées pour les méthodes du Type III.

Statut des amendements proposés aux Principes pour l'élaboration de méthodes d'analyse du Codex (Instructions de travail pour l'application de la démarche critères)

42. Le Comité a été d'accord pour soumettre le projet d'*Instructions de travail pour l'application de la démarche critères* et l'amendement qui en résulte aux *Critères généraux régissant le choix des méthodes d'analyse à l'aide de la démarche-critères* au Comité sur les principes généraux pour approbation et à la Commission pour adoption et inclusion dans le Manuel de Procédure (voir l'Annexe II).

AVANT-PROJET DE DIRECTIVES SUR L'INCERTITUDE DES MESURES (Point 5 de l'Ordre du jour)⁸

43. Le Comité a rappelé qu'à sa dernière session on s'était mis d'accord pour faire circuler l'*Avant-projet de Directives* pour observations à l'étape 3 (Annexe V, ALINORM 01/23 par CL 2001/5-MAS), sous réserve d'approbation en tant que nouveau travail. L'élaboration de l'*Avant-projet de Directives* a été approuvée comme un nouveau travail par la 49^{ème} session (extraordinaire) du Comité exécutif (ALINORM 03/3, para. 21, Annexe III).

Aspects généraux

44. La Délégation de Malaisie, appuyée par d'autres délégations, a exprimé l'opinion que le terme "incertitude de la mesure" était largement utilisé alors que "la fiabilité de la mesure" n'avait pas encore été définie. Le Comité a donné son accord pour supprimer le terme de "fiabilité de la mesure" et tous les crochets se rattachant à cette terminologie dans l'ensemble du texte.

⁸ ALINORM 01/23, Annexe V, CL 2001/5-MAS, CX/MAS 02/6, CX/MAS 02/6-Add.1 (commentaire de la Nouvelle Zélande, de l'Espagne et de la Thaïlande), CX/MAS 02/6-Add.2 (commentaire des Etats-Unis), CRD 9 (commentaire du Brésil, de la Commission Européenne) et CRD 13 (commentaire des Philippines)

Introduction

45. Le Comité a reconnu que les recommandations concernant l'incertitude incluses dans la première phrase était une demande selon l'ISO/IEC 17025:1999 et en a modifié en conséquence le texte.

46. La Délégation de la Nouvelle Zélande, soutenue par la Délégation de l'Australie, a proposé de préciser que "tout résultat d'essai analytique simple ne se rapporte qu'à l'échantillon simple et qu'il fallait utiliser un plan d'échantillonnage statistiquement valable" pour éviter tout mauvais usage éventuel des Directives. Or, plusieurs délégations ont souligné que les Directives ne servaient qu'à couvrir l'incertitude de la mesure et non pas l'incertitude de l'échantillonnage, ainsi le texte actuel a été retenu. Le Comité a également noté que les questions rattachées à l'incertitude de l'échantillonnage et de la mesure seraient discutées sous une perspective plus générale au Point 9 de l'Ordre du jour.

47. Le Comité a accepté la proposition de la Délégation de la Nouvelle Zélande, à savoir d'ajouter une note en bas de page indiquant la nécessité de trouver un substitut satisfaisant pour la reproductibilité dans les cas où des études inter-laboratoires n'étaient pas possibles.

48. Le Comité a été d'accord pour clarifier la demande selon laquelle les laboratoires devraient être "en contrôle", comme proposé par les commentaires écrits du Brésil. Une note en bas de page se référant aux *Directives pour l'évaluation des compétences des laboratoires d'essais chargés du contrôle des importations et des exportations de denrées alimentaires* (GL 27-1997) a été incluse à ces fins, comme proposé par la Délégation du Royaume Uni. Le Comité a pris acte du fait que la référence au Guide 25 de l'ISO/IEC a été remplacé par l'ISO/IEC 17025:1999 et a donné son accord pour que la référence soit conformément mise à jour dans les Directives (GL 27-1997).

Recommandations

49. A la recommandation 2, la Délégation de la Nouvelle-Zélande a proposé que dans le cas où une estimation de l'incertitude avait été rendue disponible, la base selon laquelle elle était dérivée devrait être incluse. Cependant, ceci n'a pas été accepté puisque certaines Délégations ont souligné que de telles informations ne devraient être rendues accessibles que si cela était demandé par le client, conformément à la pratique courante.

50. La Délégation de la Nouvelle-Zélande, appuyée par l'Australie, a proposé d'ajouter une nouvelle recommandation pour demander que les résultats soient identifiés comme corrigés ou non corrigés et l'estimation du facteur de récupération appliqué. Néanmoins, le Comité a constaté que les facteurs de récupération étaient déjà couverts par les recommandations du Codex⁹ et il est convenu que les Directives offraient une orientation claire et spécifique sur l'incertitude de la mesure.

51. La Délégation de l'Irlande, tout en donnant son soutien aux objectifs actuels des Directives a souligné que l'incertitude de la mesure, les facteurs de récupération et d'autres éléments y afférents qui avaient été discutés à titre individuel devraient être considérés dans un cadre général vu que tous ces éléments affectaient l'utilisation des résultats analytiques.

Statut de l'Avant-projet de Directives sur l'incertitude des mesures

52. Le Comité est convenu de transmettre l'Avant-projet de Directives à la Commission en vue de son adoption à l'étape 5 de la Procédure (voir l'Annexe V).

APPROBATION DES DISPOSITIONS RELATIVES AUX METHODES D'ANALYSE FIGURANT DANS LES NORMES CODEX (Point 6 de l'Ordre du jour)¹⁰

53. Le rapport du Groupe de travail ad hoc chargé de l'approbation des méthodes d'analyse (CRD 1) dont la réunion a été tenue avant la session a été présenté par son président, le Dr. Pál Mólnar (Hongrie).

Questions générales

54. Le Comité a confirmé que les méthodes proposées par les comités sur les produits et les comités généraux du Codex en vue de leur approbation devaient correspondre aux normes du Codex ou aux normes se trouvant dans la procédure d'élaboration. Le Comité est convenu qu'en l'application de la procédure, les méthodes qui ne correspondaient pas à une disposition spécifique ne pouvaient pas être considérées en vue de leur approbation. En particulier, le Comité n'a pas considéré les méthodes transmises par le Groupe intergouvernemental spécial sur les jus de fruits et de légumes et a demandé au Groupe spécial d'identifier les méthodes qui ne correspondaient qu'aux dispositions spécifiques figurant dans les avant-projets de normes en cours d'élaboration.

⁹ Lignes - directrices de l'IUPAC pour l'utilisation des Informations de récupération au cours des mesures analytiques (CAC/GL 372001)

¹⁰ CX/MAS 02/7, CX/MAS 02/7-Add.1, CX/MAS 02/7-Add.2, CRD 1 (rapport du Groupe de travail), CRD 8 (commentaires de l'Inde), CRD 10 (commentaires de l'Argentine)

55. Le Comité a rappelé que lorsque des méthodes équivalentes existaient, elles devraient être toutes énumérées dans une liste, et que les organisations concernées étaient invitées à fournir les références pertinentes en vue de leur introduction dans la liste des méthodes.

56. Le Comité a reconnu que toutes les informations sur la validation des méthodes devaient être accessibles et que les méthodes devaient être entièrement traçables, en effet, il était important de vérifier que ces informations existaient et qu'elles étaient accessibles aux utilisateurs, lorsqu'on souhaitait prendre une décision sur l'approbation des méthodes.

Graisses et huiles

57. En ce qui concerne les méthodes sur les matières grasses tartinables et mélanges tartinables, l'AOAC 986.15 a été retenu comme seule méthode servant à la détermination de l'arsenic, puisque les autres méthodes n'étaient plus disponibles, et il a été noté que l'approbation serait sujet à la finalisation d'une limite maximale quant à l'arsenic. On a également demandé au Comité sur les graisses et les huiles de clarifier les calculs permettant de déterminer la "graisse du lait", vu que la méthode proposée s'appliquait à l'acide butyrique.

Chocolat et produits de chocolat

58. Le Comité a approuvé la méthode proposée pour la détermination de la graisse végétale dans le chocolat et les produits de chocolat avec une mise à jour de référence de la méthode AOCS pour la détection des produits de dégradation du stérol dans les graisses végétales raffinées.

Lait et produits laitiers

59. Le Comité a noté qu'il n'y avait pas eu de réponses de la part du Comité sur le lait et les produits laitiers quant à certaines questions précédentes et il n'a pas approuvé les méthodes concernées, ceci étant fonction d'une clarification ultérieure de la part du Comité. La méthode AOAC 947.05 a été provisoirement approuvée, en attendant une clarification du type de méthode demandé. Les autres méthodes ont été approuvées et des références additionnelles aux méthodes équivalentes ont été ajoutées là où cela s'est avéré nécessaire. Le Comité a approuvé les méthodes équivalentes proposées seulement pour le Type I de la graisse du lait sur extrait sec pour le "cottage cheese", tout en notant que d'autres méthodes avaient été approuvées comme Type I pour des fromages individuels.

Poissons et produits de la pêche

60. Le Comité a noté que la méthode sur l'activité de l'eau était appliquée pour les légumes en conserve et il a demandé une clarification sur son utilisation pour les anchois bouillis séchés salés. La Délégation de la Finlande a indiqué qu'il y avait une méthode NMKL pour la détermination de l'activité de l'eau (NMKL 168(2001)). La méthode pour la détermination des cendres acides insolubles a été renvoyée au Comité sur les poissons et les produits de la pêche pour obtenir des informations supplémentaires sur la validation de la méthode.

Aliments irradiés

61. Le Comité a rappelé les discussions de la Commission concernant la disponibilité des méthodes et la possibilité de les appliquer dans les pays en voie de développement. L'Observateur de la CE a informé le Comité que trois méthodes sur les nouvelles méthodes étaient facilement applicables et n'exigeaient pas d'installations onéreuses, et il a également rappelé que toutes ces méthodes avaient été entièrement validées.

62. La Délégation de l'Australie, tout en se référant aux commentaires écrits de l'Argentine, a exprimé l'opinion que les résultats n'étaient pas représentatifs du pourcentage actuel des faux positifs et négatifs pour les produits alimentaires irradiés et non irradiés (méthode EN 13784:2001). L'Observateur de la CE a expliqué les résultats des études inter-laboratoires, en particulier l'existence de faux positifs et négatifs.

63. Le Comité a approuvé les quatre nouvelles méthodes proposées et il a remplacé la méthode générale EN 1788 :1996 par sa version mise à jour EN 1788 :2001. La référence à la méthode NMKL 137 (2002) qui avait été validée pour la viande crue hachée a également été ajoutée à la méthode EN 13783 :2001.

Additifs et contaminants

64. Le Comité a approuvé les méthodes sur les additifs et contaminants correspondant aux dispositions spécifiques en cours de considération ou incluses dans des normes adoptées. La méthode EN 12955:1999-07 a été approuvée vu qu'elle s'applique à la somme des aflatoxines dans les arachides, pour lesquelles un niveau maximum avait été établi¹¹. Le Comité a rappelé que plusieurs méthodes avaient été approuvées précédemment sur les aflatoxines et elles ont été incluses dans le Tableau à titre de référence. Après une discussion sur la nécessité d'amendements

¹¹ CODEX STAN 209-1999: 15 µg/kg pour les aflatoxines totales dans les arachides destinées à une transformation ultérieure

quant au type des méthodes actuelles, il a été convenu de retenir AOAC 991.31 pour les aflatoxines totales dans les arachides crues en tant que Type II et d'approuver EN 12955:1999-07 en tant que Type III.

65. Le Comité a été d'accord pour supprimer la méthode pour les aflatoxines dans le maïs qui avait été approuvée dans le passé puisqu'il n'y avait pas de niveau maximum pour les aflatoxines dans le maïs.

66. Le Comité, tout en rappelant que les méthodes pour le cyclamate et la saccharine avaient été approuvées dans le passé¹², a considéré si des changements étaient nécessaires pour le statut d'approbation. Il y a eu un accord pour retenir le NMKL 122(1997) pour la saccharine dans les boissons et les produits de confiserie en tant que Type II et pour approuver EN 12586: 1999-04 pour la saccharine dans tous les aliments en tant que Type III. Quant aux cyclamates, le Comité a approuvé EN 12587:1999-04 en tant que Type II et a retenu la méthode actuelle NMKL 123 (1998) en tant que Type III. Les méthodes proposées pour les nitrates/nitrites dans les produits de viande ont été provisoirement approuvées sous réserve de la publication définitive des résultats de la validation.

Fruits et légumes traités

67. Le Comité a demandé une clarification du Comité sur les fruits et légumes traités au sujet de la disposition et/ou produit concerné(e) par la détermination du pH et des sulfites. Il a été noté qu'une méthode générale pour les sulfites avait été approuvée et qu'elle s'appliquait aux fruits et légumes traités. Le Comité a également recommandé que le Comité sur les produits considère l'ISO 1842:1991 vu que cette méthode était spécifique pour le pH dans les fruits et légumes traités, si la détermination du pH était demandée dans la norme en cours d'examen.

68. Le Comité a demandé une clarification sur l'amendement proposé à l'AOAC 968.30 sur la détermination du poids égoutté, et pour savoir comment les sections 2.1 ou 2.2 devaient être amendées.

69. Le Comité n'a pas approuvé les méthodes sur l'humidité, les solides autres que la matière grasse, la matière grasse totale et les solides totaux pour les produits aqueux de noix de coco puisque les méthodes s'appliquaient au lait.

70. Le Comité a supprimé les méthodes sur l'acidité, le sel et le poids égoutté pour les pickles vu qu'il n'y avait pas de dispositions pertinentes dans le Projet de norme. Il a rappelé que la méthode proposée comme Type IV pour le plomb avait été provisoirement approuvée depuis 1998 et il a demandé au Comité sur les produits si cette méthode était nécessaire vu qu'une méthode générale du Codex existait déjà comme Type II. En ce qui concerne la détermination de l'acide benzoïque et des sorbates, il a été recommandé que le Comité considère des méthodes plus modernes (chromatographie en phase liquide comme la méthode NMKL 124 (1997)).

CONSIDERATION DES METHODES POUR LA DETECTION ET L'IDENTIFICATION DES ALIMENTS DERIVES DES BIOTECHNOLOGIES : APPROCHE GENERALE ET CRITERES POUR LES METHODES (Point 7 b de l'Ordre du jour)¹³

71. La Délégation de l'Allemagne a introduit le document et a indiqué que selon la demande du Comité sur l'étiquetage des denrées alimentaires et du Groupe intergouvernemental spécial sur les aliments dérivés des biotechnologies de considérer les méthodes d'analyse pour les aliments dérivés des biotechnologies, l'Allemagne et le Royaume-Uni avaient préparé un document offrant une description du statut actuel de la méthodologie et des problèmes qui devraient être traités. La Délégation a informé le Comité du fait que la présence d'un organisme génétiquement modifié ou de ses dérivés pouvait être accomplie par la détection soit des séquences ADN présentes résultant de la recombinaison ou de la protéine codée par le gène inséré.

72. La Délégation a souligné que les méthodes à base de protéine étaient bon marché, qu'elles offraient une haute sélectivité et sensibilité, cependant comme les protéines étaient dénaturées pendant le traitement ces techniques étaient principalement appropriées pour l'analyse des matières premières et n'étaient pas applicables pour des produits alimentaires hautement transformés. Il a également été noté que ces méthodes ne pouvaient pas être utilisées lorsque la protéine n'était pas exprimée dans l'aliment. Des méthodes pour la détection de marqueurs ADN basés sur la réaction en chaîne de polymérase (PCR) ont été utilisées dans diverses analyses alimentaires et ont été largement utilisées pour détecter les produits dérivés de modification génétique dans les aliments pendant de nombreuses années, et que les modifications de la méthode PCR étaient aussi largement utilisées. Une méthode typique comprenait plusieurs phases comme l'extraction et la purification, l'amplification par PCR et la détection /

¹² ALINORM 97/23A, Annexe V

¹³ CX/MAS 02/9; CRD 5 et CRD 15 (commentaires de la France); Document d'information soumis par le Japon contenant deux méthodes analytiques sur les OGMs „Nouvelles molécules de référence pour la quantification du maïs et du soja génétiquement modifiés”, Journal AOAC International, Vol. 85, No 5, 2002 et „Validation des analyses PCR en temps réel pour la Ligne spécifique quantification du maïs et du soja génétiquement modifiés en utilisant de nouvelles molécules de référence”, Journal AOAC International, Vol. 85, No 5, 2002.

quantification. De ce point de vue la Délégation a attiré l'attention du Comité sur les questions spécifiques se présentant dans les domaines des essais de compétence, l'utilisation des critères de performance et de la nécessité de la quantification du seuil vu que les résultats des investigations indiquaient des difficultés en mesurant de bas niveaux du matériel génétiquement modifié dans les aliments transformés. La Délégation a souligné que les méthodes décrites dans le document pourraient être utilisées si toutes les informations sur la séquence et le matériel de référence standard étaient disponibles.

73. Au vu de l'absence de dispositions précises sur les OGM et des difficultés rencontrées lors de l'application pratique de la méthodologie dans ce domaine, la Délégation a proposé de développer des recommandations concernant les mesures de contrôle de qualité dans les laboratoires offrant des analyses OGM et sur les critères spécifiques pour les méthodes d'analyse.

74. La Délégation de la France a attiré l'attention du Comité sur les problèmes de base existant encore en rapport avec la double source d'incertitude, l'une provenant de la mesure et l'autre de la courbe de calibration utilisée. La Délégation a également attiré l'attention sur les CRD 5 et 15 en proposant des critères qui pourraient être utilisés pour le contrôle des OGM dans les produits alimentaire transformés.

75. La Délégation du Royaume Uni a exprimé l'opinion que le document présenté était un très bon point de départ offrant une description des méthodologies couramment utilisées pour la détection des OGMs et a souligné que vu les développements méthodologiques futurs, comme l'utilisation de la spectrométrie de masse, il était indispensable de travailler en continu dans ce domaine. La Délégation a souligné que l'analyse des OGMs était très difficile à cause des très petites quantités d'analyte en particulier dans certains produits alimentaires comme les biscuits, et que les problèmes méthodologiques fondamentaux se présentant en rapport avec la distribution des résultats, les essais en collaboration, la disponibilité de matériels de référence devraient trouver une solution avant de continuer plus avant. La Délégation a mis l'accent sur le fait que la démarche critères devrait être la plus adaptée à ce domaine de l'analyse.

76. La Délégation de l'Irlande a attiré l'attention du Comité sur l'existence du réseau des laboratoires faisant de la recherche sur les OGM et a souligné la nécessité d'un meilleur partenariat entre les agences réglementaires et l'industrie dans ce domaine spécifique.

77. Plusieurs délégations ont souligné les difficultés liées à la disponibilité des matériels de référence et le Comité a constaté que l'accès aux matériels de référence génétiquement modifiés était d'une importance primordiale pour les laboratoires chargés de l'analyse de ces produits.

78. L'observateur de l'ISO a informé le Comité de ce que 37 experts représentant 25 Etats membres travaillaient dans le Groupe de travail No 7 (ISO/TC 34/WG 7 "Organismes génétiquement modifiés et produits dérivés") en collaboration étroite avec le Groupe de travail No. 11 du CEN/TC 275 sur sept questions différentes concernant l'analyse des OGM et a indiqué qu'il y avait une bonne coopération entre les pays participants au niveau mondial.

79. De nombreuses délégations et observateurs ont souligné la complexité des questions rattachées à l'analyse des OGM et ont donné leur soutien pour que des travaux ultérieurs soient réalisés sur ces questions.

80. Le Comité est parvenu à la conclusion que l'approche de critères devrait être appliquée lors de la sélection de l'analyse pour les produits alimentaires contenant du matériel génétiquement modifié.

81. Le Comité a été d'accord pour que le Groupe de travail dirigé par l'Allemagne et le Royaume Uni mette à jour et développe d'une manière plus approfondie le document préparé pour cette session et qu'il prépare des recommandations pour les mesures de contrôle de qualité dans les laboratoires et des critères pour les méthodes d'analyse en vue de sa discussion à la prochaine session du Comité. Les pays et les organisations internationales suivants ont exprimé leur volonté de participer à ce travail : l'Argentine, l'Australie, le Brésil, le Canada, l'Egypte, la France, l'Iran, l'Irlande, l'Italie, le Japon, la Malaisie, les Pays-Bas, les Philippines, les Etats-Unis, la Commission européenne, AOAC, AOCS, EUROPABIO, ISO.

CONSIDERATION DES METHODES POUR LA DETECTION ET L'IDENTIFICATION DES ALIMENTS DERIVES DES BIOTECHNOLOGIES: METHODES SOUMISES PAR LE GROUPE INTERGOUVERNEMENTAL SPECIAL SUR LES ALIMENTS DERIVES DES BIOTECHNOLOGIES (Point 7 a de l'Ordre du jour)¹⁴

82. Le Comité a rappelé que la Délégation de l'Allemagne avait compilé la Liste des méthodes préparée en réponse à la CL 2001/18-FBT et que la troisième session du Groupe de travail intergouvernemental spécial sur les aliments dérivés des biotechnologies avait transmis la liste convenue au CCMAS pour examen. Le Comité a exprimé ses remerciements au Groupe spécial et à la Délégation de l'Allemagne pour avoir effectué ce travail considérable.

¹⁴ CX/MAS 02/8

83. La Délégation de l'Allemagne a souligné l'importance de la liste en tant que référence qui pourrait être utile pour les Gouvernements membres. La Délégation a suggéré que cette liste soit étudiée par le Groupe de travail ad hoc créé plus tôt (voir paragraphe 81 ci-dessus).

84. La Délégation des Pays-Bas, soutenue par l'Allemagne, a proposé que cette liste soit transmise au Comité sur l'étiquetage des denrées alimentaires pour faciliter l'établissement des dispositions sur l'étiquetage des OGM.

85. La Délégation des Etats-Unis a exprimé l'opinion que les méthodes ne devraient pas être sélectionnées en l'absence de dispositions et que c'était la responsabilité du Comité sur l'étiquetage des denrées alimentaires d'établir des exigences d'étiquetage.

86. Le Comité a constaté que la liste offrait un très bon aperçu sur les méthodes actuellement utilisées par les Gouvernements membres dans le domaine de l'analyse du matériel génétiquement modifié et qu'elle était disponible dans le document CX/MAS 02/8 à titre de référence. Néanmoins le Comité a été d'accord pour indiquer que la sélection ou l'approbation des méthodes sans dispositions appropriées n'était pas possible. Il a également rappelé sa décision précédente selon laquelle il fallait se concentrer sur la démarche critères (voir par. 81) et a été d'accord pour informer le Comité sur l'étiquetage des denrées alimentaires en la matière.

VALIDATION DES METHODES PAR UN SEUL LABORATOIRE: CONSIDERATION DES DIRECTIVES UICPA HARMONISEES POUR LA VALIDATION INTERNE DES METHODES D'ANALYSE (Point 8a de l'Ordre du jour)¹⁵

87. Le Comité a rappelé que la validation par un seul laboratoire était étudiée aux fins du Codex en particulier dans le domaine de l'analyse des résidus et qu'à sa dernière session il avait été d'accord de considérer la version publiée des *Directives harmonisées de l'UICPA pour la validation interne des méthodes d'analyse* en vue de leur adoption par référence. Il a également rappelé que la version finale des Directives mentionnées récemment publiées avait été distribuée pour recueillir des commentaires.

88. La Délégation du Royaume Uni a attiré l'attention du Comité sur le fait que les *Directives harmonisées pour la validation des méthodes d'analyse par un seul laboratoire de l'IUPAC* n'étaient pas destinées à représenter un manuel détaillé, mais qu'il s'agissait plutôt d'un document cadre. Celui-ci contenait des références à des protocoles pour la validation de méthodes par un seul laboratoire et pouvait être utilisé aux fins du Codex. La Délégation a indiqué que cette question avait été étudiée à la 15^{ème} IAM et qu'un certain nombre de nouveaux développements se présentaient dans l'UE, le NMKL, l'IAEA et l'UICPA et que l'IAM préparerait un compendium des documents disponibles sur la validation par un seul laboratoire.

89. De nombreuses délégations ont donné leur soutien à la proposition de la Délégation du Royaume-Uni, à savoir d'adopter les Directives de l'UICPA aux fins du Codex par référence.

90. La Délégation de l'Irlande a attiré l'attention du Comité sur le Guide EURACHEM "*Aptitude aux fins des méthodes analytiques*" qui pourrait apporter un guide utile aux laboratoires de produits alimentaires en cas d'une validation par un seul laboratoire.

91. La Délégation du Japon, tout en ne s'opposant pas à l'adoption des Directives mentionnées ci-dessus par référence, a attiré l'attention du Comité sur le fait qu'il y avait des différences quant aux définitions entre les Directives et les définitions actuelles figurant dans le Manuel de procédure du Codex, pour cette raison il était nécessaire d'assurer une cohérence et une exactitude à travers ces textes et les définitions présentées dans le Manuel de procédure devaient avoir la prééminence. Certaines délégations ont indiqué que la terminologie n'était pas complètement harmonisée entre diverses organisations internationales. Il a été souligné que les définitions du Manuel pouvaient demander une mise à jour pour prendre en compte les développements afférents à la terminologie analytique sur le plan international: Cette vue a été soutenue par quelques délégations.

92. La Délégation de la République Tchèque a indiqué que dans le passé il y a eu des cas où les textes adoptés par référence avaient des définitions légèrement différentes, pour cette raison elle a proposé de réviser et de mettre à jour les définitions figurant dans le Manuel de procédure.

93. Après quelques discussions, le Comité a donné son accord pour inclure une note en bas de page afin de signaler que les définitions s'appliquaient uniquement aux fins des Directives et n'étaient pas en général applicables aux fins du Codex.

94. Le Comité a été d'accord pour que l'approche préférée corresponde toujours à des études collaboratives et seulement là où ce n'était pas possible il a proposé d'appliquer la validation par un seul laboratoire.

¹⁵ CX/MAS 02/10; CX/MAS 02/10-Add.1(commentaires des Etats-Unis); CRD 12 (commentaires du Brésil, de la République Tchèque); CRD 13 (commentaires des Philippines)

95. Le Comité est convenu de recommander à la 26^{ème} session de la Commission d'adopter les *Directives harmonisées de l'UICPA pour la validation des méthodes d'analyse par un seul laboratoire* par référence aux fins du Codex (voir l'Annexe III). Il a aussi été d'accord pour prendre l'initiative de la révision des définitions contenues dans le Manuel de procédure du Codex (Terminologie analytique pour l'utilisation du Codex), ceci étant sujet à l'approbation de la Commission en tant que nouveau travail. Une lettre circulaire demandant des commentaires sur les définitions courantes serait envoyée à ces fins.

EXIGENCES POUR LA VALIDATION PAR UN SEUL LABORATOIRE AUX FINS DU CODEX (Point 8b de l'Ordre du jour)¹⁶

96. Le Comité a rappelé qu'à sa dernière session il avait étudié l'utilisation de la validation par un seul laboratoire aux fins du Codex, en tenant compte des activités des organisations internationales et du travail en cours au sein des autres Comités du Codex, et a été d'accord pour que la Délégation des Pays-Bas développe davantage les exigences générales afférentes à la validation par un seul laboratoire aux fins du Codex.

97. La Délégation des Pays-Bas a souligné l'importance de la validation par un seul laboratoire dans le domaine de l'analyse des résidus et afin de prévoir les nouveaux risques elle a proposé d'inclure dans le Manuel de procédure les critères sur les méthodes de validation par un seul laboratoire. Le Comité a considéré les *Critères généraux* proposés et a fait les amendements suivants.

98. Le Comité a noté que les Directives de l'UICPA ne représentaient pas un protocole, mais comprenaient une référence aux protocoles internationaux et en conséquence il en a modifié le texte.

99. Le Comité a été d'accord pour que la méthode validée par un seul laboratoire soit introduite dans un "système de qualité" plutôt que dans "un système d'assurance qualité". Après discussion, on a été d'accord pour que la référence à l'accréditation soit supprimée et de préciser que le système devait satisfaire aux dispositions de l'ISO/IEC 17025.

100. La Délégation de l'Allemagne a exprimé l'opinion que la référence inter-laboratoires pouvait être assurée par trois méthodes, à savoir : a) étalonnage utilisant des matériels de référence; b) comparaison des résultats atteints par d'autres méthodes et c) participation systématique à des essais d'aptitude. La Délégation des Pays-Bas a souligné l'importance des protocoles de tests d'aptitude qui devraient être considérés comme une priorité pour fournir des références externes. Après un échange de vues, le Comité a été d'accord pour supprimer le troisième alinéa des Critères qui énuméraient ces trois options.

101. A la suite de ces discussions, le Comité est convenu que le texte suivant serait acceptable :

Critères généraux pour l'acceptation des méthodes d'analyse validées par un seul laboratoire

En particulier, dans le cas de méthodes multi-analyse multi-substrat et de nouveaux risques, les méthodes validées inter-laboratoires pourraient ne pas être disponibles ou elles seraient non appropriées. Les critères utilisés pour sélectionner une méthode comprennent les Critères généraux pour la sélection des méthodes d'analyse, si cela est approprié. En outre, les méthodes validées par un seul laboratoire doivent répondre aux critères suivants :

- i. la méthode est validée en conformité avec un protocole reconnu sur le plan international (par exemple, ceux mentionnés dans les *Directives harmonisées de l'UICPA pour la validation des méthodes d'analyse par un seul laboratoire*)
- ii. la méthode validée par un seul laboratoire est incorporée dans un système de qualité correspondant à l'ISO/IEC 17025

102. Cependant, le Comité n'a pas pu se mettre d'accord au sujet des modalités de son incorporation dans le Manuel de procédure. Il a été rappelé que ces *Critères généraux* avaient été proposés pour être inclus après les *Critères généraux pour la sélection des méthodes d'analyse utilisant la démarche critères* et n'ont pas été associés à un type spécifique de méthode au cours des discussions précédentes. Cependant quelques délégations ont exprimé l'opinion que ces recommandations ne pouvaient pas être introduites dans le Manuel en tant que critères généraux, mais devraient être restreintes aux méthodes du Type IV parce que les méthodes des Types II et III devaient être testées en collaboration.

103. D'autres délégations ont rappelé que l'objectif de la validation par un seul laboratoire était de permettre l'utilisation de méthodes de référence qui ne serait autrement pas disponibles et que les exigences actuelles pour le type de méthode devait être modifiées en conséquence. On a également souligné qu'il n'était pas nécessaire d'appliquer des exigences additionnelles aux méthodes du Type IV et que l'inclusion de critères pour la validation par un seul laboratoire n'était pas pertinente si, en général, ils n'étaient pas applicables.

¹⁶ CX/MAS 02/11

104. Le Comité n'a pas pu parvenir à une conclusion sur un amendement au Manuel de procédure et a été d'accord pour informer le Comité sur les résidus de pesticides, le Comité sur les résidus de médicaments vétérinaires dans les aliments et le Comité sur les additifs alimentaires et les contaminants vu que l'utilisation de la validation par un seul laboratoire était particulièrement importante pour leur travail.

VALIDATION PAR UN SEUL LABORATOIRE: VALIDATION DES METHODES PAR L'UTILISATION DES RESULTATS DE SYSTEMES D'ESSAIS D'APTITUDE (Point 8c de l'Ordre du jour)¹⁷

105. Le Comité a rappelé que la dernière session avait donné son accord pour étudier un document sur la validation des méthodes d'analyse par l'intermédiaire des résultats provenant des systèmes d'essais d'aptitude. La Délégation du Royaume Uni a présenté le document et a souligné que dans certaines situations il y avait une possibilité de valider les méthodes s'il y avait suffisamment de participants dans le système d'essais d'aptitude qui utilisaient la même méthode d'analyse définie ou une méthode ayant été prévue par des coordinateurs. La Délégation a indiqué que cette approche était mieux applicable dans les domaines de l'analyse microbiologique et des OGM et que les annexes du document offraient des exemples pratiques sur la validation de la méthode pour la numération de *Listeria monocytogenes* dans la viande et les produits carnés et sur l'analyse statistique des résultats provenant d'un système d'essais d'aptitude continu.

106. La Délégation a attiré l'attention du Comité sur le fait que le Protocole international harmonisé pour les essais d'aptitude des laboratoires analytiques (chimiques) serait révisé dans un proche avenir, pour cette raison elle a proposé qu'il serait utile que la question de la validation des méthodes par l'utilisation des résultats des essais d'aptitude soit soulevée au cours de la révision du Protocole harmonisé.

107. La Délégation de la Pologne a souligné l'utilité du document et que le protocole révisé offrira une orientation en ce qui concerne la validation des méthodes. De nombreuses délégations ont soutenu cette vue, en particulier s'il était possible qu'il serve de guide lors de la conception des systèmes d'essais d'aptitude.

108. Le Comité a exprimé ses remerciements à la Délégation du Royaume-Uni pour ce précieux document et a soutenu les recommandations y figurant. Il est convenu d'encourager l'UICPA à continuer de travailler dans ce domaine.

UTILISATION DES RESULTATS ANALYTIQUES: ECHANTILLONNAGE, RELATIONS ENTRE LES RESULTATS ANALYTIQUES, L'INCERTITUDE, LES FACTEURS DE RECUPERATION ET LES SPECIFICATIONS DANS LES NORMES DU CODEX (Point 9 de l'Ordre du jour)¹⁸

109. Le Comité a rappelé qu'à sa dernière session il avait noté qu'un certain nombre de décisions qui pourraient être adoptées par les responsables de l'application des dispositions analytiques du Codex affectaient directement les décisions pour savoir si un lot était conforme aux exigences du Codex et pour cette raison il a été proposé qu'un document soit préparé pour examiner les questions concernées.

110. La Délégation du Royaume-Uni a présenté le document et a indiqué que les décisions concernant l'acceptabilité d'un lot ou d'un échantillon devraient être basées sur un concept qui prenne en compte les considérations d'échantillonnage et d'analyse. La Délégation a souligné qu'à l'heure actuelle il n'y avait pas d'entente et d'interprétation communes sur les résultats analytiques parmi les membres du Codex et par conséquent différentes décisions pouvaient être prises suite à l'analyse d'un même échantillon. La Délégation a indiqué que cela pouvait se présenter parce que certains pays prenaient en compte l'incertitude pour l'interprétation des résultats alors que d'autres ne le faisaient pas et que des régimes d'échantillonnage différents étaient utilisés. La Délégation a indiqué que des approches indiquant la façon selon laquelle ces problèmes pouvaient trouver une solution avaient été présentées dans les annexes du document. La Délégation a proposé que si les Comités sur les produits développaient des spécifications, ils devraient le faire tout en observant dûment les facteurs qui affectaient l'interprétation des spécifications. Par conséquent les Comités sur les produits devraient donner une orientation claire au Comité sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage sur la manière selon laquelle il souhaitait que les spécifications du Codex soient appliquées.

111. De nombreuses délégations ont souligné l'importance de cette question pour pouvoir assurer une logique cohérente à travers le Codex et elles ont soutenu les efforts déployés dans ce domaine.

112. L'Observateur de la CE a souligné que cette question était d'une importance majeure vu que les questions rattachées à la correction pour l'incertitude des mesures, la récupération et l'incertitude de l'échantillonnage avaient des conséquences qui ne pouvaient être ignorées. L'Observateur a informé le Comité sur les travaux en

¹⁷ CX/MAS 02/12; CRD 12 (commentaires des Philippines)

¹⁸ CX/MAS 02/13

cours à la CE dans ce domaine et a indiqué qu'un projet de document était disponible en la matière à des fins d'information.

113. La Délégation de l'Allemagne a indiqué que du point de vue scientifique, il fallait prendre en compte l'incertitude et qu'il était cohérent avec la nécessité de prouver "au-delà d'un doute raisonnable" qu'une limite avait été dépassée. La Délégation a souligné qu'il devrait y avoir un mécanisme assurant que les produits soient traités de manière cohérente, et a proposé de travailler sur les recommandations générales pour les Comités sur les produits.

114. La Délégation des Pays-Bas a attiré l'attention du Comité sur le fait que dans le domaine des résidus des pesticides il n'y avait pas de correction pour la récupération, alors que dans d'autres domaines il y avait une correction et il n'était pas suffisamment clair à qui les recommandations devraient être adressées. La Délégation a donc proposé de faire les changements pertinents dans le Manuel de procédure pour s'assurer que les Comités sur les produits appliquent une approche constante quant à cette question.

115. La Délégation de l'Irlande a indiqué que cette question avait été rattachée à des situations de litige concernant des erreurs analytiques et d'échantillonnage, et a suggéré de procéder de manière progressive en formulant des directives très pragmatiques. La Délégation a informé le Comité que l'Organisme international chargé de l'accréditation des laboratoires avait établi des directives en la matière, celles-ci étaient accessibles à partir de leur site web (www.ilac.org).

116. Quelques délégations ont été de l'opinion qu'avant de continuer à procéder plus avant, ce problème devrait être résolu par les Comités sur les produits car ils devraient considérer comment les résultats analytiques seraient utilisés lorsqu'ils établissaient des dispositions figurant dans les normes du Codex.

117. Le Comité est convenu de soumettre ce document contenant des notes explicatives (CX/MAS 02/12) aux Comités sur les produits pour examen et commentaires. Le Comité a également été d'accord pour transmettre ce document au Comité sur les systèmes d'inspection et de certification des importations et des exportations alimentaires et pour demander son avis dans la mesure où les questions ayant trait à l'inspection y sont mentionnées.

RAPPORT DE LA REUNION INTER-INSTITUTIONS SUR LES METHODES D'ANALYSE (Point 10 de l'Ordre du jour)¹⁹

118. Le Président de l'IAM (le Dr. Roger Wood) a présenté le projet du rapport de la 15^{ème} Réunion inter-institutions et a informé le Comité que plusieurs questions concernant le travail du Comité avaient été discutées, ainsi la qualité de membre de l'IAM, l'approche critères, la validation par un seul laboratoire, le compendium/recueil électronique des méthodes analytiques (e-CAM), les essais de compétence et l'harmonisation de la terminologie analytique etc.

119. Le Dr. Wood a noté qu'un recueil électronique des méthodes analytiques (e-CAM) a été introduit en tant que projet AOAC. Il a été indiqué que le système fournirait des informations résumées qui seraient utiles lorsque l'approche critères sera adoptée au Codex. Il a également été noté que e-CAM sera rédigé à nouveau par l'AOAC et deviendra accessible pour tous les membres de l'IAM.

120. Le Dr. Wood a aussi indiqué qu'il serait possible de fournir des informations indiquant si les méthodes d'analyse spécifiques peuvent être validées par les résultats d'essais d'aptitude si un nombre suffisant de participants utilisaient une méthode bien définie. Dans ce contexte il a noté que l'UICPA serait prête à considérer la révision du Protocole harmonisée international sur les essais d'aptitude.

121. La Délégation de la France soutenue par d'autres délégations et observateurs a demandé une clarification concernant la qualité de membre de l'IAM en vue de ses termes de référence. Le Comité a noté que la révision de la qualité de membre de l'IAM était une affaire interne propre à l'IAM.

122. Quant aux questions soulevées dans le rapport de l'IAM sur la mise à jour des références pour les méthodes dans les publications du Codex, le Secrétariat a indiqué que seuls les amendements proposés par les Comités du Codex, approuvés par le Comité sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage et adoptés par la Commission pouvaient être inclus dans les publications révisées du Codex après chaque session de la Commission. Toute proposition visant à mettre à jour les méthodes devraient être soumises au Comité du Codex compétent. Il a également été rappelé que les pays membres et les organisations internationales avaient la possibilité de soumettre des commentaires sur l'approbation des méthodes d'analyse en vue de leur examen par la Commission.

¹⁹ CRD 2 (Rapport de la 15^{ème} Réunion des organisations internationales travaillant dans le domaine des méthodes d'analyse et d'échantillonnage (Réunion inter-institutions))

123. Le Comité a exprimé ses remerciements à l'IAM pour son travail constructif et sa contribution au travail du Comité et a noté que le rapport final de l'IAM serait placé sur le site web de l'AOAC sur: <http://www.aoac.org/>

AUTRES QUESTIONS ET TRAVAUX FUTURS (Point 11 de l'Ordre du jour)

124. Le Comité a pris note de ce que suite aux discussions de la présente session, la prochaine session examinerait les questions suivantes:

- Projet de Directives générales d'échantillonnage
- Projet de Directives sur l'incertitude des mesures
- Avant-projet des Directives sur l'évaluation de méthodes d'analyse acceptables
- Avant-projet de Directives pour régler les litiges concernant les résultats analytiques (tests)
- Critères pour les méthodes pour les aliments dérivés des biotechnologies
- Méthodes d'analyse pour la détermination des dioxines
- Approbation des méthodes dans les normes du Codex
- Révision des définitions actuelles figurant au Manuel de procédure
- Considération de l'utilisation des résultats analytiques

DATE ET LIEU DE LA PROCHAINE SESSION (Point 12 de l'Ordre du jour)

125. Le Comité a été informé que la 25^{ème} session du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage était provisoirement prévue comme devant avoir lieu à Budapest au printemps 2004. La date et le lieu exacts seront déterminés par le gouvernement hôte et le Secrétariat du Codex. Le Comité a également été informé que le Comité se réunirait sur une base annuelle après sa 25^{ème} session.

ETAT D'AVANCEMENT DES TRAVAUX

Sujet	Etape	Mesure à prendre par:	Référence dans ALINORM 03/23
Amendements proposés au Manuel de procédure - Amendements aux <i>Critères généraux régissant le choix des méthodes d'analyse utilisant la démarche critères</i> - Nouvelle section sur <i>Instructions de travail pour faciliter l'application de la démarche critères</i>		CCGP Gouvernements 26e CCA	par. 42 Annexe II
Directives UICPA <i>pour la validation des méthodes d'analyse par un seul laboratoire</i> (pour adoption par référence)	(*)	Gouvernements 26e CCA	par. 55 Annexe III
Approbation des méthodes d'analyse et d'échantillonnage, y compris les méthodes générales		Gouvernements 26e CCA	par. 57-70 Annexe VI
Avant-projet de directives générales sur l'échantillonnage	5	Gouvernements 26e CCA 25e CCMAS	par. 19 Annexe IV
Avant-projet de Directives sur l'incertitude des mesures	5	Gouvernements 26e CCA 25e CCMAS	par. 52 Annexe V
Avant-projet de Directives sur l'évaluation des méthodes d'analyse acceptables	3	Gouvernements 25e CCMAS	par. 34 Annexe VII
Avant-projet de Directives pour régler les litiges concernant les résultats analytiques (tests)	1/2/3	26e CCA France/Gouvernements 25e CCMAS	par. 32
Révision de la terminologie analytique aux fins du Codex (Manuel de procédure)		26e CCA/ Gouvernements 25e CCMAS	par. 95
Critères pour les méthodes d'analyse pour les aliments dérivés des biotechnologies		Allemagne/Royaume- Uni/Gouvernements 25e CCMAS	par. 81
Utilisation des résultats analytiques		CCFICS Comités sur les produits 25e CCMAS	par. 117
Méthodes pour les dioxines et PCBs		Allemagne/ Gouvernements 25e CCMAS	par. 5

* Equivalent à l'étape 8

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

Chairperson: Prof. Dr. Peter A. Biacs
Président: Deputy State Secretary
Prevedente: Ministry of Agriculture and Regional Development
 Kossuth Lajos tér 11.
 H-1052 Budapest, Hungary

Vice-Chairperson: Prof. Pál Molnár
Vice-Président: Central Food Research Institute
Vicepresidente: Herman Ottó út 15.
 H-1022 Budapest, Hungary

ALGERIA/ALGERIE/ARGELIA

Ms. Nawel Taleb
 Service de Microbiologie alimentaire
 Laboratoire Central Vétérinaire
 Institut National de Médecine
 BP 125 Hassen.Badi El-Harrach, Algerie
 Tel.: + 213 2 53 67 58
 Fax: + 213 2 53 67 58
 e-mail: taleb.nawel448@caramail.com

ARGENTINA/ARGENTINE

Horacio Emilio Solari
 Ambassador, Embassy of Argentina
 H-1023 Budapest, Vérhalom u. 12-16.
 Hungary
 Tel.: + 36 1 326 0492
 Fax: + 36 1 326 0494
 e-mail: embargen@nextra.hu

Rolando Olmos
 Secretary of Embassy
 Embassy of Argentina
 H-1023 Budapest, Vérhalom u. 12-16.
 Hungary
 Tel.: + 36 1 326 0492
 Fax: + 36 1 326 0494
 e-mail: embargen@nextra.hu

AUSTRALIA/AUSTRALIE

Dr. Penny Darnos
 Executive Officer – Scientific and Client Liaison
 Australian Government Analytical Laboratories
 GPO Box 1844 - Canberra ACT 2601, Australia
 Tel.: + 61 2 6213 6546
 Fax: + 61 2 6213 6815
 e-mail: penny.darnos@agal.gov.au

AUSTRIA /AUTRICHE

Dr. Rudolf Kapeller
 Austrian Agency for Health and Food Safety
 Bürgerstrasse 47/I, 4020 Linz, Austria
 Tel.: + 43 732 779071-12
 Fax: + 43 732 779071-15
 e-mail: rudolf.kapeller@lulnz.ages.at

BELGIUM/BELGIQUE/BÉLGICA

Jean-Marie Degroodt
 Chef de section Denrées Alimentaires
 Rue J. Wytsman 14
 B-1050 Bruxelles, Belgique
 Tel.: + 32 2 642 53 53
 Fax: + 32 2 642 56 91
 e-mail: Jean-Marie.Degroodt@iph.fgov.be

BRAZIL/BRÉSIL/BRASIL

Dr. Shirley Abrantes
 Chemist
 INCQS-FIOCRUZ
 Av Brasil 4365 Manguinhos
 Rio de Janeiro
 Brasil
 Tel.: + 55 21 25 73 10 72
 Fax: + 55 21 22 90 09 15
 e-mail: shirley@incqs.fiocruz.br

Francisco Bezerra da Silva
 Medico Veterinario
 Ministerio da Agricultura, Pecuaria e Abastecimento
 Esplanada dos Ministerios – Secretaria de Defesa
 Agropecuaria
 Bloco D-Anexo, Sala 406, Brasilia / DF / Brasil
 Tel.: + 55 61 226 9771/226 6182
 Fax: + 55 61 224 3995/218 2316
 e-mail: fsilva@agricultura.gov.br

CAMEROON/CAMEROUN/CAMERÚN

Daniel Sibetcheu
 Responsable de la Nutrition
 Ministère de la Santé Publique
 P. O Box: 11058, Yaounde
 Cameroon
 Tel.: + 237 223 9348 / 237 778 1321
 Fax: + 237 222 4419
 e-mail: ppen@camnet.cm

CANADA

Barbara Lee
 Director - Laboratories Directorate
 Canadian Food Inspection Agency
 59 Camelot Drive
 Ottawa, Ontario, K1A 0Y9, Canada
 Tel.: + 1 613 225 2342 (4622)
 Fax: + 1 613 228 6656
 e-mail: blee@inspection.gc.ca

CHINA/CHINE

Dr. Lee Wai On
 Senior Chemist - Food and Environmental Hygiene
 Dept. of HKSARG
 43th Floor, Queensway Government Offices, 66
 Queensway, Hong-Kong, China
 Tel.: + 852 286 75 400
 Fax: + 852 289 33 547
 e-mail: wlee@fehhd.gov.hk

Dr. Leung Ka Sing
 Senior Chemist
 Food and Environmental Hygiene
 Dept. of HKSARG
 Food Research Laboratory
 4/F Public Health Laboratory Centre
 382, Nam Cheong Street, Hong-Kong, China
 Tel.: + 852 2319 8439
 Fax: + 852 2766 4335
 e-mail: ksleung@fehhd.gov.hk

CROATIA/CROATIE/CROACIA

Jasminka Papic, ChE., MsC.
 Chemist
 Head of Flavours and Fragrance Unit Department
 Croatian National Institute of Public Health
 Rockefellerova 7, 10000 Zagreb, Croatia
 Tel.: + 385 1 486 3296
 Fax: + 385 1 468 3007
 e-mail: jpapic@inet.hr

**CZECH REPUBLIC/RÉPUBLIQUE
TCHÉQUE /REPÚBLICA CHECA**

Petr Cuhra
 Head of Laboratory - Czech Agricultural and Food
 Inspection Authority
 Za Opravnou 4,
 150 00 Prague 5, Czech Republic
 Tel.: + 420 2 571995 40
 Fax: + 420 2 571995 41
 e-mail: cuhra@czpi.cz

RNDr. Bohumil Pokorny, CSc.
 Head of Hygienic Laboratory
 Regional Institute of Public Health
 Cornova 68, 618 00 Brno, Czech Republic
 Tel.: + 420 5 4821685 1
 Fax: + 420 5 4821685 1
 e-mail: pokorny@khsbrno.cz, pokorn@volny.cz

DENMARK/DANEMARK/DINAMARCA

Inge Meyland

Senior Scientific Adviser
 Institute of Food Safety and Nutrition
 Danish Veterinary and Food Administration
 Morkhoj Bygade 19
 DK-2860 Soborg, Denmark
 Tel.: + 45 33 95 60 00
 Fax: + 45 33 95 60 01
 e-mail: ime@fdir.dk

Dr. Karina Bergenholtz
 Head of Section
 Danish Agricultural Council
 AXELTORV 3
 DK-1609 Copenhagen V, Denmark
 Tel.: + 45 33 39 40 00
 Fax: + 45 33 39 41 50
 e-mail: Kpb@Agriculture.dk

EGYPT/EGYPTE/EGIPTO

Dr. Mariem Ahmed Moustafa Moussa
 Minister Plenipotentiary for
 Agricultural Affairs &
 Deputy Permanent Representative of Egypt to U.N.
 Agencies in Rome Ministry of Agriculture of Egypt
 Embassy of Egypt, Sagriculture Office
 Via Salaria, Rome, Italy
 Tel.: + 39 06 854 8956
 Fax: + 39 06 854 2603
 e-mail: agrioff.egypt@mclink.it

Dr. Ashraf Mahmoud ElMarsafy
 Technical & Quality Control Manager Deputy
 Ministry of Agriculture
 Agriculture Research Center
 Central Lab. of Residue Anylises of Pesticides and
 Heavy Metals in Food
 7-Nadi El-said Dokki, Giza, Egypt
 Tel.: + 202 760 1395
 Fax: + 202 761 1216
 e-mail: qcap@intouch.com

Dr. Magda Ali El-Said Rakha
 Undersecretary for laboratory services
 Central Health Laboratory
 Ministry of Health
 19 El Sheikh Rihan St., Cairo, Egypt
 Tel.: + 20 2 795 8127
 Fax: + 20 2 796 2248
 e-mail: rakha@link.net

Chem. Hayat Farag Abd-El meguied
 General Manager
 Chemistry Administration
 Ministry of Industry and Technology
 12, Ramsis Street Cairo, Egypt
 Tel.: + 20 2 574 3103, 574 3433
 Fax: + 20 2 574 0750

FINLAND/FINLANDE/FINLANDIA

Harriet Wallin
Senior Officer, Food Control
National Food Agency
P.O. Box 28, FIN-00581, Helsinki, Finland
Tel.: + 358 9 393 1557
Fax: + 358 9 393 1593
e-mail: harriet.wallin@elintarvikevirasto.fi

Pekka Pakkala
Director
National Food Agency
P.O.Box 28, FIN-00581 Helsinki, Finland
Tel.: + 358 9 393 1514
Fax: + 358 9 393 1593
e-mail: pekka.pakkala@elintarvikevirasto.fi

FRANCE/FRANCIA

Jean-Bernard Bourguignon
Ministère de l'économie, des finances et de
l'industrie DGCCRF – Direction des Laboratoires,
Télédoc 051
59, boulevard Vincent Auriol
75703 Paris, Cedex 13
France
Tel.: + 33 1 44 97 30 70
Fax: + 33 1 44 97 30 43
e-mail: jean-bernard.bourguignon@dgccrf.finances.gouv.fr

Pascal Audebert
Chargé de mission "Codex Alimentarius"
Comité interministériel pour les questions de
coopération économique européenne
Secrétariat general (SGCI) - Secteur AGRAP
Carré Austerlitz - 2, boulevard Diderot
75572 Paris Cedex 12, France
Tel.: + 33 1 44 87 16 03
Fax: + 33 1 44 87 16 04
e-mail: pascal.audebert@sgci.finances.gouv.fr

Alain Duran
Chargé des questions de contrôle statistique de la
qualité -
Ministère de l'économie, des finances et de
l'industrie DGCCRF – Bureau C3 – Télédoc 051
59, boulevard Vincent Auriol
75703 Paris, Cedex 13, France
Tel.: + 33 1 44 97 32 31
Fax: + 33 1 44 97 30 37
e-mail: alain.duran@dgccrf.finances.gouv.fr

Bertrand Lombard
AFSSA-LERHQA
41, rue du 11 novembre 1918
94700 Maisons-Alfort, France
Tel.: + 33 01 49 77 11 23
Fax: + 33 01 49 77 11 02
e-mail: b.lombard@afssa.fr

Lilian Puech
Ministère de l'agriculture de l'alimentation, de la
pêche et des affaires rurales - DGAL
Sous-direction de la réglementation, de la recherche
et de la coordination des contrôles
Bureau de la recherche et des laboratoires
d'analyses
251, rue de Vaugirard, 75732 Paris Cedex 15
Tel: + 33 1 49 55 47 78
Fax: + 33 1 49 55 49 61
e-mail: lilian.puech@agriculture.gouv.fr

Nadine Normand
Responsable Développement Agro-alimentaire
Département Développement
Association Française de Normalisation AFNOR
11, avenue Francis de Pressencé
F-93571 Saint-Denis-La-Plaine Cedex, France
Tel.: + 33 1 41 62 85 10
Fax: + 33 1 49 17 90 00
e-mail: nadine.normand@afnor.fr

GERMANY/ ALLEMAGNE/ ALEMANIA

Hermann Broll
Bundesinstitut für Risikobewertung Postfach 33 00
13, Berlin, D-14191, Germany
Tel: + 49 1 888 412 3639
Fax: + 49 1 888 412 3715
e-mail: h.broll@bfr.bund.de

Dr. Axel Preuss
Chemisches Landes- und Staatliches
Veterinäruntersuchungsamt
Sperlichstrasse 19, D-48007 Münster, Germany
Tel.: + 49 251 9821 215
Fax: + 49 251 9821 250
e-mail: preuss@cvua.nrw.de

Carola Seiler
NAL im DIN e. V.
Deutsches Institut für Normung e. V.
Burggrafenstrasse 6, 10772 Berlin, Germany
Tel: + 49 30 2601 2198
Fax: + 49 30 2601 421 98
e-mail: carola.seiler@din.de

GHANA

Mr. Kwaku Owusu-Baah
Chef Director
Ministry of Food and Agriculture
P. O. Box M37
Accra
Ghana
Tel: +233 21 666 567
Fax: +233 21 668 245
e-mail: cdmofa@mofa.gov.gh

GREECE/ GRECE/ GRECIA

George Argyrakos
 Dept. of Food Processing and Quality Control
 Ministry of Agriculture
 Acharcnon 2 St., Athens 10176
 Greece
 Te.: + 30 1 212 4281
 e-mail: ax2u51@minagric.gr

HUNGARY/ HONGRIE/ HUNGRÍA

Dr. Mária Váradi
 Head of Analytics Unit
 Central Food Research Institute
 H-1022 Budapest, Herman Ottó út 15.
 Hungary
 Tel.: + 36 1 355 8982
 Fax: + 36 1 212 9853
 e-mail: m.varadi@cfri.hu

Dr. Julianna Bányai-Sándor
 Associate professor
 Szent István University
 Faculty of Horticulture and Food Industry
 Villányi út 29-43.
 H-1118 Budapest, Hungary
 Tel.: + 36 1 275-1295
 e-mail: bjuli@dpg.hu

Kinga Bikfalvy
 Secretary
 Committee of Hungarian Food Book
 Ministry of Agriculture and Regional Development
 Division of Food Industry
 H-1055 Budapest
 Kossuth Lajos tér 11.
 Tel.: + 36 1 301 4000

Ilona Boros
 Head of department
 Research Institute of Hungarian Sugar Industry
 Tolnai L. u. 25
 H-1084 Budapest, Hungary
 Tel.: + 36 1 323 2814
 Fax: + 36 1 210 4616
 e-mail: cukorkutato@mail.datanet.hu

Dr. Éva Deák
 Division Head - National Institute of Measures
 H-1124 Budapest
 Németvölgyi út 37-39.
 Tel.: + 36 1 458 5836
 Fax: + 36 1 458 5809
 e-mail: E.Deak@omh.hu

Dr. Péter Fodor
 Szent István University
 Faculty of Horticulture and Food Industry
 H-1118 Budapest
 Villányi út 29-43., Hungary
 Tel.: + 36 1 385 0666

Dr. Anna Gergely
 Head of Department
 National Institute of Food Hygiene and Nutrition
 Gyáli út 3/a.
 H-1097 Budapest, Hungary
 Tel.: + 36 1 215 4130
 Fax: + 36 1 215 1545

Prof. Dr. habil. István F. Kiss
 Member of the Hungarian Codex Committee
 University Professor
 Szent István University
 Faculty of Food Sciences
 Dept. of Refrigeration and Livestock Products
 Technology
 H-1118 Budapest, Ménesi út 43.
 Tel.: + 36 1 372 6303
 Fax: + 36 1 372 6321
 e-mail: kissif@omega.kee.hu

Csilla Kurucz
 Standardization Manager
 Hungarian Standards Institution
 H-1091 Budapest, Üllői út 25.
 Tel.: + 36 1 456 6920
 Fax: + 36 1 456 6823
 e-mail: cs.niklos@mszt.hu

Dr. Vilmos Nagel
 Senior research worker
 National Food Investigation Institute
 H-1095 Budapest, Mester u. 81.
 Tel.: + 36 1 456 3010 ext.117
 Fax: + 36 1 215 6858
 e-mail: nagelv@oai.hu

Dr. Ferenc Örsi
 Professor
 Budapest University of Technology and Economics
 Dept. of Biochemistry and Food Technology
 H-1111 Budapest, Műegyetem rkp. 3.
 Tel.: + 36 1 463 2283
 Fax: + 36 1 463 3855

Dr. Marianna Tóth-Markus
 Senior research worker
 Central Food Research Institute
 Herman Ottó út. 15 - H-1022 Budapest
 Tel.: + 36 1 355 8244
 Fax: + 36 1 355 8928
 e-mail: m.toth@cfri.hu

INDONESIA/ INDONÉSIE

Dr. Sunggul Sinaga
 Agricultural Attaché
 The Indonesian Embassy in Rome
 Via Campania 55, Rome, Italy
 Tel.: + 39 06 4200 911 or 4200 9134
 Fax: + 39 06 488 0280
 e-mail: dr-sunggulsinaga@yahoo.com

**IRAN, ISLAMIC REPUBLIC OF/ IRAN,
REPUBLICQUE ISLAMIQUE DE/ IRÁN,
REPUBLICA ISLÁMICA DE**

Dr. Ali Asghar Zinanloo
Head - Horticulture Department
Seed and Plant Improvement Research Institute,
Karaj
Ministry of Jihad-e-Agriculture
Iran I. R.
Tel.: + 98 913 217 8524
e-mail: azeinanloo@yahoo.com

IRELAND/ IRLANDE/ IRLANDA

Dr. Máire Walsh
State Chemist
State Laboratory
Abbotstown, Dublin 15
Ireland
Tel.: + 353 1 802 5800
Fax: + 353 1 821 7320
e-mail: mwalsh@statelab.ie

Ita Kinahan
State Laboratory
Abbotstown, Dublin 15
Ireland
Tel.: + 353 1 802 5800
Fax: + 353 1 821 7320
e-mail: ita.kinahan@statelab.ie

Paul Rafter
Superintending Veterinary Inspector
Dept. Agriculture & Food,
Central Meat Laboratory
Abbotstown, Castlcknock, Dublin 15
Ireland
Tel.: + 353 1 607 2950
Fax: + 353 1 821 4966
e-mail: paul.rafter@agriculture.gov.ie

ITALY/ ITALIE/ ITALIA

Dr. Ciro Impagnatiello
Minsitero per le Politich - Agricole e Forestali
VIA XX Settembre 20
I-00187 Roma, Italy
Tel.: + 39 06 4665 6511
Fax: + 39 06 488 0273
e-mail: ciroimpa@tiscalinet.it

Dr. Ettore Coni
Researcher
Italian National Institute of Health
Vle Regina Elena 299, Rome
Italy
Tel.: + 39 06 4990 2712
Fax: + 39 06 4990 2712
e-mail: econi@iss.it

Dr.ssa Anna Maria Ferrini
Researcher - Higher Institute of Health
Vle Regina Elena 299, 00161 Rome, Italy
Tel.: + 39 06 4990 2368
Fax: + 39 06 4938 7101
e-mail: ferrini@iss.it

JAPAN/ JAPON/ JAPÓN

Mitsuo Saito
Food Sanitary Specialist - Inspection and Safety
Division - Dept. of Food Safety
Pharmaceutical and Food Safety Bureau
Ministry of Health , Labour and Welfare
1-2-2 Kasumigaseki, Chiyoda-ku
Tokyo 100-8916, Japan
Tel.: + 81 3 5253 1111 (ext.2454)
Fax: +81 3 3503 7964
e-mail: saito-mitsuo@mhlw.go.jp

Dr. Yukiko Yamada
Director for International Affairs (Food Research)
Research planning & Coordination Division
National Food Research Institute
Kannondai 2-1-12, Kannondai, Tsukuba 305-8642,
Japan
Tel.: + 81 298 38 8017
Fax: + 81 298 38 8005
e-mail: yukiko.yamada@affrc.go.jp

Rieko Matsuda, Ph.D.
Section Chief Division of Foods,
2nd Section - National Institute of Health Sciences
1-18-1 Kamiyoga, Setagaya-ku,
Tokyo 158-8501, Japan
Tel.: + 81 3 3700 1141 (ext.261)
Fax: + 81 3 3707 6950
e-mail: matsuda@nihs.go.jp

Fujita Toshifumi
Section Chief - International Affairs Division
Standard and Labelling Dept.
Center for Food Quality, Labeling and Consumers
Services Headquarters
1-21-2, Kitabukuro-cho, Saitama City, Saitama
330-9731, Japan
Tel.: + 81 48 600 2375
Fax: + 81 48 600 2373
e-mail: toshifumi_fujita@cfqlcs.go.jp

Hideo Kuribara
Section Chief - Technical Research Division
Standard and Labelling Dept.
Center for Food Quality, Labeling and Consumers
Services Headquarters
1-21-2, Kitabukuro-cho, Saitama City, Saitama
330-9731, Japan
Tel.: + 81 48 600 2365
Fax: + 81 48 600 2377
e-mail: hideo_kuribara@cfqlcs.go.jp

Dr. Akemi Yasui
 Division Director - National Food Research
 Institute - Analytical Science Division
 Kannondai 2-1-12 Tsukuba-shi Ibaraki-ken
 Tel.: + 81 298 38 8009
 Fax: + 81 298 38 8005
 e-mail: ayasui@affrc.go.jp

Kenji Tanno
 Technical Adviser
 Japan Food Hygiene Association
 2-6-1, Jingumae, Shibuya-ku
 Tokyo 150-0001, Japan
 Tel.: + 81 3 3403 2111
 Fax: + 81 3 3478 0059
 e-mail: tannok@jfri.or.jp

Sakamoto Reiichiro
 Technical Advisor
 Japan Food Industry Center
 Sankaido Bld. 7th Fl. 9-13 Akasaka 1-chome,
 Minatu-ku - Tokyo 107-0052, Japan
 Tel.: + 81 3 3503 3001
 Fax: + 81 3 3592 1674
 e-mail: starch@net.or.jp

Arai Hideyuki
 Technical Advisor
 Japan Food Industry Center
 Sankaido Bld. 7th Fl. 9-13 Akasaka 1-chome,
 Minatu-ku - Tokyo 107-0052, Japan
 Tel.: + 81 3 3503 3001
 Fax: + 81 3 3592 1674
 e-mail: starch@net.inst.or.jp

Kojima Yoichi
 Technical Advisor - Japan Food Industry Center
 Sankaido Bld. 7th Fl. 9-13 Akasaka 1-chome,
 Minatu-ku - Tokyo 107-0052, Japan
 Tel.: + 81 3 3503 3001
 Fax: + 81 3 3592 1674
 e-mail: starch@net.inst.or.jp

JORDAN/ JORDANIE/ JORDANIA

Eng. Rima H. Zumot
 Director - Food Control
 Commission of Environment and Health
 Aqaba Special Economic Zone Authority
 P. O. Box 2565 - Aqaba 77110, Jordan
 Tel.: + 962 3 209 1000 ext.2083
 Fax: + 962 3 201 4204
 e-mail: rzumot@hotmail.com

KENYA

Dr. Stanley Kooro mbwira
 Assistant Director
 Dept. of Veterinary Services
 Ministry of Agriculture and Rural Development
 P.O. Kabete, Nairobi, Kenya
 Tel.: + 254 2 63 13 90, 63 12 91
 Fax: + 254 2 63 12 73
 e-mail: cvfovetlab@kenyaweb.com
 Rosemary Njeri Nganga

Analytical Chemist
 Kenya Plant Health Inspectorate Service
 (KEPHIS)
 P. O. Box 49592, Nairobi, Kenya
 Tel.: + 254 2 444 0087
 Fax: + 254 2 444 1840
 e-mail: kephis@nbnnet.co.ke, or
rnjerin2002@yahoo.com

Dr. Justus Peter Nthuli
 Deputy Director
 Dept. of Veterinary Services
 Ministry of Agriculture and Rural Development
 P.O. Kabete, Nairobi, Kenya
 Tel.: + 254 2 63 13 90, 63 12 91
 Fax: + 254 2 63 12 73
 e-mail: cvfovetlab@kenya.web.com

Tom Oduor Okumu
 Laboratory Analyst
 Head of Section
 Food and Agriculture Laboratory
 Kenya Bureau of Standards
 P. O. Box 54974, Nairobi, Kenya
 Tel.: + 254 2 502211-19 ext.484
 Fax: + 254 2 503293
 e-mail: airo_2001@yahoo.com

KOREA, REPUBLIC OF/ RÉPUBLIQUE DE CORÉE/ REPÚBLICA DE COREA

Dr. Lee, Jong Ok
 Head of Food Contaminants
 Korea Food and Drug Administration
 5 Nokbun-Dong, Eunpyung-Ku
 Seoul, 122-704, Korea
 Tel.: + 82 2 380 1687
 Fax: + 82 2 354 1311
 e-mail: lee2913@kfda.go.kr

Hong, Ki-Hyoung
 Senior Researcher
 Korea Food and Drug Administration
 5 Nokbun-Dong, Eunpyung-Ku
 Seoul, 122-704, Korea
 Tel.: + 82 2 380 1687
 Fax: + 82 2 354 1399
 e-mail: khhong@kfda.go.kr

Dr. Im, Moo-Hyedg
 Researcher
 Korea Food and Drug Administration
 5 Nokbun-Dong, Eunpyung-Ku
 Seoul, 122-704, Korea
 Tel.: + 82 2 380 1674
 Fax: + 82 2 382 4892
 e-mail: kfda.go.kr

Dr. Kim, Mee Kyung
Senior Researcher
Ministry of Agriculture and Forestry
National Veterinary Research & Quarantine Service
(NVRQS)
480 Anyang 6-dong, Anyang, Gyeonggi-do
Korea
Tel.: + 82 31 467 1982
Fax: + 82 31 467 1897
e-mail: kimmk@nvrqs.go.kr

Min, Dong-Myoung
Laboratory Manager
Ministry of Agriculture and Forestry
National Agricultural Products Quality
Management Service (NARS)
560 3Ga Dangsang-Dong Youngdeungpo-Gu, Seoul
Korea
Tel.: + 82 2 2165 6070
Fax: + 82 2 2165 6005
e-mail: dmmtn@naqs.go.kr

Song, Si Wook
Researcher
Ministry of Agriculture and Forestry
National Veterinary Research & Quarantine Service
(NVRQS)
480 Anyang 6-dong, Anyang, Gyeonggi-do
Tel.: + 82 31 467 1996
Fax: + 82 31 467 1889
e-mail: songsw@nvrqs.go.kr

LATVIA

Aija Kazocina
Senior Officer - Veterinary and Food Department
Ministry of Agriculture
Republikas laukums 2
LV 1981 Riga, Latvia
Tel.: + 371 702 70 22
Fax: + 371 702 72 05
e-mail: Aija.Kazocina@zm.gov.lv

MALAYSIA/MALAYSIE

Hooi Jee Lok
Head of Food Section- Department Of Chemistry
Jalan Sultan
46661 Petaling Jaya, Selangor, Malaysia
Tel.: + 60 3 7985 3000, 7985 3033
Fax: + 60 3 7955 6764
e-mail: jlhooi@kimia.gov.my

Norzitah Bt. Abu Khair
Food Quality Control Division
Department of Public Health
Ministry of Health Malaysia
3rd Floor, B Block B - Health Offices Complex
Jalan Cenderasari
50590 Kuala Lumpur, Malaysia
Tel.: + 60 3 2694 6601 ext. 201
Fax: + 60 3 2694 6517
e-mail: norzitah@moh.gov.my

MEXICO/ MEXIQUE/ MÉXICO

QB Amalia Macedo Balboa
Functionaria del
Laboratorio Nacional de Salud Publica (LNSP)
Col. Toriello Guerra
México, D.F. 14050
Tel: + 52 55 5573 3720, 5573 2402
Fax: + 52 55 5573 4262
e-mail: labanal@internet.com.my

MOROCCO/ MAROC/ MARRUECOS

Omar El-Guermaz
Laboratoire Officiel de l'Analyses et de Recherches
Chimiques
Ministère de l'Agriculture, du Développement
Rural et des Eaux et Forêts
25, rue Nichakra Rahal – Casablanca, Maroc
Tel.: + 212 22 30 21 96 / 98
Fax: + 212 22 30 19 72
e-mail: loarc@casanet.ma

Mohamed Benzine
Etablissement Autonome de Controle et de
Coordination des Exportations
Ministère de l'Agriculture, du Développement
Rural et des Eaux et Forêts
72, rue Mohamed Smiha – Casablanca, Maroc
Tel.: + 212 22 31 44 70
Fax: + 212 22 30 51 68
e-mail: mbenzine@yahoo.com

NETHERLANDS/ PAYS-BAS/ PAÍSES BAJOS

Dr. Jacob de Jong
ChemistState Institute for Quality Control of
Agricultural Products
P. O. Box 230, 6700 AE Wageningen
The Netherlands
Tel.: + 31 317 475 581
Fax: + 31 317 417 717
e-mail: j.dejong@rikilt.wag-ur.nl

Henk A. van der Schee
Chemist - Regional Inspectorate for Health
Protection
Hoogte Kadijk 401
1018 BK Amsterdam, The Netherlands
Tel.: + 31 20 5244 600
Fax: + 31 20 52 44 700
e-mail: henk.van.der.schee@kvw.nl

NEW ZEALAND/ NOUVELLE ZÉLANDE NUEVA ZELANDA

Phil Fawcett
Programme Manager of Regulatory Standards
New Zealand Food Safety Authority
P. O Box 2835, Wellington, New Zealand
Tel.: + 64 4 463 2656
Fax: + 64 4 463 2675
e-mail: phil.fawcett@nzfsa.govt.nz

Roger Kissling
 Statistician - NZMP, Hautapu
 Private Bag, Cambridge, New Zealand
 Tel.: + 64 7 823 3706
 Fax: + 64 7 827 9698
 e-mail: roger.kissling@nzmp.com

NORWAY/ NORVÈGE/ NORUEGA

Astrid Nordbotten
 Adviser
 Norwegian Food Control Authority (SNT)
 Dept. For Control and Coordination
 P.O. Box 8187, Dep, N-0034 Oslo, Norway
 Tel.: + 47 23 21 66 51
 Fax.: + 47 23 21 70 01
 e-mail: astrid.nordbotten@snt.no

Helge Torbjoen Hove
 Head of program - Scientist
 Directorate of Fisheries, Norway
 P. O. Box 185 – Sentrum, N-5804 Bergen
 Tel.: + 47 55 23 80 00
 Fax: + 47 55 23 80 90
 e-mail: helge.hove@nutr.fiskeridir.no

Dr. Mette Lorentzen
 Adviser, Dr. Scient
 Division of Quality and Environment
 Directorate of Fisheries
 P.O.B. 185, Sentrum
 N-5804 Bergen, Norway
 Te.l: + 47 55 23 83 39
 Fax: + 47 55 23 83 90
 e-mail: mette.lorentzen@fiskeridir.dep.no

Marianne T. Werner
 Research Scientist - National Veterinary Institute
 Ullevalsveien 68
 P.O. Box 8156 Dep, N-0033 Oslo, Norway
 Tel.: + 47 23 21 62 21
 Fax: + 47 23 21 62 01
 e-mail: marianne.werner@vetinst.no

PHILIPPINES/ FILIPINAS

Adelisa Cifra Ramos
 Deputy Director for Food
 Bureau of Food and Drugs - Dept. of Health
 Civic Drive, Filinvest Corporate City, Alabang,
 1783 Muntinlupa City, Philippines
 Tel.: + 632 807 8285
 Fax: + 632 807 8285
 e-mail: acramos@bfad.gov.ph

POLAND/ POLOGNE/ POLONIA

Dr. Renata Jędrzejczak
 Head of Spectrometry Laboratory
 Institute of Agricultural and Food Biotechnology
 Rakowiecka 36, 02-532 Warsaw, Poland
 Tel.. +48 22 606 3876
 Fax: + 48 22 490 426
 e-mail: jedrzejczak@ibpr.pl

Elzbieta Brulinska-Ostrowska
 Assistant - National Institute of Hygiene
 24 Chocimska street, 00-791 Warsaw, Poland
 Tel.: + 48 22 54 21 362 or
 48 22 54 21 314
 Fax: + 48 22 646 11 38
 e-mail: ebrulinska@pzh.gov.pl

Dr. Iwona Traczyk
 Head of Laboratory of Nutritional Health Risk
 Factors
 National Food and Nutrition Institute
 61/63 Powsinska street, 02-903 Warsaw, Poland
 Tel.: + 48 22 55 09 787
 Fax: + 48 22 842 1128
 e-mail: itraczyk@izz.waw.pl

SINGAPORE/SINGAPOUR/SINGAPUR

Joanne Sheot Harn Chan
 Head (Food Laboratory)
 Centre for Analytical Science
 Health Sciences Authority
 11 Outram Road, Singapore 169078
 Tel.: + 65 6229 0722
 Fax: + 65 6229 0749
 e-mail: CHAN_Sheot_Harn@hsa.gov.sg

SPAIN/ ESPAGNE/ ESPAÑA

José Ramón García Hierro
 Director Adjunto del
 Laboratorio Arbitral Agroalimentario
 Subdirección General de Control de la Calidad
 Alimentaria
 Ministerio de Agricultura, Pesca y Alimentación
 P. Infanta Isabel, 1. 28071-Madrid, Espana

Dr. Elia de la Hera Macias
 Jefe del Servicio de Técnicas Instrumentales del
 centro de Investigación y Control de la Calidad de
 la Sub. Gral de Ordenación del Consumo
 Instituto Nacional del Consumo
 Mo Sanidad y Consumo
 C/ Principe de Vergera, 54
 08006 Madrid, Spain
 Fax: + 34 91 747 9517
 e-mail: elia.hera@consumo-inc.es

Pedro A. Burdaspal Pérez
 Jefe del Area Quimica
 Centro Nacional de Alimentación
 Agencia Espanola de Seguridad Alimentaria
 Ministerio de Sanidad y Consumo
 Crta Majadahonda a Pozuelo Km 2
 28220 Majadahonda, Madrid, Espana
 Tel.: + 34 91 509 7931
 Fax: + 34 91 509 79 26
 e-mail: pburdas@isciii.es

SUDAN/SOUDAN

Omer Abdalla Ibrahim
Sudanese Standards and Metrology Organization
P. O. Box 13573 Khartoum
Sudan
Tel.: + 249 11 775 247
Fax: + 249 11 799 188
e-mail: SSMO@Sudanet.net

SWEDEN/ SUÈDE/ SUECIA

Eva Rolfsson Lönberg
Codex Coordinator for Sweden
National Food Administration
P.O. Box 622
SE-751 26 Uppsala, Sweden
Tel.: + 46 18 17 55 47
Fax: + 46 18 10 58 48
e-mail: evlo@slv.se

Dr. Ulla Edberg
Head of Chemistry Division 2
National Food Administration
P.O. Box 622
SE-75126 Uppsala, Sweden
Tel.: + 46 18 17 55 00
Fax: + 46 18 10 58 48
e-mail: uled@slv.se

SWITZERLAND/ SUISSE/ SUIZA

Dr. Gérard Gremaud
Manuel Suisse des denrées alimentaires
Office fédéral de la santé publique
CH-3003 Berne, Suisse
Tel.: + 41 31 322 95 56
Fax: + 41 31 322 95 74
e-mail: gerard.gremaud@bag.admin.ch

Pierre Venetz
Nestec Ltd.
Nestlé Research Center
Quality and Safety Assurance
P. O. Box 44, CH-1000 Lausanne 26
Switzerland
Tel.: + 41 21 785 81 44
Fax: + 41 21 785 85 53
e-mail: pierre.venetz@rdls.nestle.com

SYRIAN ARAB REPUBLIC
RÉPUBLIQUE ARABE SYRIENNE
REPÚBLICA ARABE DE SIRIA

Abdul Razzaq Al-Homsi
Chairman of the Food and Nutrition Directorate in
SAMSO
P. O. Box 11836 Damascus
Syria
Tel.: + 963 512 8213; 371 2214
Fax: + 963 512 8214
e-mail: sasmo@net.sy

TANZANIA/ TANZANIE

Octavius M. Soli
Registrar
National Food Control Commission
Ministry of Health
P. O. Box 7601 Dar Es Salam
United Republic of Tanzania
Tel.: + 255 22 211 4039
Fax: + 255 22 211 3320

Justin D. Makisi
Head of Food Manufacturing and Licencing
Section - National Food Control Commission
Ministry of Health
P. O. Box 7601 Dar Es Salam
United Republic of Tanzania
Tel.: + 255 22 211 4039
Fax: + 255 22 211 3320
e-mail: jmakisi@yahoo.com

THAILAND/ THAILANDE/ TAILANDIA

Kanokporn Atisook
Senior Scientist
Bureau of Quality and Safety of Food
Department of Medical Sciences
Ministry of Public Health
88/7 Tiwanond Road Nonthaburi 11000, Thailand
Tel.: + 66 2 951 0000 ext. 9622
Fax: + 66 2 951 1023
e-mail: kanokporn@dmsc.moph.go.th

Nalintip Peanee
Standards Officer - National Bureau of Agricultural
Commodity and Food Standard
Ministry of Agriculture and Cooperative
Rajadamnern Nok Avenue
Bangkok, 10200 Thailand
Tel.: + 66 2 281 5955 ext. 146
Fax: + 66 2 280 1542
e-mail: nalintip@tisi.go.th

TUNISIA/ TUNISIE/ TUNEZ

Jawaker Riahi
Engineer - Sanitary and Environmental Control
National Agency
Berges de Lac, Tunisia
Tel.: + 216 71 960 222
Fax: + 216 71 960 146

UNITED KINGDOM/ ROYAUME-UNI
REINO UNIDO

Dr. Roger Wood
Food Standards Agency
C/o Institute of Food Research
Norwich Research Park
Colney - Norwich NR4 7UA, United Kingdom
Tel.: + 44 1603 255 231
Fax: + 44 1603 507 723
e-mail: roger.wood@foodstandards.gsi.gov.uk

Braxton Reynolds
 Tickle and Reynolds
 Public Analyst's Laboratory
 83 Heavitree Road
 Exeter EX1 2ND, United Kingdom
 Tel.: + 44 1392 272 836
 Fax: + 44 1392 422 691
 e-mail: ebr@tandr.freeserve.co.uk

**UNITED STATES OF AMERICA
 ETATS-UNIS D'AMERIQUE
 ESTADOS UNIDOS DE AMÉRICA**

Dr. Gregory Diachenko
 Director
 Division of Chemistry Research and Environmental
 Review
 Center for Food Safety and Applied Nutrition
 Food and Drug Administration
 5100 Paint Branch Parkway (HFS-245)
 College Park, MD 20740, USA
 Tel.: + 1 301 436 1898
 Fax: + 1 301 436 2634
 e-mail: gdiachen@cfhsan.fda.gov

Syed A. Ali
 Staff Officer - U.S. Codex Office
 U.S. Department of Agriculture
 Room 4861 – South Building
 Washington D.C. 20250-3700, USA
 Tel.: + 1 202 205 0574
 Fax: + 1 202 720 3157
 e-mail: syed.ali@usda.gov

Dr. Donald Kendall
 Chief, Biotechnology Branch
 Grain Inspection, Packers and Stockyards
 Administration
 U.S. Department of Agriculture
 10383 North Ambassador Drive
 Kansas City, MO 64153, USA
 Tel.: + 1 816 891 0463
 Fax: + 1 816 891 0478
 e-mail: Donald.C.Kendall@usda.gov

Kimberley M. Magin
 Monsanto Company
 800 North Lindbergh Blvd
 St. Louis, MO 63167, USA
 Tel.: + 1 314 694 6761
 Fax: + 1 314 694 4228
 e-mail: Kimberley.m.magin@monsanto.com

Dr. Leah Porter
 Executive Director
 Biotechnology Committee
 Croplife America
 Suite 400, 1156 15th Street, NW
 Washington, DC 20005, USA
 Tel.: + 1 202 872 3871
 Fax: + 1 202 463 0474
 e-mail: lporter@croplifeamerica.org

Dr. Anne Bridges
 Senior Technology Leader II
 General Mills Inc.
 9000 Plymouth Ave N
 Minneapolis MN 55427, USA
 Tel.: + 1 763 764 3712
 Fax: + 1 763 764 4398
 e-mail: anne.bridges@genmills.com

**INTERNATIONAL ORGANIZATIONS
 ORGANIZATIONS INTERNATIONALES
 ORGANIZACIONES INTERNACIONALES**

**EUROPEAN COMMISSION (EC)
 COMMISSION EUROPÉENNE (CE)
 COMISION EUROPEA (CE)**

Dr. Georg A. Schreiber
 European Commission - DG Health and Consumer
 Protection - Office: B 232-4/35
 B-1049, Bruxelles, Belgium
 Tel.: + 32 2 295 6540
 Fax: + 32 2 299 1856
 e-mail: Georg.Schreiber@cec.eu.int

Dr. Hermann Glaeser
 EU Official - European Commission
 Rue de la Loi 130, B-1049 Brussels, Belgium
 Tel.: + 32 2 295 3238
 Fax: + 32 2 295 3310
 e-mail: Hermann.Glaeser@cec.eu.int

Margreet Lauwaars
 Food and Feed Unit - Institute for Reference
 Materials and Measurements
 Joint Research Centre - European Commission
 Retieseweg, B-2440 Geel, Belgium
 Tel.: + 32 14 571 961
 Fax: + 32 14 571 863
 e-mail: margreet.lauwaars@irmm.jrc.be

**ASSOCIATION OF AMERICAN FEED
 CONTROL OFFICIALS (AAFCO)**

Dr. Alan R. Hanks
 Indiana State Chemist
 Office Indiana State Chemist - Purdue University
 175 South University Street
 West Lafayette, Indiana 47907-2063, USA
 Tel.: + 1 765 494 1492
 Fax: + 1 765 494 4331
 e-mail: hanksa@purdue.edu

AOAC INTERNATIONAL

Dr. Markus Lipp
 Ag Regulatory - Methods of Analysis Manager
 Monsanto Company - Regulatory Science
 700 Chesterfield PKWY North BB5D
 Chesterfield, Missouri 63198
 Tel.: + 1 636 737 5856
 Fax: + 1 636 737 6189
 e-mail: markus.lipp@monsanto.com

Albert Pohland
 AOAC International Secretariat
 481 N. Frederick Ave., Suite 500
 Gaithersburg, MD20877-2417
 Tel: + 1 301 924 1011
 Fax: + 1 301 924 7089
 e-mail: apohland@aoac.org

AOCS

Richard Cantrill - AOCS
 P. O Box 3489
 Champaign, IL 61826-3489, USA
 Tel.: + 1 217 359 2344
 Fax: + 1 217 351 8091
 e-mail: rcantril@aoacs.org

CROP LIFE INTERNATIONAL

Dr. Leah Porter
 Executive Director - Biotechnology Committee
 Croplife America
 Suite 400, 1156 15th Street, NW
 Washington, DC 20005, USA
 Tel.: + 1 202 877 3871
 Fax: + 1 202 423 0475
 e-mail: lporter@croplifeamerica.org

EUROPABIO

Paul Tenning
 EuropaBio
 Avenue de l'Armée, 6
 B-1040 Brussels, Belgium
 Tel.: + 32 2 739 11 79
 Fax: + 32 2 735 49 60

Mark Van Den Bulcke
 EuropaBio
 Avenue de l'Armée, 6
 B-1040 Brussels, Belgium
 Tel.: + 32 2 739 11 79
 Fax: + 32 2 735 49 60

INTERNATIONAL DIARY FEDERATION (IDF)

Edward Hopkin
 Director General - International Dairy Federation
 Diamant Building
 80, Blvd Auguste Reyers, Belgium
 Tel.: + 32 2 733 9888
 Fax: + 32 2 733 0413
 e-mail: EHopkin@fil-idf.org

INTERNATIONAL FRUIT JUICE UNION (IFU)

Dr. Hans-Jürgen Hofsommer
 General Manager
 Ges. F. Lebensmittel-Forschung mbH
 Landgrafenstrasse 16, D-10787 Berlin, Germany
 Tel.: + 49 30 261 9075
 Fax: + 49 30 261 9076
 e-mail: gfl@telekom.de

INTERNATIONAL ORGANIZATION OF THE FLAVOR INDUSTRY (IOFI)

Dr. Peter Liddle
 Chair
 IOFI Working Group on Methods of Analysis
 BACARDI-MARTINI
 19, Av. Michelet
 F-93400 Saint Ouen, France
 Tel.: + 33 1 49 45 48 73
 Fax: + 33 1 49 45 49 05
 e-mail: peliddle@bacardi.com

Dr. T. Cachet
 IOFI Scientific Director
 49, Square Marie-Louise
 B-1000 Brussels, Belgium
 Tel.: + 32 2 238 9903
 Fax: + 32 2 230 0265
 e-mail: secretariat@iofiorg.org and/or
tcachet@iofiorg.org

INTERNATIONAL ORGANIZATION OF STANDARDIZATION (ISO)

Dr. Martha Petró-Turza
 Secretary of ISO/TC 34
 Hungarian Standards Institution
 Magyar Szabványügyi Testület
 H-1091 Budapest, Üllői út 25., Hungary
 Tel.: + 36 1 456 68 59
 Fax: + 36 1 456 68 23
 e-mail: o.petro@mszt.hu

INTERNATIONAL VINE AND WINE OFFICE (OIV)

Dr. Alain Blaise
 Directeur du Centre de Formation et de la
 Recherche en Oenologie
 Faculté de Pharmacie - Université Montpellier I
 15 Avenue Charles Flahault,
 34060 Montpellier, France
 Tel.: + 33 467 54 86 71
 Fax: + 33 467 52 65 62
 e-mail: ablaise@pharma.univ-montpl.fr

Dr. Mary Kelly
 Centre de Formation et de la Recherche en
 Oenologie - Faculté de Pharmacie
 Université Montpellier I
 15 Avenue Charles Flahault,
 34060 Montpellier, France
 Tel.: + 33 467 54 45 20
 Fax: + 33 467 52 65 62
 e-mail: mkelly@pharma.univ-montpl.fr

Jean-Claude Ruf
 Administrateur de l'unité Oenologie de l'OIV
 Office International de la vigne et du vin
 18, rue d'Aguesseau, F-75008 Paris, France
 Tel.: + 33 1 44 94 80 94 - Fax: + 33 1 42 66 90 63
 e-mail: jruf@oiv.int

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

Hilde Skaar Norli
Secretary General of NMKL
National Veterinary Institute
Ullevalsveien 68
P.O. Box 8156 Dep, N-0033 Oslo
Norway
Tel.: + 47 64 87 00 46
Fax: + 47 23 21 62 02
e-mail: nmkl@vetinst.no

**FAO SUB-REGIONAL OFFICE FOR
CENTRAL AND EASTERN EUROPE (FAO-
SEUR)**

Michael A. Canon
Food Standards and Nutrition Officer
FAO-SEUR
H-1068, Budapest
Benczúr u. 34.
Tel.: + 36 1 461 2021
Fax: + 36 1 351 7029
e-mail: michael.canon@fao.org

JOINT FAO/WHO SECRETARIAT

Dr. Selma Doyran
Food Standards Officer
Joint FAO/WHO Food Standards Programme
Food and Nutrition Division, FAO
Viale delle Terme di Caracalla
00100 Rome, Italy
Fax: 39 06 570 54593
e-mail: Selma.Doyran@fao.org

Dr. Jeronimas Maskeliunas MD, PhD
Food Standards Officer
Joint FAO/WHO Food Standards Programme
Food and Nutrition Division, FAO
Viale delle Terme di Caracalla
00100 Rome, Italy
Fax: 39 06 570 54593
Email: Jeronimas.Maskeliunas@fao.org

Dr. Seoung Yong Lee Ph.D.
Associate Professional Officer
Joint FAO/WHO Food Standards Programme
Food and Nutrition Division, FAO
Viale delle Terme di Caracalla
00100 Rome, Italy
Tel.: + 39 06 5705 6243
Fax: 39 06 570 54593
e-mail: SeoungYong.Lee@fao.org

PROPOSITION D'AMENDEMENTS AU MANUEL DE PROCEDURE

1. **AMENDEMENT AUX CRITERES GENERAUX REGISSANT LE CHOIX DES METHODES D'ANALYSE A L'AIDE DE LA DEMARCHE CRITERES**

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

2. **INSTRUCTIONS DE TRAVAIL POUR L'APPLICATION DE LA DEMARCHE CRITERES AUX FINS DU CODEX**

(pour inclusion à la fin des *Principes pour l'élaboration des méthodes d'analyse du Codex* après les *Critères généraux* ci-dessus)

Tout Comité du Codex s'occupant de produits pourra continuer de proposer une méthode d'analyse appropriée pour la substance chimique à déterminer, ou mettre au point une série de critères auxquels chaque méthode devra se conformer. Dans certains cas, un Comité du Codex s'occupant de produits peut trouver plus facile de recommander une méthode spécifique et de demander au CCMAS de "convertir" cette méthode en critères appropriés. Les critères seront ensuite considérés par le CCMAS pour approbation et après approbation, feront partie intégrante de la norme de produit Codex remplaçant la méthode d'analyse recommandée. Si le Comité du Codex s'occupant de produits décide d'élaborer lui-même les critères au lieu de laisser cette tâche au CCMAS, il devra suivre les instructions données pour l'élaboration de critères spécifiques, comme indiqué ci-après. Ces critères doivent être approuvés pour la détermination en question.

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

Les caractéristiques minimales d'analyse Codex "approuvées" comprendront les critères numériques ci-après ainsi que les critères généraux indiqués pour les méthodes spécifiés dans la Terminologie analytique utilisée par le Codex (voir page 78):

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

Le CCMAS produira les données correspondant aux critères indiqués ci-dessus.

Conversion de méthodes d'analyse spécifiques en critères méthodologiques par le CCMAS

Lorsqu'un Comité du Codex s'occupant de produits soumet une méthode de type II ou de type III au CCMAS pour confirmation, il devrait aussi soumettre des informations sur les critères énumérés ci-dessous pour permettre au CCMAS de la convertir en caractéristiques analytiques généralisées adéquates:

- ◆ exactitude
- ◆ applicabilité (matrice, fourchette de concentration et préférence accordée aux méthodes "générales")
- ◆ limite de détection
- ◆ limite de détermination

- ◆ précision; répétabilité intra-laboratoire des résultats (dans un laboratoire), reproductibilité inter-laboratoires des résultats (dans un laboratoire et dans plusieurs laboratoires), mais dérivant de données d'essais inter-laboratoires plutôt que de considérations sur l'incertitude des mesures
- ◆ récupération
- ◆ sélectivité
- ◆ sensibilité
- ◆ linéarité

Ces termes sont définis dans la Terminologie analytique utilisée par le Codex (voir page 78), de même que d'autres termes importants.

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

En outre, le CCMAS identifiera des valeurs numériques pour les critères auxquels il souhaiterait que ces méthodes se conforment.

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

Les valeurs calculées de répétabilité et la reproductibilité peuvent être comparées avec les méthodes existantes et une comparaison peut être effectuée. Si ces valeurs sont satisfaisantes alors la méthode peut être utilisée comme une méthode validée. S'il n'existe pas de méthode avec laquelle comparer les paramètres de précision les valeurs de répétabilité et reproductibilité peuvent être calculées à partir de l'équation de Horwitz (M.Thompson, *Analyst*, 2000, **125**, 385-386).

Additions à la TERMINOLOGIE ANALYTIQUE UTILISEE PAR LE CODEX¹

TERMES POUVANT ETRE UTILISES DANS LA DEMARCHE-CRITERES

Limite de détection

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

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

Limite de détermination

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

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

Récupération

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

Sélectivité

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

¹ Ces définitions sont proposées sur une base provisoire: elles sont sujettes à des modification résultant d'une harmonisation ultérieure.

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

Linéarité

La capacité d'une méthode d'analyse, dans un certain écart, de donner une réponse instrumentale ou des résultats proportionnels à la quantité de l'analyte à déterminer dans l'échantillon de laboratoire. Cette proportionnalité est exprimée par une expression mathématique définie *a priori*. Les limites de linéarité sont les limites expérimentales de concentration entre lesquelles un modèle de calibration linéaire peut être appliqué avec un niveau de confiance connu (généralement considéré comme égal à 1%).

**DIRECTIVES HARMONISEES UICPA POUR LA VALIDATION DES METHODES D'ANALYSE
PAR UN SEUL LABORATOIRE
(Recommandées pour adoption par la Commission par référence)**

Il est recommandé que les *Directives harmonisées UICPA pour la validation interne des méthodes d'analyse* soient adoptées par la 26ème session de la Commission aux fins du Codex, avec la note suivante au titre.

Note :

Les définitions s'appliquent uniquement aux fins des présentes Directives et ne sont pas généralement applicable aux fins du Codex.

Référence

M. Thompson, S.L.R. Ellison and R. Wood. "Harmonized Guidelines for Single-Laboratory Validation of Methods of Analysis" *Pure Appl. Chem.*, **74**, (5) 835 - 855 (2002)

PROPOSED DRAFT GENERAL GUIDELINES ON SAMPLING
(At Step 5 of the Procedure)

TABLE OF CONTENTS

PREAMBLE	34
SECTION I. PURPOSE OF CODEX GUIDELINES ON SAMPLING	38
1.1 PURPOSE	38
1.2 TARGET AUDIENCE OF THE GUIDELINES	38
1.3 USERS OF SAMPLING PLANS RECOMMENDED BY THE GUIDELINES	38
1.4 SCOPE OF THE GUIDELINES	38
1.5 RELATIONSHIP OF THE GUIDELINES WITH THE ISO GENERAL STANDARDS	42
SECTION 2: MAIN NOTIONS OF SAMPLING	42
INTRODUCTION.....	42
2.1.1 <i>Presentation of the section</i>	42
2.1.2 <i>General</i>	43
2.2 COMMONLY USED TERMS AND NOTIONS.....	44
2.2.1 <i>Lot</i>	44
2.2.2 <i>Consignment</i>	44
2.2.3 <i>Sample (representative sample)</i>	44
2.2.4 <i>Sampling</i>	45
2.2.5 <i>Total estimation error</i>	45
2.2.6 <i>Sampling error</i>	45
2.2.7 <i>Item or increment of individualisable goods</i>	45
2.2.8 <i>Sampling plan</i>	45
2.2.9 <i>The Characteristic</i>	45
2.2.10 <i>Homogeneity</i>	46
2.2.11 <i>Defects (Nonconformities) and Critical Nonconformities</i>	46
2.2.12 <i>Operating Characteristic Curve</i>	46
2.2.13 <i>Producers' risk and consumers' risk</i>	47
2.2.14 <i>The Acceptable Quality Level (AQL) and Limiting Quality (LQ) Level</i>	47
2.2.15 <i>Responsible Authority</i>	48
2.2.16 <i>Inspection Levels and Switching Rules</i>	48
2.2.17 <i>Acceptance Number</i>	49
2.2.18 <i>Lot Size and Sample Size</i>	49
2.3 SAMPLING PROCEDURES	49
2.3.1 <i>Employment of Authorised Sampling Officers</i>	49
2.3.2 <i>Material to be Sampled</i>	49
2.3.3 <i>Representative sampling</i>	50
2.3.4 <i>Preparation of samples</i>	50
2.3.5 <i>Packaging and Transmission of Laboratory Samples</i>	51
2.3.6 <i>Sampling reports</i>	51
2.4 ESTIMATION ERRORS	51
2.5 TYPES OF SINGLE SAMPLING PLANS	52
2.5.1 <i>Single sampling plans for inspections of percent non-conforming items</i>	52
2.5.2 <i>Zero Acceptance Number Sampling Plans</i>	62
2.5.3 <i>Sampling plans for inspection of critical nonconformities</i>	62
2.6 COST OF SAMPLING.....	63

SECTION 3: THE SELECTION OF SAMPLING PLANS FOR SINGLE OR ISOLATED LOTS MOVING IN INTERNATIONAL TRADE	63
3.1 SAMPLING PROCEDURES FOR INSPECTION BY ATTRIBUTES: SAMPLING PLANS INDEXED BY LIMITING QUALITY (LQ) FOR ISOLATED LOT INSPECTION.....	64
3.1.1 <i>Procedure A: Producer and consumer regard lot in isolation.....</i>	64
3.1.2 <i>Procedure B: Producer regards lot as one of a continuing series: Consumer regards lot in isolation</i>	65
3.2 TWO AND THREE CLASS ATTRIBUTES PLANS FOR MICROBIOLOGICAL ASSESSMENTS (SEE REFERENCE 6.1)	65
3.2.1 <i>Two-class Attributes Plans</i>	65
3.2.2 <i>Three-class Attributes Plans</i>	66
3.2.3 <i>The Application of Two and Three-class Attributes Plans.....</i>	68
3.3 SINGLE SAMPLING PLANS FOR AVERAGE CONTROL (STANDARD DEVIATION UNKNOWN)	69
SECTION 4: THE SELECTION OF SAMPLING PLANS FOR A CONTINUOUS SERIES OF LOTS FROM A SINGLE SOURCE	70
4.1 PRESENTATION OF SECTION 4	70
4.2 SINGLE SAMPLING PLANS RECOMMENDED FOR INSPECTION OF DEFECTIVE PERCENTAGE BY ATTRIBUTES (FROM ISO 2859-1 : 1989).....	72
4.2.1 <i>General.....</i>	72
4.2.2 <i>Recommended plans by attributes</i>	73
4.3 SINGLE SAMPLING PLANS FOR INSPECTION BY VARIABLES FOR PER CENT NONCONFORMING	80
4.3.1 <i>General.....</i>	80
4.3.2 <i>Recommended sampling plans by variables : s method.....</i>	81
TABLE 14: VARIABLE SAMPLING PLANS WITH UNKNOWN STANDARD DEVIATION	82
4.3.3 <i>Recommended sampling plans by variables : σ-method.....</i>	89
TABLE 17. VARIABLE SAMPLING PLANS WITH KNOWN STANDARD DEVIATION	90
4.3.4 <i>Rules and procedures of switching between inspection levels</i>	97
4.4 SINGLE SAMPLING PLANS FOR AVERAGE CONTROL	97
4.4.1 <i>Unknown standard deviation</i>	97
4.4.2 <i>Known standard deviation</i>	98
SECTION 5: THE SELECTION OF SAMPLING PLANS FOR THE INSPECTION BY VARIABLES OF BULK MATERIALS : KNOWN STANDARD DEVIATION.....	99
5.1 GENERAL.....	99
5.2 STANDARDISED SAMPLING PROCEDURES FOR THE INSPECTION OF INDIVIDUAL LOTS	99
SECTION 6: REFERENCES	101

PROPOSED DRAFT GENERAL GUIDELINES ON SAMPLING

PREAMBLE

RATIONALE

Codex Food Standards are aimed at protecting consumers' health and ensuring fair practices in the food trade.

Codex Methods of Sampling are designed to ensure that fair and valid sampling procedures are used when food is being tested for compliance with a particular Codex commodity standard. The sampling methods are intended for use as international methods designed to avoid or remove difficulties which may be created by diverging legal, administrative and technical approaches to sampling and by diverging interpretation of results of analysis in relation to lots or consignments of foods, in the light of the relevant provision(s) of the applicable Codex standard.

The present guidelines have been elaborated to facilitate the implementation of these goals by Codex Commodity Committees, governments and other users.

BASIC RECOMMENDATIONS FOR THE SELECTION OF CODEX SAMPLING PLANS

The present clause represents a pre-requisite to the use of these Guidelines, and is intended to facilitate the selection of Codex sampling plans, as well as to follow a systematic approach for this selection.

The following enumerates the essential points that the Codex commodity committees, Governments and other users should address for the selection of appropriate sampling plans, when setting-up specifications.¹

- 1) **Existence (or not) of international reference documents** on sampling of the considered products
- 2) **Nature of the control**
 - Characteristic applicable to each individual item of the lot
 - Characteristic applicable to the whole lot (statistical approach)
- 3) **Nature of the characteristic to control**
 - Qualitative characteristic (characteristic measured on a pass/failed or similar basis, i.e. presence of a pathogen micro-organism)
 - Quantitative characteristic (characteristic measured on a continuous scale, for example a compositional characteristic)
- 4) **Choice of the quality level (AQL or LQ)**
 - In accordance with the principles laid down in the Codex Manual of Procedures and with the type of risk: critical/ non-critical non-conformities.
- 5) **Nature of the lot**
 - Bulk or pre-packed commodities
 - Size, homogeneity and distribution concerning the characteristic to control
- 6) **Composition of the sample**
 - Sample composed of a single sampling unit
 - Sample composed of more than one unit (including the composite sample)

¹ See also "Principles for the establishment or selection of Codex Sampling procedures : general instructions for the selection of methods of sampling", in the Codex Alimentarius Manual of Procedures.

7) Choice of the type of sampling plan

- acceptance sampling plans for statistical quality control
 - for the control of the *average* of the characteristic
 - for the control of *per-cent non-conforming* items in the lot
 - Definition and enumeration of non-conforming items in the sample (**attribute** plans)
 - Comparison of the mean value of the items forming the sample with regards to an algebraic formula (**variable** plans).
- Convenience (or pragmatic, empirical) sampling plans²

The two flow-charts in the following pages sum up a systematic approach for the selection of a sampling plan and reference to the appropriate sections in the document, which does not cover sampling of heterogeneous bulk lots.

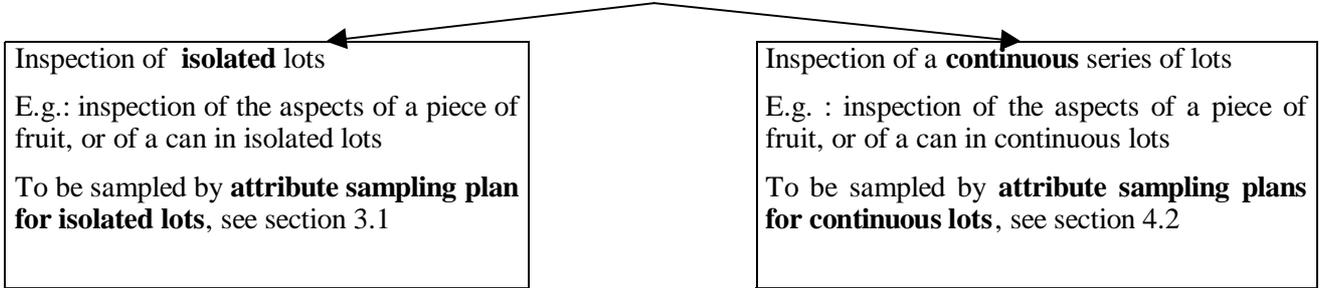
²

Not covered by these Guidelines. Such pragmatic sampling has been used in the Codex for example for the determination of compliance with Maximum Residue Limits for pesticides and veterinary drugs.

FLOW-CHART FOR CHEMICAL AND PHYSICAL CHARACTERERISTICS

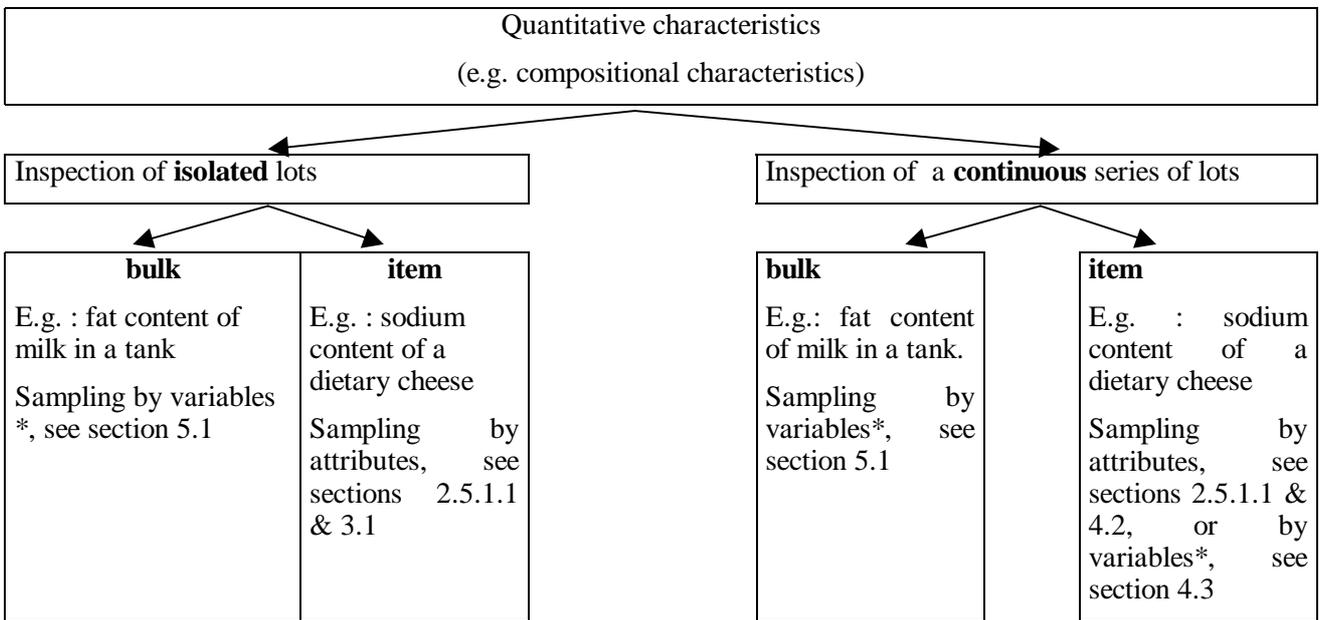
Qualitative Characteristics

(e.g. commodity defects)



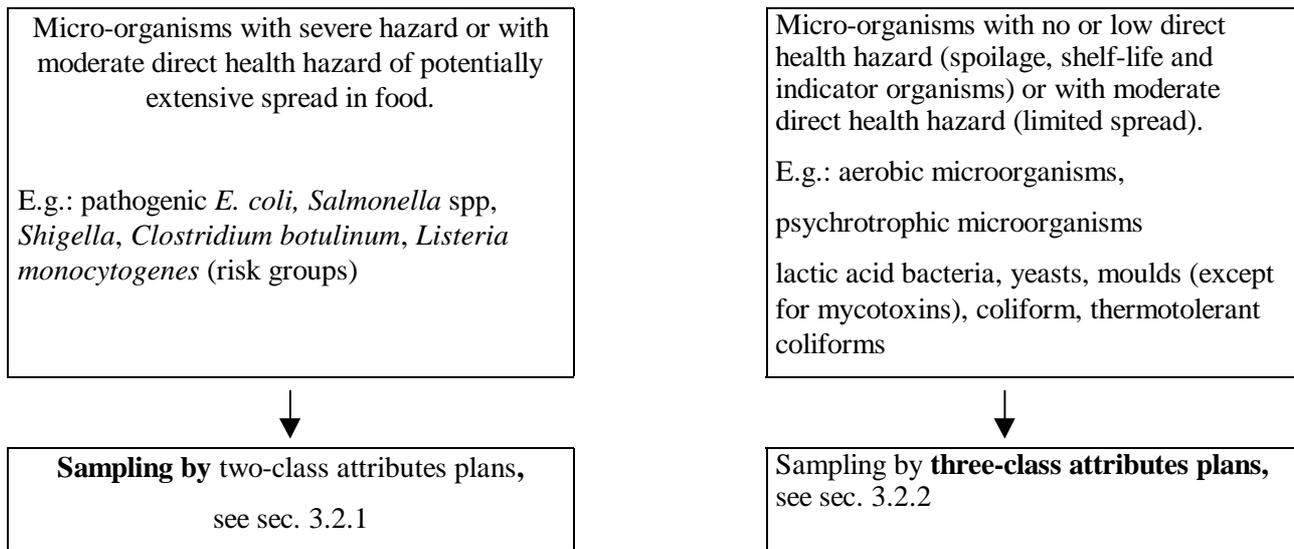
Quantitative characteristics

(e.g. compositional characteristics)



* normal distribution is assumed

FLOW-CHART FOR MICROBIOLOGICAL CHARACTERISTICS



8) Decision rules for the lot acceptance/rejection

See the appropriate references in Sections 3, 4 or 5.

SECTION I. PURPOSE OF CODEX GUIDELINES ON SAMPLING

1.1 PURPOSE

Sampling plans are required which ensure that fair and valid procedures are used when food is being controlled for compliance with a particular Codex commodity standard.

Since numerous, yet often complex, sampling plans are available it is the purpose of these guidelines to help those responsible for sampling to select sampling plans that are appropriate for statistical inspections under specifications laid down by Codex standards.

No sampling plan can ensure that every item in a lot conforms. These sampling plans are nevertheless useful for guaranteeing an acceptable quality level.

These guidelines contain the elementary principles of statistical control at reception, which complete the basic recommendations laid down in the Preamble.

1.2 TARGET AUDIENCE OF THE GUIDELINES

These Guidelines are above all aimed at Codex Commodity Committees which select from the plans recommended in sections 3, 4, and 5 those which at the time of the drafting of a commodity standard appear to them best suited for the inspection to be made. These Guidelines can also be used, if applicable, by governments in case of international trade disputes.

The Codex commodity committees, Governments and other users should be provided with the competent technical experts needed for good use of these guidelines, including the selection of appropriate sampling plans.

1.3 USERS OF SAMPLING PLANS RECOMMENDED BY THE GUIDELINES

The sampling plans described in these Guidelines may be implemented either by Governmental food control authorities, or by professionals themselves (self-inspection performed by producers and/or traders). In the latter case, these Guidelines enable the governmental authorities to check the appropriateness of the sampling plans implemented by the professionals.

It is recommended that the different parties concerned with sampling come to an agreement on the implementation of the same sampling plan for the respective controls.

1.4 SCOPE OF THE GUIDELINES

These Guidelines define at first in Section 2 general notions on food sampling, applicable in any situations, and then in Sections 3 to 5 cover certain situations of statistical food control, for whose certain sampling plans have been selected.

The following sampling situations are covered: for the control of only homogeneous goods,

- control of percentage of defective items by attributes or by variables, for goods in bulk or in individual items,
- control of a mean content.

These Guidelines do not cover the control of :

- non-homogeneous goods;
- for homogeneous goods, the cases where measurement error is not negligible compared to sampling error, as well as the control of a qualitative characteristic in a bulk material and;
- they do not deal with double, multiple and sequential sampling plans, deemed too complex in the frame of these Guidelines.

Detailed sampling procedures do not lie within the scope of these general guidelines. If necessary, they should be established by the Codex commodity committees.

These Guidelines are applicable for control at reception, and may not be applicable for control of end-products and for process control during production.

The following Table 1 summarises the situations covered by these Codex Guidelines and those, which are excluded. It also gives, where applicable, useful international references for some of the situations not covered by these Codex Guidelines.

TABLE 1 : GUIDE TO SELECTION OF SAMPLING PLANS FOR HOMOGENEOUS LOTS³

	Lots consisting of individualisable bulk material	Lots consisting of <u>individual</u>⁴ <u>items</u>		
	Quantitative Measurements	Qualitative Measurements ⁵	Quantitative Measurements	
Isolated lots	Inspection by Variables of Bulk Materials for Percentage Non-conforming -Section 5.1 Example: check tank of milk to for added water	Inspection by Attributes for percentage non-conforming - Section 2.5.1.1 Example: inspection of pieces of fruit for defects Microbiological inspection of product - Section 3.1, 3.2 Example: testing uncooked vegetables for mesophilic aerobic micro-organisms.(see ICMSF standards)	Inspection by Variables for percentage non-conforming - Section 4.3.2 (s method) Example: to check whether fat content of a skimmed milk powder complies with Codex limit	Average Content – Sections 3.3 and 4.4 Example: to check that average weight of items in a lot complies with label declaration (see also ISO 2854-1976, 3494-1976)

³ Assuming for quantitative measurements, that measurement error is negligible in relation to process variation (see Section 2.4)

⁴ Or individualisable.

⁵ Qualitative data includes quantitative data classified as attributes, for example with respect to a limit.

Continuous series of lots	<p>Inspection by Variables of Bulk Materials for Percentage Non-conforming - Section 5.1</p> <p>Example: check a tank of milk for added water</p>	<p>Inspection by Attributes for percentage non-conforming - Section 2.5.1.1</p> <p>Example: inspection of pieces of fruit for defects</p> <p>Microbiological inspection of product -Section 3.1, 3.2</p> <p>Example: testing uncooked vegetables for mesophilic aerobic micro-organisms (see ICMSF)</p>	<p>Inspection by Variables for percentage non-conforming - Section 4.3.3 (σ method)</p> <p>Example: to check whether fat content of a skimmed milk powder complies with Codex limit</p>	<p>Average Content - Sections 3.3 and 4.4</p> <p>Example: to check sodium content of a dietary food does not exceed prescribed level (See also ISO 2854-1974, 3494-1976)</p>
---------------------------	--	---	--	---

1.5 RELATIONSHIP OF THE GUIDELINES WITH THE ISO GENERAL STANDARDS

In the cases of control situations dealt with by this document, the sampling shall only follow the rules of the sampling plans of this document, even if this document refers to the following ISO Standards for the details of the scientific and statistical background.

In the cases of control situations not dealt with by this document, and if they are dealt with by a general ISO Standard (see below), the product Committee or the governments should refer to them, and define how to use them⁶.

The ISO Standards are provided in the following:

- ISO 2854 : 1976(E) : Statistical interpretation of data – Techniques of estimation and tests relating to means and variances
- ISO 2859-0:1995(E): Sampling procedures for inspection by attributes - Part 0: Introduction to the ISO 2859 attribute sampling system
- ISO 2859-1:1999(E): Sampling procedures for inspection by attributes - Part 1: Sampling plans indexed by acceptable quality level (AQL) for lot-by-lot inspection
- ISO 2859-2:1985(E): Sampling procedures for inspection by attributes - Part 2: Sampling plans indexed by limiting quality (LQ) for isolated lot inspection
- ISO 3494:1976 : Statistical interpretation of data – Power of tests relating to means and variances
- ISO 3951:1989(E): Sampling procedures and charts for inspection by variables for percent nonconforming
- ISO 7002:1986 (E) : Agricultural food products - Layout for a standard method of sampling a lot,
- ISO 8423:1991(E): Sequential sampling plans for inspection by variables for percent nonconforming (known standard deviation)
- ISO 8422:1991(E): Sequential sampling plans for inspection by attributes
- ISO/TR 8550:1994(E)): Guide for the selection of an acceptance sampling system, scheme or plan for inspection of discrete items in lots
- ISO 10725:2000(E): Acceptance sampling plans and procedures for the inspection of bulk material
- ISO/FDIS 11 648-1 : Statistical aspects of sampling from bulk materials – Part 1 : General principles
- ISO/DIS 14 560 : Acceptance sampling procedures by attributes – Specified quality levels in non-conforming items per million

The standards listed above were valid at the time of publication of these guidelines. However, since all standards are subject to revision, parties to agreements based upon these guidelines should ensure that the most recent editions of the standards are always applied.

SECTION 2. MAIN NOTIONS OF SAMPLING

INTRODUCTION

2.1.1 Presentation of the section

This section presents:

- the rationale and the procedure to be followed before sampling a lot and selecting a sampling plan (section 2.1.2);
- the vocabulary and the main notions used in sampling (section 2.2), particularly the principle of the operating characteristic curve of a sampling plan (section 2.2.12) and the related notions of acceptable quality and the limiting quality level (section 2.2.14). These notions are essential for risk assessment prior to selecting a plan;

⁶ It is recommended that Codex product committees also refer to existing sectorial ISO Standards (today approximately 20), which are specific to certain types of foods.

- sampling techniques, which are methods to collect and form the sample to be analysed (section 2.3);
- the different types of errors associated to the sampling plan (section 2.4);
- the types of sampling plans which lay down the rule for reaching a decision on the basis of the results obtained on samples taken from the inspected lot, in other words the acceptance or refusal of the lot after inspection (section 2.5);
- the principle of the inspection by single sampling plans by attributes (section 2.5.1.1) and by single sampling plans by variables (section 2.5.1.2) of percent nonconforming is presented and illustrated by the corresponding and compared operating characteristic curves (section 2.5.1.3);
- the selection of an attributes plan or a variables plan is illustrated by a diagram of the decision to be taken in terms of the inspection situations encountered (section 2.5.1.4);
- a table summarises the comparative advantages and disadvantages of an attribute plan and a variable plan (section 2.5.1.5).

2.1.2 General

Most of sampling procedures involve the selection of a sample (or samples) from a lot, the inspection or analysis of the sample, and the classification of the lot (as ‘acceptable’ or ‘not acceptable’) based upon the result of the inspection or analysis of the sample.

An acceptance *sampling plan* is a set of rules by which a lot is to be inspected and classified. The plan will stipulate the number of items, to be randomly selected from the lot under inspection, which will comprise the sample. A sampling procedure which involves ‘switching’ (see Section 2.2.16) from one sampling plan to another is referred to as a ‘*sampling scheme*’. A collection of sampling plans and sampling schemes constitutes a ‘*sampling system*’.

Before elaborating any sampling plan, or before the Codex Committee on Methods of Analysis and Sampling endorses any plan, the Commodity Committee should also indicate the following:

- The basis on which the criteria in the Codex Commodity standards have been drawn up, for example;
 - whether on the basis that *a specified high proportion of items* in a lot, should comply with the provision in the standard, or
 - whether the *average of a set of samples* extracted from a lot must comply and, if so, whether a minimum or maximum tolerance, as appropriate, is to be given
- Whether there is to be any differentiation in the relative importance of the criteria in the standards. If so, the appropriate statistical parameter to be applied to each criterion should be indicated

Instructions on the procedure for implementing the sampling plan should indicate the following:

- The measures necessary in order to ensure that the sample taken is *representative* of the consignment or of the lot. (If a consignment consists of several lots, samples should be collected that are representative of the individual lots.)
- The samples shall be taken randomly, since they are more likely to reflect the quality of the lot, however information from a sample may still not be identical with that from the whole lot due to sampling error.
- The *size and number of individual items* forming the sample taken from the lot or consignment
- The procedures to be adopted for *collecting, handling and recording* the sample(s)

The following issues should also be addressed when selecting a sampling procedure, in addition to the foreword:

- The distribution of the characteristic(s) in the population to be sampled
- The cost of the sampling plan
- Risk assessment (see Sections 2.2.11 and 2.2.14): Inspection systems, incorporating appropriate sampling plans, and designed to ensure food safety should be operated on the basis of objective risk assessment appropriate to the circumstances. Whenever possible, the risk assessment methodology

employed should be consistent with internationally accepted approaches; and should be based on current available scientific evidence.

The precise definition of an acceptance sampling procedure will require the setting or selection of:

- The characteristic to be measured
- Lot size
- An attribute or variables plan
- The Limiting Quality (LQ) level, for isolated lots; or the AQL (Acceptable Quality Level), for a continuous series of lots
- The level of inspection
- The size of the sample
- The criteria for acceptance or rejection of the lot
- The procedures to be adopted in cases of dispute

2.2 COMMONLY USED TERMS AND NOTIONS

The definitions of sampling terms used in these guidelines are mostly those specified in ISO 7002.

Some of the more commonly used terms in acceptance sampling are described in this section.

2.2.1 Lot

A lot is a definite quantity of some commodity manufactured or produced under conditions, which are presumed uniform for the purpose of these Guidelines.

For the goods presumed heterogeneous, sampling can only be achieved on each homogeneous part of this heterogeneous lot. In that case, the final sample is called a stratified sample (see 2.3.3).

NOTE: A **continuous series of lots** is a series of lots produced, manufactured or commercialised on a continuous manner, under conditions presumed uniform. The inspection of a continuous series of lots can only be achieved at the production or processing stage.

2.2.2 Consignment

A consignment is a quantity of some commodity delivered at one time. It may consist in either a portion of a lot, either a set of several lots.

However, in the case of statistical inspection, the consignment shall be considered as a new lot for the interpretation of the results.

- If the consignment is a portion of a lot, each portion is considered as a lot for the inspection.
- If the consignment is a set of several lots, before any inspection, care shall be given to the homogeneity of the consignment. If not homogeneous, a stratified sampling may be used.

2.2.3 Sample (representative sample)

Set composed of one or several items (or a portion of matter) selected by different means in a population (or in an important quantity of matter). It is intended to provide information on a given characteristic of the studied population (or matter), and to form a basis for a decision concerning the population or the matter or the process, which has produced it.

A **representative sample** is a sample in which the characteristics of the lot from which it is drawn are maintained. It is in particular the case of a simple random sample where each of the items or increments of the lot has been given the same probability of entering the sample.

Note : Sections A.11 to A.17 of Annex A of the Standard ISO 7002 define the composite sample, the reference sample, the global sample, the test sample, the laboratory sample, the primary sample and the reduced sample.

2.2.4 Sampling

Procedure used to draw or constitute a sample.

Empirical or punctual sampling procedures are sampling procedures, which are not statistical-based procedures, that are used to make a decision on the inspected lot.

2.2.5 Total estimation error

In the estimation of a parameter, the total estimation error is the difference between the calculated value of the estimator and the true value of this parameter.

The total estimation error is due to:

- sampling error,
- measurement error,
- rounding-off of values or sub-division into classes,
- bias of the estimator,
- other errors.

2.2.6 Sampling error

Part of the total estimation error due to one or several of the following parameters:

- the heterogeneity of the inspected characteristics,
- the random nature of a sampling,
- the known and acceptable characteristics of the sampling plans.

2.2.7 Item or increment of individualisable goods

a) Individualisable goods : Goods which can be individualised as items (see b) or in increments (see c), for example :

- a pre-package,
- a flask or a spoon containing a quantity of goods determined by the sampling plan, and taken from a lot, for example :
 - a volume of milk or of wine stored in a tank,
 - a quantity of goods taken from a conveyor belt,...

b) Item: An actual or conventional object on which a set of observations may be made, and which is drawn to form a sample.

Note: The terms “individual” and “unit” are synonymous with “item”

c) Increment: Quantity of material drawn at one time from a larger quantity of material to form a sample.

2.2.8 Sampling plan

Planned procedure which enables one to choose, or draw separate samples from a lot, in order to get the information needed, such as a decision on compliance status of the lot.

More precisely, a sampling plan is a scheme defining the number of items to collect and the number of non-confirming items required in a sample to evaluate the compliance status of a lot.

2.2.9 The Characteristic

A characteristic is a property, which helps to identify, or differentiate between, items within a given lot. The characteristic may be either quantitative (a specific measured amount, plan by variables) or qualitative (meets or does not meet a specification, plan by attributes). Three types of characteristic and associated types of sampling plan are illustrated in Table 2.

Table 2 : Sampling plans to be associated with the type of characteristic

<i>Type of Characteristic</i>	<i>Type of Sampling Plan</i>
Commodity defects : characteristics that may be expressed by two excluding situations as passed/not passed, yes/not, integer/not integer, spoiled/not spoiled (e.g. as applied to visual defects such as loss of colour, mis-grading, extraneous matter etc)	‘Attributes’ (e.g. as in Codex Sampling Plans for Pre-packaged Foods, CAC/RM 42-1969 ⁷)
Compositional characteristics : characteristics that may be expressed by continuous variables. They may be normally distributed (e.g. most analytically determined compositional characteristics such as moisture content) or they may be non-normally distributed.	‘Variables with unknown standard deviation’ for normally distributed characteristics and ‘attributes’ for characteristics whose distributions deviate significantly from normal
Health-related properties (e.g. in the assessment of microbial spoilage, microbial hazards, irregularly occurring chemical contaminants etc)	Specified sampling plans to be proposed appropriate to each individual situation (e.g. for microbiological control, see Section 3.2). Plans to determine incidence rates in a population may be used.

2.2.10 Homogeneity

A lot is **homogenous** relative to a given characteristic if the characteristic is uniformly distributed according to a given probability law throughout the lot⁸.

NOTE: A lot being homogeneous for a given characteristic does not mean that the value of the characteristic is the same throughout the lot.

A lot is **heterogeneous** relative to a given characteristic if the characteristic is **not** uniformly distributed throughout the lot. Items in a lot may be homogenous on one characteristic whilst heterogeneous on another characteristic.

2.2.11 Defects (Nonconformities) and Critical Nonconformities

A *defect (nonconformity)* occurs within an item when one or more, *quality characteristic* does not meet its established quality specification. A *defective item* contains one or more defects.

Lot quality may be judged in terms of the acceptable *percentage of defective items* or the *maximum number of defects (nonconformities) per hundred items, in respect of any type of defects* (see also Section 2.2.7 for the definition of an item).

Most acceptance sampling involves the evaluation of *more than one quality characteristic*, which may differ in importance with respect to quality and/or economic considerations. Consequently, it is recommended that nonconformities be classified as follows, according to their degree of seriousness (see also Section 2.2.9 for the definition of a characteristic):

- **Class A:** Those nonconformities considered to be of the highest concern in terms of the quality and/or safety of the product
- **Class B:** Those nonconformities considered to be less important than the Class A nonconformities

2.2.12 Operating Characteristic Curve

For a given sampling plan, an **Operating Characteristic (OC) curve** describes the probability of acceptance of a lot as a function of its actual quality. It relates the rate of defective items in lots (x-axis) with the

⁷ The Codex Alimentarius Commission at its 22nd Session (June 1997) abolished the CAC/RM Numbering System.

⁸ After checking, if necessary by an appropriate statistical test for comparison of 2 samples, i.e. a parametric test of a mean/variance of the characteristic (e.g. Aspin-Welch test) or a non parametric test of the characteristic for the proportions (e.g. Chi-square test or Kolmogorof-Smirnof test) (see references 2, 3 and 4).

probability of accepting these lots at control (y-axis). Section 4.1 develops the principle of such a curve and illustrates it with an example.

2.2.13 Producers' risk and consumers' risk

Producers' risk (PR)

On the OC curve (see 2.2.12) of a sampling plan, the producers' risk corresponds to the probability to reject a lot having a proportion P_1 of defective items (generally low), fixed by the sampling plan. According to the producer, such a lot should not be rejected.

In other words, the PR is the probability to wrongly reject a lot.

Generally, the PR is expressed by a proportion noted P_{95} corresponding to the proportion of defective items in the lot accepted in 95 % of the cases (i.e. rejected in 5 % of the cases).

Consumers' risk (CR)

On the OC curve (see 2.2.12) of a sampling plan, the consumers' risk corresponds to the probability to accept a lot having a proportion P_2 of defective items (generally low), fixed by the sampling plan. According to the consumer, such a lot should be rejected.

In other words, it is the probability to wrongly accept a lot.

Generally, the CR is expressed by a proportion noted as P_{10} which corresponds to the proportion of defective items in the lot accepted in 10 % of the cases (i.e. rejected in 90 % of the cases).

Discrimination Distance (D)

The discrimination distance (D) is the absolute distance between the producers' risk (PR) and the consumers' risk (CR), and should be specified, taking into account the values of the population standard deviations of sampling and of measurements.

2.2.14 The Acceptable Quality Level (AQL) and Limiting Quality (LQ) Level

The inspection of a lot using either an attributes or variables sampling plan will allow a decision to be made on the quality of the lot.

The Acceptable Quality Level (AQL) for a given sampling plan is the rate of non-conforming items at which a lot will be rejected with a low probability, usually 5 %.

The **Acceptable Quality Level (AQL)** is used as an indexing criterion applied to *a continuous series of lots* which corresponds to a maximum rate of acceptable defective items in lots (or the maximum number of defective items per hundred items). This is a quality goal fixed by the profession. This does not mean that all the lots having a rate of defective items greater than the AQL will be rejected at the control, but this means that the higher the rate of defective items exceeds the AQL, the greater is the probability of rejection of a lot. For any given sample size, the lower the AQL, the greater the protection for the consumer against accepting lots with high defective rates, and the greater the requirement for the producer to conform with sufficiently high quality requirements. Any value for AQL should be realistic in practice and be economically viable. If necessary, the value of AQL should take into account safety aspects.

It should be recognised that the selection of a value for the AQL depends on the specific characteristic considered and of its relevance (economic or other) for the standard in its whole. A risk analysis may be undertaken to assess the possibility and severity of negative impacts on public health caused, for example, by the presence in food products of additives, contaminants, residues, toxins or pathogenic micro-organisms.

The characteristics which may be linked to critical defects (for example to sanitary risks) shall be associated with a low AQL (i.e. 0,1 % to 0,65 %) whereas the compositional characteristics such as the fat or water content, etc may be associated with a higher AQL (e.g., 2,5 % or 6,5 % are values often used for milk products). The AQL is used as an indexing device in the tables of the Standards ISO 2859-1, ISO 3951 and in some tables of ISO 8422 and ISO 8423 (see section 1).

The AQL is particular producers' risk, generally different from P_{95} (see 2.2.13).

The **Limiting Quality** (LQ) for a given sampling plan is the rate of non-conforming items at which a lot will be accepted with a low probability, usually 10 %.

The **Limiting Quality** (LQ) is applied when *a lot is considered in isolation*. It is a quality level (expressed, for example, as percentage nonconforming items in the lot) which corresponds to a specified and relatively low probability of acceptance of a lot having a rate of defective items of LQ. Generally, the LQ corresponds to the rate of defective items of lots accepted after control in 10 % of the cases. LQ is an indexing device used in ISO 2859-2 (where it is recommended that the LQ is set at least three times the desired AQL, in order to ensure that lots of acceptable quality have a reasonable probability of acceptance).

The LQ is generally very low when the plans aim at the control of food safety criteria. It is often higher when the plans aim at the control of quality criteria.

The LQ is a particular consumers' risk, it corresponds to P_{10} (see 2.2.13).

The users of sampling plans shall mandatory agree on the choice on the AQL or LQ of the plan used for the quality control of the lots.

For a given product, a single AQL (or LQ) should be allocated to each of the two classes of nonconformities specified in Section 2.2.11, a low AQL (e.g. 0,65 %) being allocated to Class A nonconformities (e.g. pesticide content in follow-up milk), and a higher AQL (e.g. 6,5%) being allocated to Class B nonconformities (e.g. protein content in follow-up milk).

Consequently, there is a separate sampling plan for each of the two AQLs (LQs), and a lot is accepted only if it is accepted by each of the plans. The same sample may be used for each class provided the evaluation is not destructive for more than one type of nonconformity. If two samples must be collected they can be taken simultaneously for practical reasons.

2.2.15 Responsible Authority

The **responsible authority** will be the official designated by the importing country; and will normally be responsible, for example, for setting the '*inspection level*' and for the introduction of '*switching rules*' (see 2.2.16).

2.2.16 Inspection Levels and Switching Rules

The **inspection level** *relates the sample size to the lot size and hence to the discrimination afforded between 'good' and 'poor' quality*. For example, Tables I and I-A of ISO 2859-1:1989 (E) and ISO 3951:1989 (E) respectively provide seven and five inspection levels. For a given AQL the lower the inspection level number the greater is the risk of accepting poor quality lots.

The inspection level should be set by the '*responsible authority*'. *Unless otherwise specified, the normal (II) inspection level shall be used.* Reduced (I) level or tightened (III) level should be used when less or more discrimination, respectively, is required. Level II affords less than double the sample size of Level I, Level III gives about one and a half times the sample size of Level II. The 'special' levels (S-1 to S-4) should be used where relatively small sample sizes are required and large sampling risks can and/or must be tolerated.

A sampling scheme involves 'switching' between normal, tightened and reduced inspection sampling plans. It is recommended that all Commodity Committees include switching rules in those sampling plans applied to a continuing series of lots.

Normal inspection is designed to protect the producer against having a high proportion of lots rejected when the quality of the product is better than the AQL. However, if two out of any five (or fewer) successive lots are not accepted, then tightened inspection must be introduced. On the other hand, if production quality is consistently better than the AQL, sampling costs may be reduced (at the discretion of the responsible authority) by the introduction of reduced-inspection sampling plans.

Switching rules for a continuous series of lots are described in detail in Sections 4.2.2.4 and 4.3.4.

2.2.17 Acceptance Number

For a given attributes sampling plan, the **acceptance number** is the maximum number of nonconforming units, or the maximum number of nonconformities, allowed in the sample if the lot is to be accepted. Zero acceptance number plans are described in Sections 2.5.2.

2.2.18 Lot Size and Sample Size

For internationally traded commodities, the lot size is usually specified in the shipping manifest. If a different lot size is to be used for sampling purposes, this should be clearly stipulated in the standard by the appropriate Commodity Committee.

There is no mathematical relationship between sample size (n) and lot size (N). Therefore, mathematically, there is no objection to take a sample of small size to inspect an homogeneous lot of large size. Nevertheless, the ratio $f = n/N$ influences the sampling error when the lot size is small. Moreover, in an objective of consumer protection (in particular health), it is recommended, as illustrated in the following example, to choose samples of larger sizes when the lot sizes are large.

Example : Inspection of the fat content in whole milk of 8500 items by attribute sampling plans at AQL of 2,5 %.

Two different plans could be used : plan 1 ($n = 5$, $c = 0$, $LQ = 36,9$ %) and plan 2 ($n = 50$, $c = 3$, $LQ = 12,9$ %).

Given the LQ of plan 1, lots having a non-conforming rate of 36,9 % (that is 3136 non-conforming items) are accepted in 10 % of cases.

Given the LQ of plan 2, lots having a non-conforming rate of 12,9 % (that is 1069 non-conforming items) are accepted in 10 % of cases.

The choice of plan 2 enables the avoidance of the risk in 10 % of the cases in placing on the market $(3136-1069) = 2067$ non-conforming items.

When the ratio $f = n/N$ (where n is the sample size and N is the lot size) is less than or equal to 10 %, and when the lots are assumed to be homogenous, it is the absolute sample size that is more important rather than its relationship to the size of the lot.

However, in order to reduce the risk of accepting large numbers of defective items, it is usual to increase the sample size as the lot size increases, especially when it is assumed that the lot is not homogenous.

With a large lot it is possible and economical to take a large sample whilst maintaining a large lot-to-sample ratio and, thereby, achieving better discrimination (between acceptable and unacceptable lots). Furthermore, for a given set of sampling efficiency criteria, the sample size will not increase as rapidly as the lot size and will not increase at all after a certain lot size. However, there are a number of reasons for limiting the lot size:

- the formation of larger lots may result in the inclusion of a widely varying quality
- the production or supply rate may be too low to permit the formation of large lots
- storage and handling practicalities may preclude large lots
- accessibility for drawing random samples may be difficult with large lots
- the economic consequence of non-acceptance of a large lot is large.

2.3 SAMPLING PROCEDURES

2.3.1 Employment of Authorised Sampling Officers

It is highly recommended that the sampling is performed by persons trained and authorised in the techniques of sample collection by the importing country.

2.3.2 Material to be Sampled

Each lot that is to be examined must be clearly defined. The appropriate Codex Commodity Committee should stipulate how a consignment should be handled in instances where no lot designation exists.

2.3.3 Representative sampling

The representative sampling is a procedure used for drawing or forming a representative sample⁹.

The requirements of this clause shall be, if needed, completed by procedures (such as how to collect and to prepare a sample). These procedures shall be defined by the users, in particular the Codex Products Committees.

Random sampling involves the collection of n items from a lot of N items in such a way that all possible combinations of n items have the same probability of being collected. The randomness can be obtained by use of table of random number which can be generated by using computer software.

In order to avoid any dispute over the representativeness of the sample, a random sampling procedure should be chosen, whenever possible, alone, or in combination with other sampling techniques.

Assuming the items can be numbered or ordered, even virtually when it is not possible to have individual items (e.g., in the case of a tank of milk or of a silo of grains), the choice of the items or of the increments entering into the sample should be done as follows:

1. To number all the items or increments of the lot (true or virtual)
2. The numbers of the items or increments to be sampled are determined randomly using Table 3 of the Standard ISO 2859-0:1995 or any approved table of random numbers.

The collection of samples is to be performed in a random manner, whenever possible during the loading or unloading of the lot.

If the lot is heterogeneous, a random sample may not be representative of the lot. In such cases, stratified sampling may be a solution. Stratified sampling consists of dividing the lot into different strata or zones, each stratum being more homogenous than the original lot. Then a random sample is drawn from each of these strata, following specified instructions which may be drafted by the Codex product committees. Each stratum can then be inspected by random sampling which usually includes from 2 to 20 items or increments per sample. (see the sampling plans of ISO 2859-1 of letter-codes A to F at the inspection level II). But before sampling, it is necessary, where appropriate, to refer to the specific instructions of the Codex product committees.

When it is not possible to sample at random¹⁰, for example in a very large store where the goods are badly tidied or when the production process includes a periodic phenomenon (e.g. a contaminant which is specifically located in a particular area of the silo or a regulator detuned every each k seconds, such as every k seconds the products packaged by this regulator have defaults), it is mandatory :

1. To avoid preferentially choosing items which are more easily accessible or which can be differentiated by a visible characteristic.
2. In the case of periodic phenomena, to avoid sampling every k seconds or every k^{th} package, or every k^{th} centimetres, to take an unit from every n^{th} palette, pre-package,...

2.3.4 Preparation of samples

2.3.4.1 Primary Samples

A **primary sample** is the 'portion of product' collected from a lot during the first stage of the sampling process, and will normally be in the form of an item (if collected from a lot of prepacked products) or of an increment (if collected from a bulk lot). (However, an 'increment' may be considered to be an 'item' if measurements are made on individual increments.) As far as is practicable, primary samples should be taken throughout the lot and departures from this requirement should be recorded. Sufficient primary samples of similar size should be collected to facilitate laboratory analysis. In the course of taking the primary samples (items or increments), and in all subsequent procedures, precautions must be taken to maintain sample

⁹ See the definition of a representative sample in 2.2.3.

¹⁰ The assessment of such a situation can be done, for a periodic phenomenon, by looking at the process control chart, for the storage conditions, or by obtaining information from storage managers, laboratories, professional organisations.

integrity (i.e., to avoid contamination of the samples or any other changes which would adversely affect the amount of residues or the analytical determinations, or make the laboratory sample not representative of the composite sample from the lot).

2.3.4.2 Composite Sample

When required by the sampling plan, a **composite sample** is produced by carefully mixing the primary samples (items) from a lot of *pre-packaged* products; or by carefully mixing the primary samples (increments) from a *bulk* (not pre-packaged) lot.

Except for economical reasons, this sampling technique is not to be recommended given the loss of information on sample-to-sample variation due to the combination of primary samples.

2.3.4.3 Final Sample

The *bulk or bulked sample* should, if possible, constitute the **final sample** and be submitted to the laboratory for analysis. If the bulk/bulked sample is too large, the final sample may be prepared from it by a suitable *method of reduction*. In this process, however, individual items must not be cut or divided.

National legislative needs may require that the final sample be subdivided into two or more portions for separate analysis. Each portion must be representative of the final sample.

2.3.5 Packaging and Transmission of Laboratory Samples

The sample finally submitted to the laboratory is described as the **laboratory sample** and will take the form of either the final sample or a representative portion of the final sample.

The laboratory sample should be kept in such a manner that the controlled characteristic is not modified (e.g., for microbiological controls, mandatory use of a sterile and cooled container). Moreover, the laboratory sample should be placed in a clean inert container offering adequate protection from external contamination and protection against damage to the sample in transit. The container should then be sealed in such a manner that unauthorised opening is detectable, and sent to the laboratory as soon as possible taking any necessary precautions against leakage or spoilage, e.g., frozen foods should be kept frozen and perishable samples should be kept cooled or frozen, as appropriate.

2.3.6 Sampling reports

Every sampling act implies the drafting of a sampling report as described in clause 4.16 of the Standard ISO 7002 and indicating in particular the reason for sampling, the origin of the sample, the sampling method and the date and place of sampling, together with any additional information likely to be of assistance to the analyst, such as transport time and conditions. The samples, in particular the ones for the laboratory, shall be clearly identified.

In case of any departure from the recommended sampling procedure (when it was necessary, for any reason, to deviate from the recommended procedure), it is necessary to append to the sampling report another detailed report on the deviating procedure which has been actually followed. However in this case, no decision can be taken at control, this decision is to be taken by the responsible authorities.

2.4 ESTIMATION ERRORS

Quantitative results are of only limited value if they are not accompanied by some estimate of the *random* (unpredictable) and *systematic* (predictable) errors in them. (*Random* errors affect the precision of the result, whereas *systematic* errors affect accuracy.).

Sampling plans are associated with two types of error:

- *sampling error* (caused by the sample failing to accurately represent the population from which it was collected); and
- *measurement error* (caused by the measured value of the characteristic failing to accurately represent the true value of the characteristic within the sample).

It is desirable that the sampling errors associated with any sampling plan, as well as the measurement errors associated with the analysis should be quantified and minimised.

- General case

Generally, it is assumed that analytical error is negligible compared to sampling error (e.g., analytical error is at most 1/3 of sampling error, then the standard deviation for the observed results will be less than 5 % than the standard-deviation without taking into account the analytical error¹¹).

- First specific case : measurement error of the same order of magnitude than sampling error

When the controlled characteristics need to be analysed, any decision on a lot from a sample shall take into account the analytical error, in comparison with the sampling error if the latter is of the same order of magnitude. In such case, the standard-deviation for the observed results will be less than 41 % than the standard-deviation without taking into account the analytical error¹².

These Guidelines do not address how to take analytical error into consideration.

- Second specific case : measurement error larger than sampling error

In that case, there is no need to apply any statistical sampling plan.

2.5 TYPES OF SINGLE SAMPLING PLANS

2.5.1 Single sampling plans for inspections of percent non-conforming items

2.5.1.1 Principles of inspection by attributes of percent non-conforming items

The following text and curves present simply the principles of inspection by single sampling plans by attributes and by variables of percent nonconforming as well as their efficacy.

A sampling plan for inspection by attributes is a method for evaluating the quality of a lot which operates by classifying each increment of the sample as a conforming or nonconforming characteristic or attribute, depending on whether the Codex standard specification is complied with or not. This characteristic is either qualitative (for example the presence of a blemish on fruit) or quantitative (for example the sodium content of a dietary food, classified as conforming or non-conforming in relation to a limit noted). The number of increments having the nonconforming attribute are then counted and if the acceptance number set by the plan is not exceeded the lot is accepted, otherwise it is refused.

EXAMPLE 1 : A single sampling plan by attributes of AQL = 2,5 % to inspect the sodium content of a lot of dietary cheese low in sodium for which the maximum sodium content is set by Codex standard 53-1981 at 120 milligrams per 100 grams of commodity (noted U = 120 mg/100 g).

Decision to be taken according to this plan:

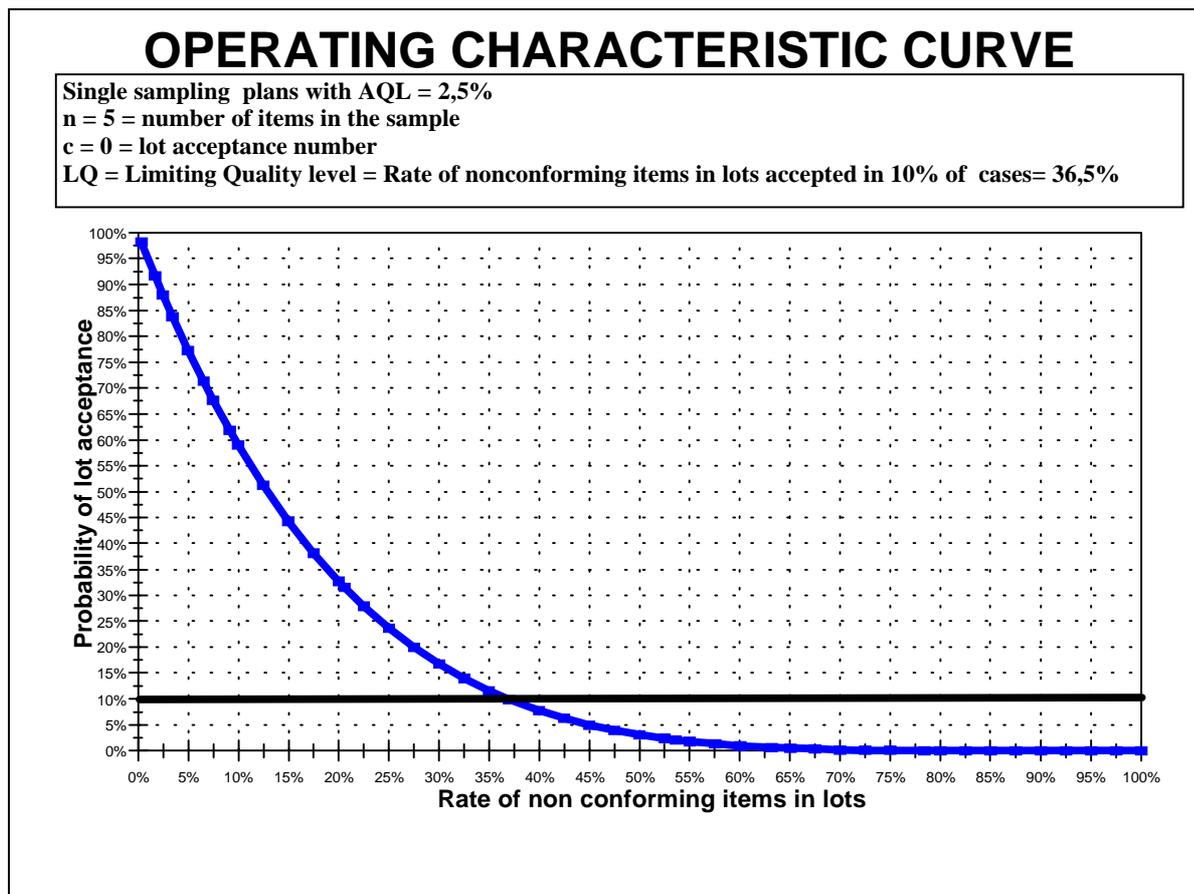
The lot is accepted if there is no nonconforming increment ($c = 0$) in a sample of five increments ($n = 5$), a nonconforming increment being one whose sodium content -given the analytical tolerances- is higher than the specification relative to sodium in dietary cheeses, i.e. 120 milligrams.

The following Figure 1 is the characteristic operating curve of this plan. It shows that in 50 % of the cases, lots having 13 % of defective items are accepted at inspection.

¹¹ The total standard-deviation $\sigma = \sqrt{\sigma_s^2 + \sigma_m^2}$, where σ_s is the sampling standard-deviation, σ_m the measurement Standard-deviation. If $\sigma_m = \sigma_s/3$, then $\sigma = \sqrt{\sigma_s^2(1 + 1/9)} = 1,05 \times \sigma_s$, or an increase of 5 %.

¹² With the same notations than in the former foot-note, if $\sigma_s = \sigma_m$, then $\sigma = \sqrt{2 \times \sigma_s^2} = 1,41 \times \sigma_s$, or an increase of 41 %.

Figure 1: OC Curve, attribute sampling plan



EXAMPLE 2 : Single sampling plan by attributes, AQL = 6,5 %, for the inspection of the quality of pre-packed quick frozen peas.

Characteristics of the plan:

Criterion of non-conformity : the pre-packed bag contains more than 15 % m/m of defective peas (blond peas, blemished peas,...)

Number of sample units : $n=13$

AQL = 6,5 %

Acceptance number : $c = 2$ = maximum acceptable number of defective bags in the sample (acceptance criterion of the lot)

Rejection number : $Re = 3$ = minimum number of defective bags in the sample which implies the rejection of the lot (rejection criterion of the lot)

Decision to be taken according to this plan:

The lot is accepted if there is no more than 2 defective bags in a sample of 13 bags.

2.5.1.2 Principles of inspection by variables of percent nonconforming

2.5.1.2.1 General

A sampling plan by variables is a method for evaluating the quality of a lot which consists of measuring for each item the value of a variable characterising the inspected commodity.

EXAMPLES (To illustrate the difference between the attribute and variable sampling plans, the example for dietary cheese at maximum content of sodium is used for the variable plans)

- The maximum sodium content U of a dietary cheese low in sodium, for which the maximum sodium content is fixed by the Codex standard 53-1981 at 120 milligrams per 100 grams of product ;
- The minimum fat content L of a whole milk;
- A range of values, such as the vitamin A content of an infant formula, between L and U .

The inspection consists of measuring the variable characterising the inspected good for each of the n items forming the sample, then in calculating the mean value \bar{x} of these n items in the sample.

The decision concerning acceptance or rejection of the lot is made by comparing this mean content \bar{x} with the numeric value of an algebraic expression including :

- either U the maximum value of the specification (case of a maximum value to inspect), either L the minimum value of the specification (case of a minimum value to inspect), either L and U (case of a range of values to inspect) ;
- the standard deviation of the values of the variable inspected in the lot ;
- an acceptance constant K , determined by the sampling plan and depending on the AQL distribution law of the measured variable.

The algebraic expression depends also on the fact that the standard deviation is known or unknown. The decision formulae are given in 2.5.1.2.2 and 2.5.1.2.3.

2.5.1.2.2 The standard deviation σ of the distribution is known (σ -method)

The σ -method (see 2.2.19) is used for example in the case of inspections made by professionals who, owing to the large number of inspections they make, know the standard deviation sufficiently precisely to consider it as known. The following table 3 defines the acceptance/rejection rules of the lots.

Table 3: Lot acceptance/rejection criteria for σ -method

	Inspection of a minimum value L	Inspection of a maximum value U	Inspection of a range of values
	$\bar{x} \geq L$	$\bar{x} \leq U$	$L \leq \bar{x} \leq U$
Lot is accepted	$\bar{x} \geq L + K\sigma$	$\bar{x} \leq U - K\sigma$	$L + K\sigma \leq \bar{x} \leq U - K\sigma$
Lot is refused	$\bar{x} < L + K\sigma$	$\bar{x} > U - K\sigma$	$\bar{x} < L + K\sigma$, or $\bar{x} > U - K\sigma$

EXAMPLE : inspection of the maximum sodium content U of a lot of dietary cheese low in sodium for which the maximum sodium content is set by the Codex standard 53-1981 at 120 milligrams per 100 grams of commodity.

Inspected value $U = 120$ milligrams of sodium per 100 grams of dietary cheese

Data of the chosen sampling plan, from the Standard ISO 3951 (see Table 19):

- $n = 5$, number of items in the sample;
- $K = 1,39$, acceptance constant;
- $AQL = 2,5 \%$.
- $\sigma = 3,5$ mg, the known standard deviation according to experimental data on an extended period of production, made available to the inspectors by the professionals.

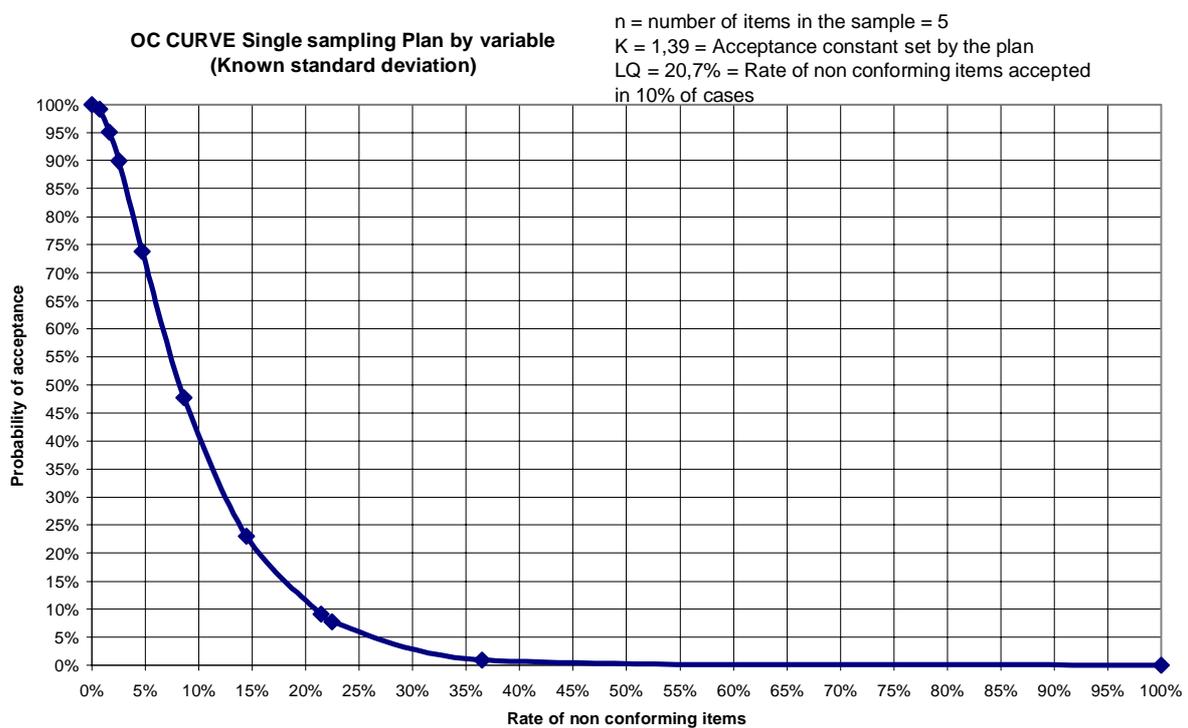
Results of measurements:

- x_1 denotes the sodium content measured in the first item, = 118 mg ;
- x_2 denotes the sodium content measured in the second item, = 123 mg ;
- x_3 denotes the sodium content measured in the third item, = 117 mg ;

- x_4 denotes the sodium content measured in the fourth item, = 121 mg ;
- x_5 denotes the sodium content measured in the fifth item, = 111 mg ;
- \bar{x} denotes the mean of the sodium contents obtained on the sample of five items

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + x_4 + x_5}{5} = 118 \text{ mg}$$
- Conclusion: knowing that $U - K\sigma = 120 - (1,39 \times 3,5) = 115,1 \text{ mg}$, then $\bar{x} > U - K\sigma$ and the lot is rejected.
- The operating characteristic curve of the plan by variables is given in the figure 2.

Figure 2: OC curve, variable sampling plan



2.5.1.2.3 The standard deviation σ of the distribution is unknown (s-method)

When the standard deviation σ of the distribution of values is unknown (for example in the case of inspections made by official inspection departments which, owing to the insufficient number of inspections they make, do not know the standard-deviation sufficiently precisely to consider it as known), the method is called the s-method, since the standard deviation σ is estimated by

$$s = \sqrt{\sum_{i=1}^{i=n} \frac{(x_i - \bar{x})^2}{n-1}}, \text{ called the standard deviation estimator (see 2.2.20).}$$

In this case, the distribution of means calculated on the sample follows a Student distribution with n-1 degrees of freedom. The following table 4 defines the acceptance/rejection rules of the lots.

Table 4: Lot acceptance/rejection criteria for s-method

	Inspection of a minimum value L	Inspection of a maximum value U	Inspection of a range of values between L and U
	$\bar{x} \geq L$	$\bar{x} \leq U$	$L \leq \bar{x} \leq U$
Lot is accepted	$\bar{x} \geq L + Ks$	$\bar{x} \leq U - Ks$	$L + Ks \leq \bar{x} \leq U - Ks$
Lot is refused	$\bar{x} < L + Ks$	$\bar{x} > U - Ks$	$\bar{x} < L + Ks$, or $\bar{x} > U - Ks$

EXAMPLE : inspection of the maximum sodium content U of a lot of dietary cheese low in sodium for which the maximum sodium content is set by the Codex standard 53-1981 at 120 milligrams per 100 grams of commodity

Inspected value U = 120 milligrams of sodium per 100 grams of dietary cheese

Data of the chosen sampling plan, from the Standard ISO 3951 (see Table 16):

- n = 5, number of items in the sample;
- K = 1,24, acceptance constant;
- AQL = 2,5 %.

Results of measurements¹³ :

- x_1 denotes the sodium content measured in the first item, = 118 mg ;
- x_2 denotes the sodium content measured in the second item, = 123 mg ;
- x_3 denotes the sodium content measured in the third item, = 117 mg ;
- x_4 denotes the sodium content measured in the fourth item, = 121 mg ;
- x_5 denotes the sodium content measured in the fifth item, = 111 mg ;

- \bar{x} denotes the mean of the sodium contents obtained on the sample of five items

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + x_4 + x_5}{5} = 118 \text{ mg}$$

- s denotes the standard deviation estimator calculated on the sample :

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} = 4,6 \text{ mg}$$

- Conclusion : knowing that $U - Ks = 120 - (1,24 \times 4,6) = 114,3 \text{ mg}$,
then $\bar{x} > U - Ks$ and the lot is rejected (see Table 3)

2.5.1.2.4 Comparison of σ and s methods

In most cases, the s-method is used, because the standard deviation is not known. In the cases of well-known and well-controlled processes, the σ -method can be used (see 2.5.1.2.2).

The difference between the two methods comes from the value of LQ (defective rate in the lots accepted in 10 % of cases), see examples of 2.5.1.2.2 and 2.5.1.2.3. In these examples:

σ -method : the LQ is 20,7 %, consequence of the characteristics of the plan (AQL = 2,5 %, n = 5, K = 1,39).

¹³ In order to highlight the difference with the σ method, the numerical values are identical to those indicated in the case of the σ method.

s-method : the LQ is 35 %, consequence of the characteristics of the plan (AQL = 2,5 %, $n = 5$, $K = 1,24$).

The following Table 5 and Figure 3 compare the efficiency of these 2 plans and show that the σ -method is more efficient than the s-method, since for the same number of items in the sample, the σ -method provides greater discrimination between good and poor quality products, ie the OC curve decreases more steeply.

Figure 3: Compared OC curves of variable sampling plans : s-method and σ -method

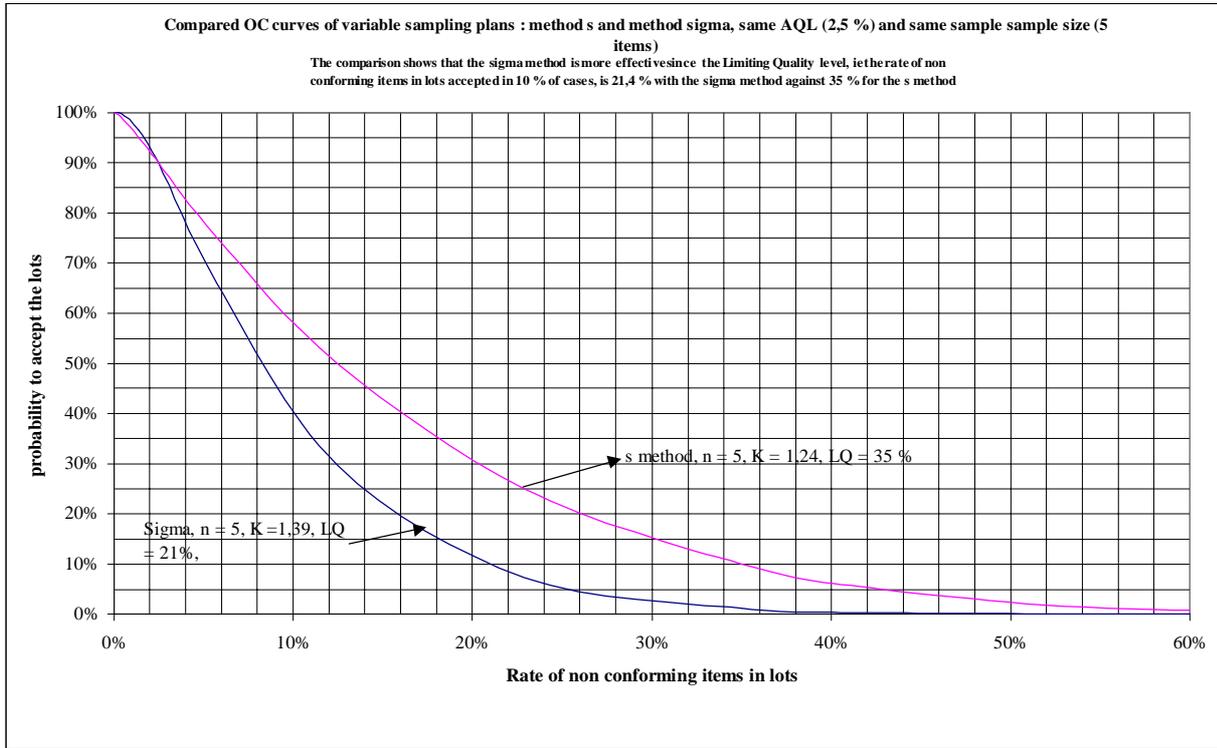


Table 5: Probability of lot acceptance by defective rates and sampling method (s-method, σ -method)

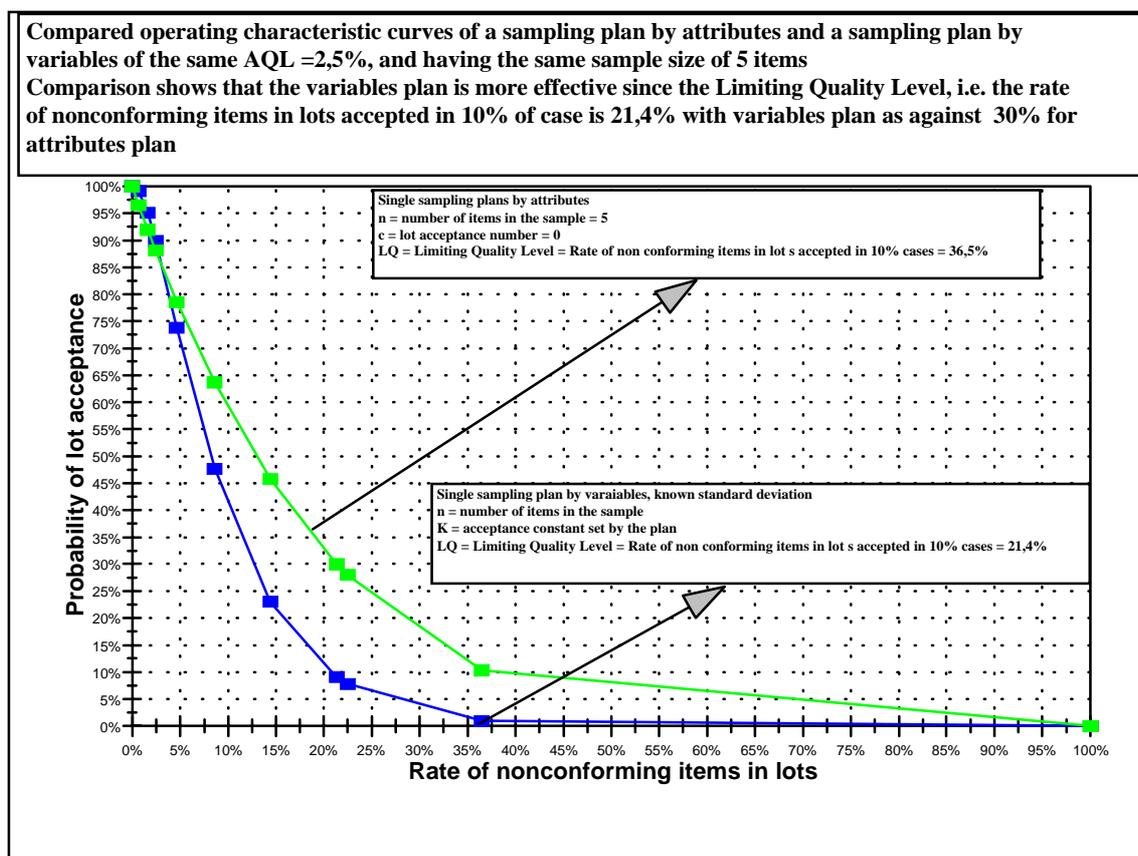
Defective rates in the lots	Probability of lot acceptance	
	σ -method	s-method
0%	100%	100%
0,4%	99,8%	99%
1,38%	96,5%	95%
2,48%	90%	90%
5,78%	65,9%	75%
12,47%	29,7%	50%
22,88%	7,4%	25%
34,98%	1,2%	10%
42,97%	0,3%	5%
58,11%	0%	1%
100%	0%	0%

2.5.1.3 Compared effectiveness of an inspection for a given defective rate by attributes and by variables

When the controlled characteristic is quantitative and normally distributed (example : control of sodium content in a dietary cheese), it is possible to use either an attribute or a variable sampling plan. Since the efficacy of an attribute sampling plan is lower (see below), it is preferable in this case to choose a variable sampling plan (see 2.5.1.4).

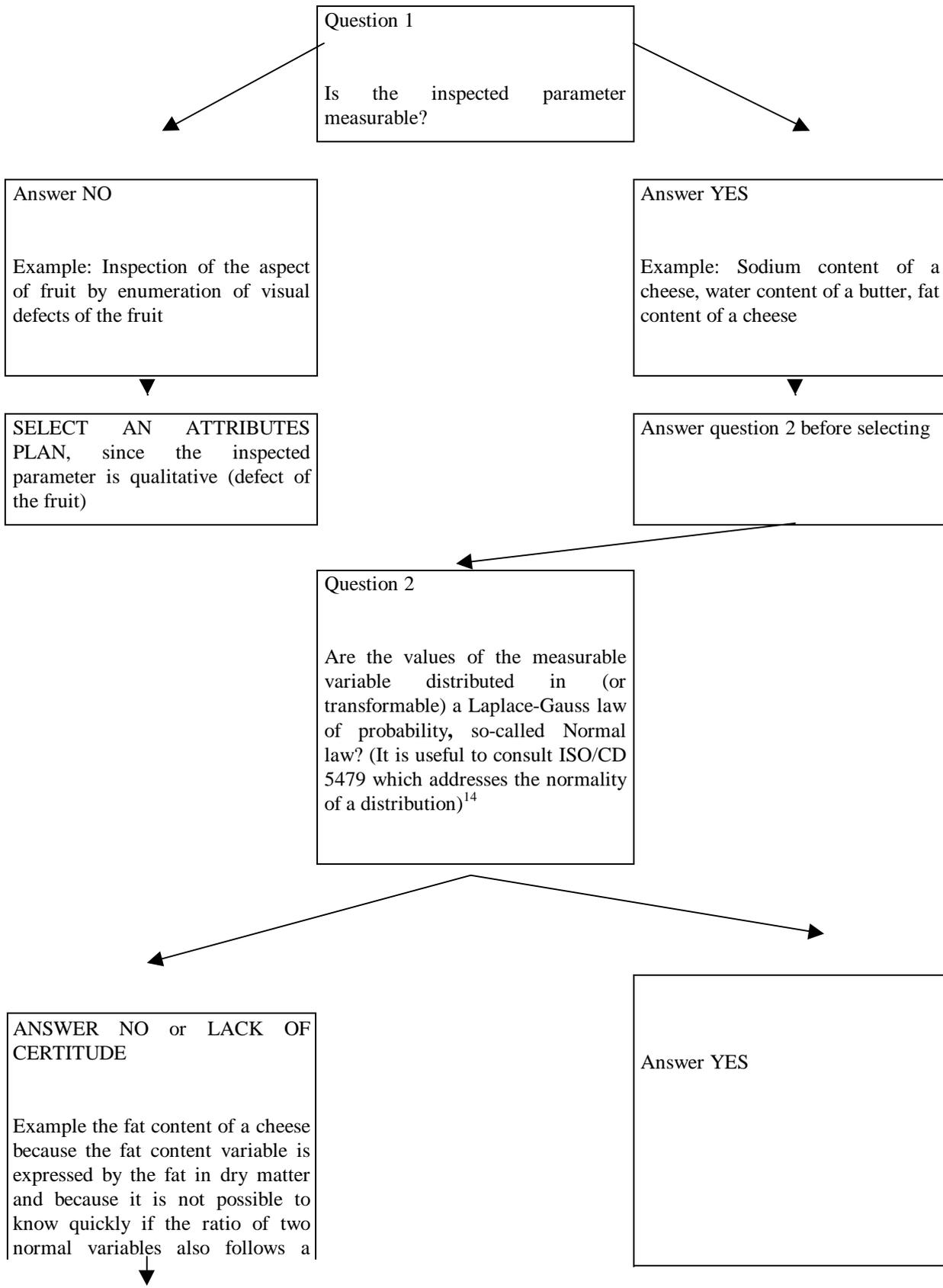
The following Figure 4 which compares the efficacy of a variable plan (σ -method) and an attribute plan, of the same AQL 2,5% and having a sample size of five items, shows that the variable plan is more effective than the attribute plan since the limiting quality of lots accepted in 10% of cases is lower with variables plans (21,4 %) than with attributes plans (36,9 %).

Figure 4: Compared OC curves of a variable and an attribute sampling plans



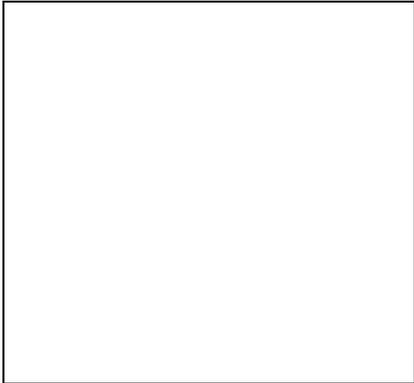
2.5.1.4 Decision tree for the selection of an attributes or a variables sampling plan

The selection of an attribute or a variable sampling plan should be made according to the following decision tree:



¹⁴ A transformation to convert the distribution of a variable to normality should not be used, unless there is agreed documentary evidence to justify it.

normal law.



SELECT AN ATTRIBUTES PLAN, because attributes plans do not require any condition relative to the law of distribution of the values of the measurable variable

SELECT A VARIABLES PLAN because, for the same efficiency, variables plans require fewer number of items to be taken and analysed than attributes plans

2.5.1.5 Comparative advantages and disadvantages of attribute plans and variable plans

When it is possible to implement either an attributes plan or a variables plan, for example for the inspection of the sodium content of a dietary cheese, the selection must be made after having consulted in particular the following Table 6 on the comparative advantages and disadvantages of the plans¹⁵.

Table 6: Comparison of attribute and variable sampling plans

	ADVANTAGES	DISADVANTAGES
ATTRIBUTES PLANS	No condition on the mathematical law of distribution of the variable inspected Greater simplicity of processing the results on the sample	Less effective than variables plans for a same sample size of n increments (the LQ is higher); more costly than variables plans because the collected sample requires more increments than those required, for the same efficacy, by a variables plan
VARIABLES PLANS	More effective than attributes plans for the same sample size of n increments (the LQ is lower); for the same AQL they are less expensive than attributes plans because the sample collected requires fewer increments than those required, for a same efficacy, by attributes plans	They cannot be used in all cases because to validate the calculation formulas the mathematical law of distribution of the inspected variable must necessarily follow or approximately follow a normal law

The sample sizes required when inspecting by attributes and variables are compared in the following table 7:

¹⁵ When the inspection of two specifications, for example the fat content and the sodium content of a dietary cheese, necessitates the implementation of a plan by attributes (for the fat content) and by variables (for the sodium content), it is recommended, only for reasons of practicality of inspection, to choose a plan by attributes for the two specifications.

Table 7: Comparison of sample sizes with attribute and variable sampling plans (normal inspection level)

Sample size code letter ^a	Sample sizes	
	Inspection by attributes	Inspection by variables
C	5	4
F	20	10
H	50	20
K	125	50
N	500	150
a) From Table 1 in ISO TR 8550, the code letter gives the combinations of lot size and of "inspection levels" (section 2.2.12)		

2.5.1.6 Recommended situation for attribute sampling plans

Attributes plans are more robust than variables methods (not subject to assumptions of distributional shape) and are simpler to operate. Sampling by attributes is recommended when evaluating isolated lots. If necessary, *measurements (variables) may be converted to attributes*, in order to facilitate attribute sampling.

2.5.1.7 Recommended situation for variable plans

The variables method requires a smaller sample size than the attributes method to attain a given degree of protection against incorrect decisions - an important consideration when the sampling is destructive. However, *since each quality characteristic has to be considered separately, the variables method becomes less suitable as the number of measurements to be made on a single item increases.*

2.5.2 Zero Acceptance Number Sampling Plans

(see the Standard ISO/DIS 14 560)

This standard addresses the need for sampling plans, *based upon a zero acceptance number*, which address quality (non-conformance) levels in the parts per million (ppm or mg/kg) range within *isolated lots*. The standard does not address minor nonconformities.

Zero acceptance sampling plans in ISO/DIS 14 560 are applicable, but not limited, to inspection of (a) end items and (b) components and raw material. The selection of the appropriate plan depends upon the amount of consumer protection desired for a selected PPM level of desired product quality, and the size of the lot.

2.5.3 Sampling plans for inspection of critical nonconformities

Critical nonconformities render the items hazardous, or potentially hazardous, and can result in illness or death.

2.5.3.1 Procedure of the Standard ISO 2859-0

The following procedure may be used to establish the appropriate sample size (see ISO 2859-0):

- a simple formula is used which relates :
 - (a) the maximum number d of critical nonconformities/nonconforming items admitted in the lot ;
 - (b) N the lot size;
 - (c) n the sample size;
 - (d) the risk β one is prepared to take of failing to find a nonconformity/nonconforming item, ie the probability of non detecting at least one critical nonconformity (it is usual to choose β less than or equal to 0,1 %);

- (e) the probability p of maximum nonconforming items admitted in the inspected lot (p is usually taken less than or equal to 0,2 %)
 $p = d/N$, $d = Np$ rounded down to the nearest integer;
- the sample size n is obtained from the following equation (by rounding-up to the nearest integer):

$$n = (N - d/2) (1 - \beta^{1/(d+1)})$$
 - the lot is accepted if no critical nonconformities are found in the sample.

EXAMPLE : Detection of defective sealed cans

Determination of sample size for the inspection of critical non confirming items (defective sealed cans) in a lot of $N = 3454$ cans where :

- p , the maximum percentage of nonconforming critical items, is 0,2%
- the maximum accepted risk β of accepting of non detecting a nonconforming item is 0,1%
- c , the acceptance criterion of the lot, is 0 (no nonconforming item in the sample)
- Re , the rejection criterion of the lot; is 1 (at least 1 nonconforming item in the sample).

Calculation of d : $d = Np = 3454 \times 0,002 = 6,908$, rounded down to the nearest integer = 6

Calculation of n : $n = (N - d/2) (1 - \beta^{1/(d+1)}) = 2165$.

This very high value shows the great practical difficulty in using a procedure that involves destructive testing when p and β are small. The cost of such control will be high. However, it illustrates the value of applying simple non destructive, yet informative tests to every item in a lot, for example, observing whether the ends of cans are depressed, indicating a presence of an effective hermetic seal.

2.6 COST OF SAMPLING

The attention of users is drawn upon the relation between the efficiency and the size of the sample. For a given Acceptable Quality Level (AQL), the smaller the sample size, the smaller the cost of sampling, but the worse the efficiency, that is the risk to wrongly accepting a lot increases and worsens the damage in trade (in particular large financial losses .for the producer if a lot is discovered as non-compliant).

As an example, for the attributes sampling plans proposed in 4.2.2.3 (Table 13, AQL = 6,5 %) the consumers' risk (P_{10}) increases from 40,6 % ($n = 8$) to 68,4 % ($n = 2$).

The attention of users is also drawn upon the relation between the efficiency and the AQL. For a given sample size, the lower the AQL, the better the efficiency.

As an example, for a sample of 20 items, between the attribute sampling plans proposed in clause 4.2.2.1 (Table 11, AQL = 0,65 %) and in clause 4.2.2.3 (Table 13, AQL = 6,5 %), the consumers' risk (P_{10}) increases from 10,9 % to 30,4 %.

Thus for a given sample size, fixed by requirements due to the cost of analysis, the improvement of the efficiency of sampling plans requires the choice of plans corresponding to low AQL values, depending on the products.

Another possible solution for reducing the costs of sampling is to use sequential or multiple sampling plans which allows, with reduced sample size, the elimination of the lots of very low quality. These plans are out of the scope of these guidelines (see relevant ISO Standards).

SECTION 3: THE SELECTION OF SAMPLING PLANS FOR SINGLE OR ISOLATED LOTS MOVING IN INTERNATIONAL TRADE

This section presents the rationale for selecting sampling plans by attributes for single or isolated lots moving in international trade. It lays down rules for:

- inspection by attributes indexed by the limiting quality (LQ) level (section 3.1)
- inspection by two or three class attributes for microbiological assessments (section 3.2)

3.1 SAMPLING PROCEDURES FOR INSPECTION BY ATTRIBUTES: SAMPLING PLANS INDEXED BY LIMITING QUALITY (LQ) FOR ISOLATED LOT INSPECTION

(see ISO 2859/2-1985 (E))

Preliminary note¹⁶ : Given the requirements due to probabilities linked to sampling by attributes, the plans of this section enable a rational choice between the existing plans referring to AQL, as defined in Section 4.2. In order to ensure their compatibility, similar rules for acceptance/rejection, as well as categories of lot size have been chosen for this section and for section 4.2.

This ISO Standard provides sampling plans for application to single lots (procedure A, 3.1.1) or to lots isolated from a series (procedure B, 3.1.2) *where the 'switching rules' (see Section 2.2.16) are precluded*. Both procedures use the limiting quality (LQ; Section 2.2.5) as an indicator of the actual percentage nonconforming in the lots submitted. The associated Consumer's Risk (the probability of accepting a lot with the limiting quality level) is usually less than 10 per cent, but always below 13 per cent.

Procedure A is used when *both the producer and consumer wish to regard the lot in isolation*; and it is also used as the *default procedure* (i.e. it is used unless there is a specific instruction to use procedure B). Procedure A includes plans *with acceptance number zero*, and with sample sizes based upon the hypergeometric distribution of sampling results. **Procedure B** is used when *the producer regards the lot as one of a continuing series, but the consumer considers the lot in isolation*. This approach allows the producer to maintain consistent production procedures for a variety of consumers whilst any individual consumer is concerned with only one particular lot. Procedure B excludes plans with zero acceptance numbers, replacing them with one hundred percent evaluation.

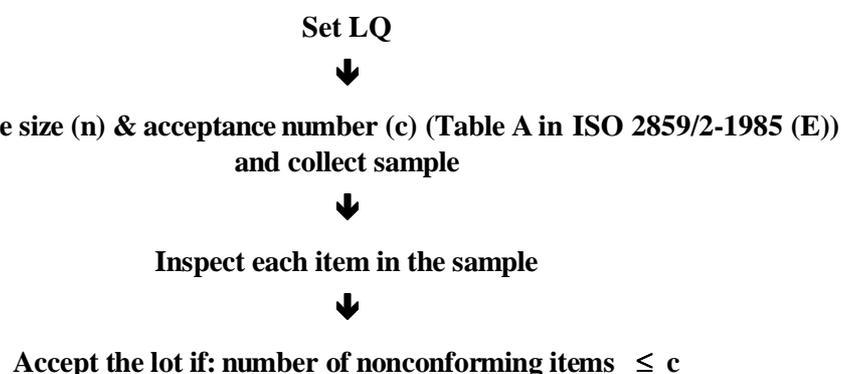
Procedures A and B may be compared as follows:

Procedure A (default procedure)	Procedure B
Producer & consumer regard lot in isolation	Producer regards lot as one of continuing series Consumer regards lot in isolation
Identified by lot size and LQ	Identified by lot size, LQ & inspection level
<i>Includes plans with an acceptance number of zero</i>	Plans with an acceptance number of zero not included
Double & multiple plans can be used as alternatives to zero acceptance number plans	Double & multiple plans can be used as alternatives to single sampling plans

3.1.1 Procedure A: Producer and consumer regard lot in isolation

The application of procedure A may be illustrated as follows:

Summary of sampling plan

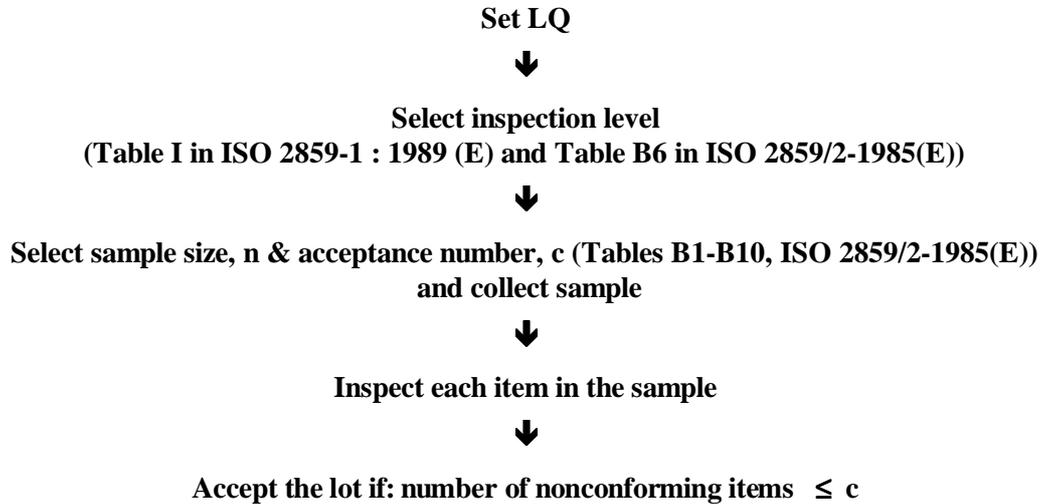


¹⁶ According to 7.1 of Standard ISO 2859-2.

3.1.2 Procedure B: Producer regards lot as one of a continuing series: Consumer regards lot in isolation

The application of procedure B may be summarised as follows:

Summary of sampling plans



3.2 TWO AND THREE CLASS ATTRIBUTES PLANS FOR MICROBIOLOGICAL ASSESSMENTS (SEE REFERENCE 6.1)

3.2.1 Two-class Attributes Plans

Two-class attributes plans provide a simple means of inspection *where the sampling plan is defined by two values, n and c*. The value of n defines the sample size in terms of the number of items; and the value c denotes the maximum number of nonconforming items permitted in the sample. When undertaking a microbiological assessment, a maximum concentration of micro-organisms permitted in any item is denoted by m; any item contaminated at a concentration greater than m is considered to be nonconforming.

For a given value of c, the stringency (probability of rejection) of the plan will increase as n increases. Similarly, for a given value of n, the stringency will increase as c decreases. The equation of the OC of such plans is the following :

$$P_A = P [x \leq c] = \sum_{i=0}^{i=c} C_n^i p^i (1-p)^{n-i}$$

Where :

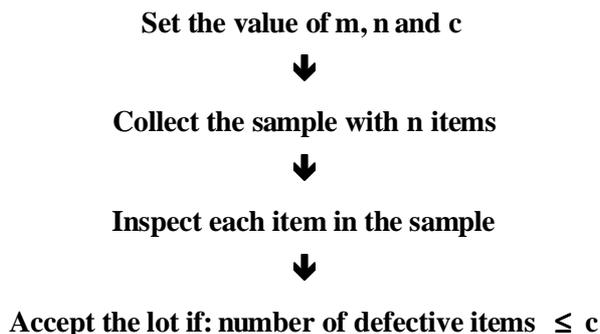
P_A = Probability to accept the lot

p = Defective rate in the lot, ie lots for whose the concentration of micro-organisms is greater than m

i and x are whole discrete variables, varying between 0 and c

$$C_n^i = \frac{n!}{i!(n-i)!}$$

The application of a two-class attributes plan can be summarized as follows :



EXAMPLE : Inspection of the presence of *Salmonella* in fresh vegetables

- Description of an ICMSF plan :

$n = 5$ = number of items of 25 g in the sample

m = maximum content admitted in *Salmonella* per item = 0 CFU in 25 g

$c = 0$ = maximum number of items of the sample where the concentration x in *Salmonella* is higher than m (ie *Salmonella* is detected).

The lot is accepted if no item in the sample shows a presence of *Salmonella*. The lot is rejected in the opposite case.

- Result of the inspection :

The results of the detections in the sample are the following:

x_1 = *Salmonella* detected

$x_2 = 0$

$x_3 = 0$

$x_4 = 0$

$x_5 = 0$

There is one item where *Salmonella* was detected (ie whose concentration in *Salmonella* is greater than m), the lot is therefore rejected.

3.2.2 Three-class Attributes Plans¹⁷

Three class attributes plans are defined by the values n , c , m and M (see below); and are applied to situations where the *quality of the product can be divided into three attribute classes* depending upon the concentration of micro-organisms within the sample:

- unacceptable quality, with a concentration of micro-organisms above the value, M (which must not be exceeded by any items in the sample).
- good quality, where the concentration must not exceed the value, m .
- marginally acceptable quality. Marginal items have a concentration which exceeds m , but which is less than M (such concentrations are undesirable but some can be accepted, the maximum number acceptable being denoted by c).

The value m is the concentration of the micro-organism which is acceptable and attainable in the food under inspection, as reflected by Good Commercial Practice (GCP). For 3-class plans, m will be assigned a non-zero value.

The value M is a hazardous or unacceptable level of contamination caused by poor hygienic practice, including improper storage. There are several approaches to choosing the value of M :

¹⁷ For inhomogeneous lots (especially the ones where the distribution of the characteristic shows several peaks), a stratified sampling plan should be performed.

- (i) as a 'utility' (spoilage or shelf-life) index, relating levels of contamination to detectable spoilage (odour, flavour) or to an unacceptably short shelf-life;
- (ii) as a general hygiene indicator, relating levels of the indicator contaminant to a clearly unacceptable condition of hygiene;
- (iii) as a health hazard, relating contamination levels to illness. A variety of data may be used for this purpose including, for example, epidemiological, experimental animal feeding and human feeding data.

The values m and M may be independent of each other.

The choice of values for n and c varies with the desired stringency (probability of rejection). For stringent 'cases', n is high and c is low; for lenient 'cases' n is low and c is high. The choice of n is usually a compromise between what is an ideal probability of assurance of consumer safety and the work load the laboratory can handle.

If the concentration of micro-organisms in any item of the sample is greater than M , the lot is directly rejected.

The equation of the OC curve of such plans is the following :

$$P_a = \sum_{i=0}^{i=c} C_n^i \left(\frac{P_m}{100}\right)^i \left(\frac{100 - P_d - P_m}{100}\right)^{n-i}$$

where :

P_a is the probability of acceptance of a lot containing :

- a given percentage of defective items (P_d) (a defective item having a concentration in micro-organisms greater than M), i.e. lots for whose the concentration in micro-organisms is greater than M), and
- a given percentage of marginally acceptable items (P_m) (a marginally acceptable item having a concentration in micro-organisms between m and M) ;

n is the number of items in the sample

c is the maximum number allowed of marginal items.

The application of a three-class attributes sampling plan may be summarized as follows :

Set the values of m , M , n , c



Collect the sample with n items



Inspect each item in the sample



Accept the lot if: number of marginally defective items (i.e. a concentration of micro-organisms between m and M) $\leq c$

Immediately reject the lot if the concentration of micro-organisms in any item $> M$ and/or the number of marginally defective items $> c$.

EXAMPLE : Inspection of the concentration of mesophilic aerobic micro-organisms in fresh vegetable

- Description of an ICSMF plan :

$n = 5$ = the number of items in the sample

$m = 10^6$ CFU/g

$M = 5 \cdot 10^7$ CFU/g

$c = 2$ = the maximum number allowed of items in the sample whose concentration in mesophilic aerobic micro-organisms lies between m and M

The lot is accepted if no item shows a concentration greater than M and if the maximum number of items in the sample whose concentration lies between m and M, is at most equal to c.

- Result of the inspection

The measures of concentration in the sample are the following :

$$x_1 = 2 \cdot 10^7$$

$$x_2 = 2 \cdot 10^6$$

$$x_3 = 2 \cdot 10^7$$

$$x_4 = 2 \cdot 10^6$$

$$x_5 = 2 \cdot 10^6$$

There are 5 items of the sample whose concentration in mesophilic aerobic micro-organisms lies between m and M, this figure is greater than c and the lot is rejected.

3.2.3 The Application of Two and Three-class Attributes Plans

Two and three-class attributes plans are ideally suited for regulatory, port-of-entry, and other consumer-oriented situations where little information is available concerning the microbiological history of the lot. The plans are independent of lot size if the lot is large in comparison to sample size. The relationship between sample size and lot size only becomes significant when the sample size approaches one tenth of the lot size, a situation rarely occurring in the bacteriological inspection of foods.

When choosing a plan one must consider: (i) the type and seriousness of hazards implied by the micro-organisms; and (ii) the conditions under which the food is expected to be handled and consumed after sampling. Table 8 (after Table 10 of the ICMSF publication) classifies 15 different 'cases' of sampling plans taking these factors into consideration, the stringency of the plans increasing with the type and degree of hazard. Case 1 requires the most lenient plan whereas Case 15 represents the most stringent requirement. In Table 8, a sampling plan is recommended for each of the 15 'cases'.

Table 8: Classification of sampling plans according to nature of concern and hazard

Nature of concern	Decreased hazard	Unchanged hazard	Increased hazard
No direct health hazard (spoilage and shelf-life)	n = 5, c = 3	n = 5, c = 2	n = 5, c = 1
Low indirect health hazard (indicator organisms)	n = 5, c = 3	n = 5, c = 2	n = 5, c = 1
Moderate direct health hazard (limited spread)	n = 5, c = 2	n = 5, c = 1	n = 10, c = 1
Moderate direct health hazard of potentially extensive spread in food	n = 5, c = 0	n = 10, c = 0	n = 20, c = 0
Severe direct health hazard	n = 15, c = 0	n = 30, c = 0	n = 60, c = 0

EXAMPLES :

- (i) A sampling plan is required for the inspection of fresh or frozen fish for the bacterium *Escherichia coli*. The contamination of fish with *E. coli* is considered (1) to be a low indirect health hazard which is likely to be reduced during the handling of the fish. Normally the fish will be cooked before consumption. Consequently, the contamination of fish with *E. coli* may be classified as Case 4 in Table 10 and the recommended sampling plan is a 3-class attributes plan, where n = 5 and c = 3. (The values of m and M will also be specified.)
- (ii) The contamination of cooked crabmeat with *Staphylococcus aureus* is considered (1) to be a moderate direct health hazard of limited spread which is likely to increase with handling (Case

9). Consequently, the appropriate sampling plan for the inspection of *S. aureus* in cooked crabmeat is a 3-class plan where $n = 10$ and $c = 1$. (The values of m and M will also be specified.)

- (iii) The contamination of frozen, ready-to-eat, bakery products (with low-acid or high water activity fillings or toppings) with *Salmonella* is considered to be a moderate direct health hazard of potentially extensive spread in food which is likely to increase with handling (Case 12). In this example, the appropriate plan is a 2-class plan where $n = 20$ and $c = 0$.

3.3 SINGLE SAMPLING PLANS FOR AVERAGE CONTROL (STANDARD DEVIATION UNKNOWN)

Such a control is performed by using a test which aims at ensuring that, on average, the content of the controlled characteristic is at least equal to either the quantity given of the label of the product, or the quantity fixed by the regulation or a code of practice (e.g. net weight, net volume,...).

Description of the test

n is the sample size, in number of items, used for the test

$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$ is the sample mean of the n items in the sample

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

is the standard deviation of the values of the items in the sample.

α is the significance level of the test, that is the probability of wrongly concluding that the mean content of the controlled characteristic is less than the stated value when it is indeed greater than or equal to that value.

t_α is the value of the Student's t-distribution, on $n-1$ degrees of freedom, corresponding to the significance level α ¹⁸.

M is the stated value for the mean of the lot.

Decision Rules

The lot is accepted if:

$$\bar{x} \geq M - \frac{t_\alpha \times s}{\sqrt{n}}$$

and rejected otherwise.

¹⁸ α is generally taken at 5%, or 0,5%.

The following Table provides t-values of the Student's distribution for some selected sample sizes and for α of 5 % and 0,5 %.

Number of Samples	t-value ($\alpha = 5\%$)	t-value ($\alpha = 0,5\%$)
5	2,13	4,60
10	1,83	3,25
15	1,76	2,98
20	1,73	2,86
25	1,71	2,80
30	1,70	2,76
35	1,69	2,73
40	1,68	2,71
45	1,68	2,69
50	1,68	2,68

SECTION 4. THE SELECTION OF SAMPLING PLANS FOR A CONTINUOUS SERIES OF LOTS FROM A SINGLE SOURCE

4.1 PRESENTATION OF SECTION 4

Normally, the sampling plans described in Sections 4.2 and 4.3 should only be applied to a continuous series of lots from a single source. However, the plans described below (including the switching rules) may be utilised when data have been collected describing the quality of isolated lots, from a single source, over a prolonged period of time.

This section addresses the selection of single sampling plans for inspection of percent nonconforming, for a continuing series of lots coming from a single source.

It recommends single sampling plans by attributes (section 4.2) and by variables (section 4.3)¹⁹ with their characteristics:

- Number of items in the sample,
- Acceptable Quality Level (AQL),
- for attributes plans: acceptance number c , i.e. the maximum number of nonconforming items in the sample,
- for variables plans, the acceptance constant K to be included in the lot acceptance formula,
- operating characteristic curves.

To make the document readily readable, and to achieve minimum difficulty in implementing the plans and minimum inspection cost, these plans are limited to the following characteristics:

- AQL 0.65%, . 2.5%, , 6.5%
- n , number of items in the sample, included between 2 and 50
- P_{10} = Rate of non-conforming items in lots accepted in 10% of cases = LQ
- P_{50} = Rate of non-conforming items in lots accepted in 50% of cases
- P_{95} = Rate of non-conforming items in lots accepted in 95% of cases

¹⁹ The plans of Section 4.3.2 may also be used for isolated lots.

Codex Committees and, where applicable, governments, will select from these plans on the basis of the quality aim they set themselves. This quality level is stated by the Acceptable Quality Level.

The lowest level of acceptable quality or LQ derives from the characteristics of the choice of n and of AQL.

Each single sampling plan recommended in section 4 is accompanied by a table giving the plan characteristics (AQL, n = sample size, c = acceptance number of the lot, in the case of plans by attributes, K = acceptance constant, in the case of plans by variables) and the probability of lot acceptance as a function of the rate of nonconforming items in these lots, particularly the LQ or rate of nonconforming items in lots accepted in 10% of cases. All the plans recommended according to the AQL and the size n of the sample, are also grouped per AQL in a graph like the Figure 5, of the Operating Characteristic (OC) curve, which relates the rate of nonconforming items in an inspected lot and the probability of lot acceptance.

The following example illustrates this principle of presentation of recommended plans with tables (Table 9) and graphs (Figure 5) of OC curves for simple sampling plans by attributes, of AQL = 6,5 %, $n = 2$, $c = 0$ and $n = 50$, $c = 7$.

Table 9: Probability of lot acceptance, attribute sampling plan, AQL = 6,5 %

Defective rates in the lots	Probability of lot acceptance					
	$n = 2, c = 0$ $P_{95} = 2,53\%$ $P_{50} = 29,3\%$ $P_{10} = 68,4\%$	$n = 8, c = 1$ $P_{95} = 2,64\%$ $P_{50} = 20\%$ $P_{10} = 40,6\%$	$n = 13, c = 2$ $P_{95} = 6,63\%$ $P_{50} = 20\%$ $P_{10} = 36\%$	$n = 20, c = 3$ $P_{95} = 7,13\%$ $P_{50} = 18,1\%$ $P_{10} = 30,4\%$	$n = 32, c = 5$ $P_{95} = 8,5\%$ $P_{50} = 17,5\%$ $P_{10} = 27,1\%$	$n = 50, c = 7$ $P_{95} = 8,2\%$ $P_{50} = 15,2\%$ $P_{10} = 22,4\%$
0%	100%	100%	100%	100%	100%	100%
5 %	90,3%	94,3%	97,5%	98,4%	99 %	99,7%
6,5%	87,4%	90,9%	95,2%	96,3%	98,4%	98,5%
10 %	81%	81,3%	86,6%	86,7%	90,6%	87,8%
20%	64%	50%	50%	41,1%	36%	19%
30 %	49%	25,5%	20,2%	10,7%	5,1%	0,7%
40%	36%	10,6%	5,8%	1,6%	0,3%	0%
50%	25%	3,5%	1,1%	0,1%	0%	0%
60 %	16%	0,9%	0,1%	0%	0%	0%
80%	4,0%	0%	0%	0%	0%	0%
90%	1%	0%	0%	0%	0%	0%
100%	0%	0%	0%	0%	0%	0%

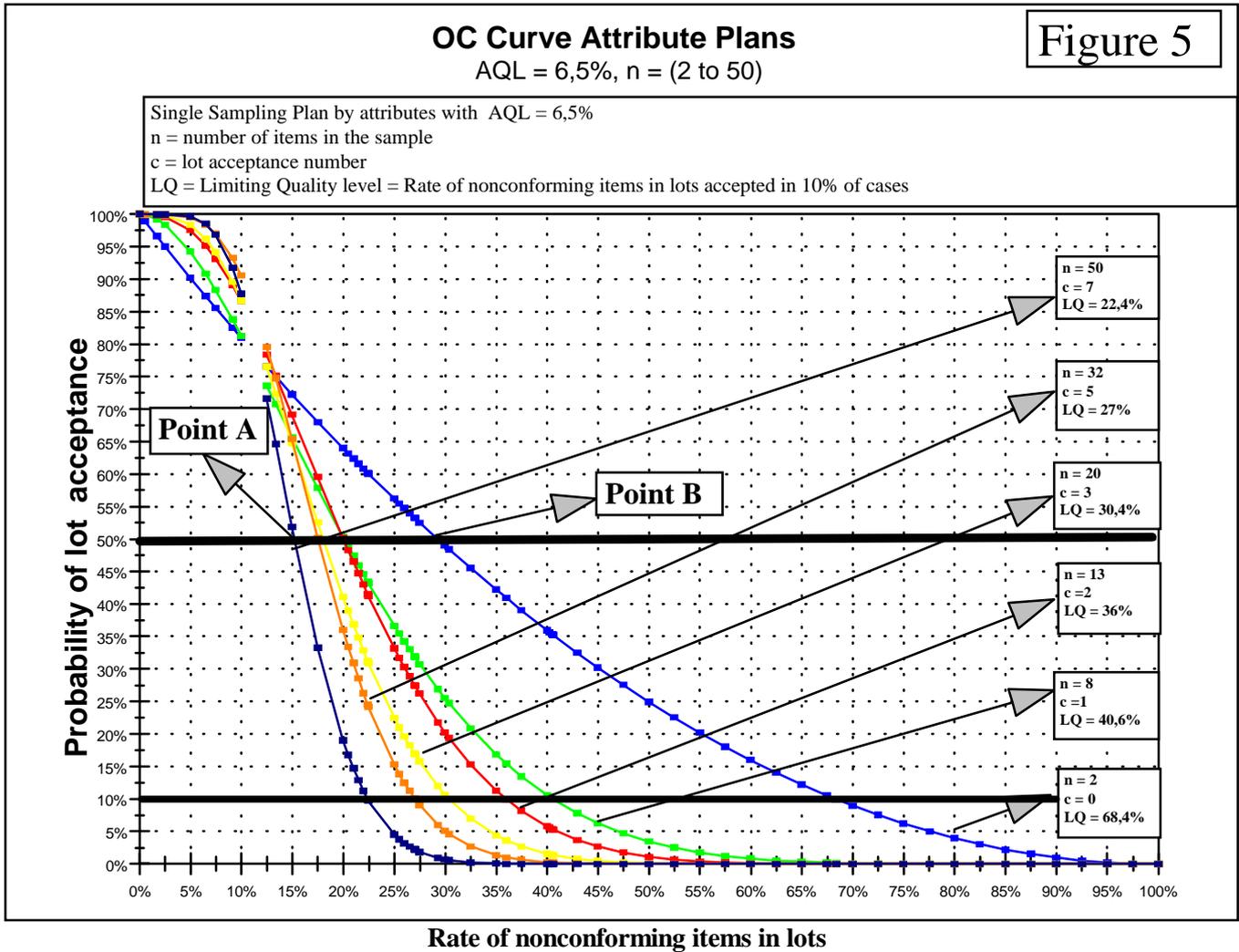
Figure 5 gathers the OC curves of these plans by attributes, fixed by the Standard ISO 2859-1.

The curve of Figure 5, which contains the point A, corresponds to a lot inspected with a 50-item sample. The lot is accepted at inspection if there are less than 7 defective items in the sample. The abscissa of the point A (15 %) corresponds to a lot containing 15 % of defective items, its ordinate (50 %) corresponds to the probability to accept these lots containing 15 % of defective items.

The curve of Figure 5, which contains the point B, corresponds to a lot inspected with a 2-item sample. The lot is accepted at inspection if there are less than 0 defective items in the sample. The abscissa of the point B (30 %) corresponds to a lot containing 30 % of defective items, its ordinate (50 %) corresponds to the probability to accept these lots containing 30 % of defective items.

The graph shows that, for a constant AQL, the higher the sample size, the smaller the risk to the consumer of accepting lots with high defective rates.

Figure 5: OC curve, attribute sampling plan, AQL = 6,5 %



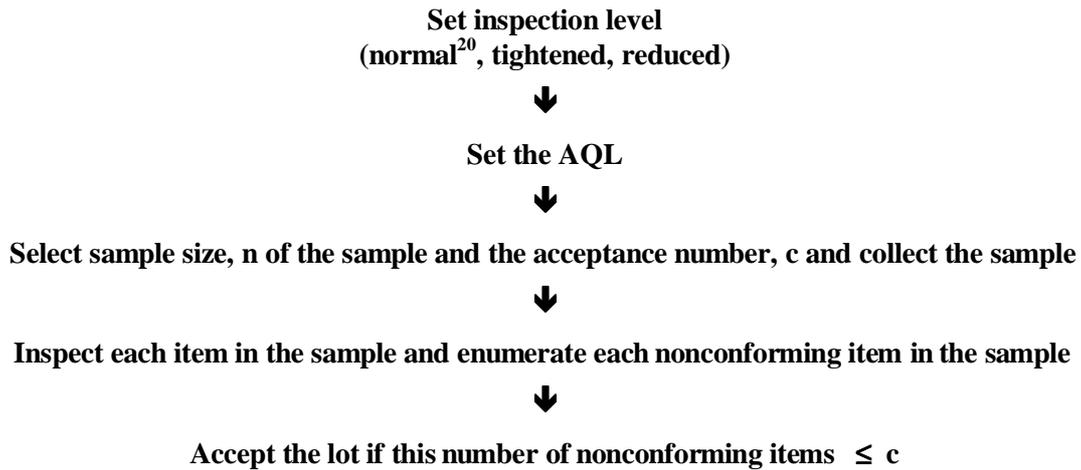
Examples of sampling plans covering frequent inspection situations using AQL = 0,65 % or 2,5 % or 6,5 % are presented in 4.2.2.1 to 4.2.2.3.

4.2 SINGLE SAMPLING PLANS RECOMMENDED FOR INSPECTION OF DEFECTIVE PERCENTAGE BY ATTRIBUTES (FROM ISO 2859-1 : 1989)

4.2.1 General

The principle of such sampling plans is presented in Section 2.5.1.1.

The application of ISO 2859-1 attributes sampling plans may be summarised as follows:



4.2.2 Recommended plans by attributes

This document recommends the following simple sampling plans, for covering frequent inspection situations. They are extracted from the Standard ISO 2859-1, and are characterised by their **AQL** (AQL of 0,65 %, 2,5 % and 6,5 % covering the most frequent cases), the **size n of items** in the sample and c the acceptance criterion which defines the maximum number of defective items allowed in the sample for accepting the lot. Each plan is accompanied by a table which gives the probability to accept the lots in function of the defective rate in these lots. For each AQL, a graph shows the OC curves of the corresponding recommended plans.

The OC curves have been built point-by-point from the following equation :

$$P_A = P [x \leq c] = \sum_{i=0}^{i=c} C_n^i p^i (1-p)^{n-i}$$

Where :

P_A = probability to accept the lot

p = defective rate in the lot

i and x are discrete whole variables, between 0 and c

$$C_n^i = \frac{n!}{i!(n-i)!}$$

Table 10 (from NMKL Procedure N° 12, see reference 5) describes the number of items to be sampled at different inspection levels, lot sizes and acceptance numbers at AQL of 0,65%, 2,5% and 6,5% respectively. The table is a simplification of a single attribute sampling plan from ISO 2859-1. This table considers three levels of inspection: tightened, normal and reduced (see 2.2.16).

²⁰ Any inspection level other than the normal control shall be justified by the users of sampling plans.

Table 10. Attribute Sampling Plan

Lot size		Inspection level		
		Reduced	Normal	Tightened
2-8	n	2	2	3
	c at AQL = 0,65	0	0	0
	c at AQL = 2,5	0	0	0
	c at AQL = 6,5	0	0	0
9-15	n	2	3	5
	c at AQL = 0,65	0	0	0
	c at AQL = 2,5	0	0	0
	c at AQL = 6,5	0	0	1
16-25	n	2	5	8
	c at AQL = 0,65	0	0	0
	c at AQL = 2,5	0	0	0
	c at AQL = 6,5	0	1	1
26-50	n	2	8	13
	c at AQL = 0,65	0	0	0
	c at AQL = 2,5	0	0	1
	c at AQL = 6,5	0	1	1
51 - 90	n	2	13	20
	c at AQL = 0,65	0	0	0
	c at AQL = 2,5	0	1	1
	c at AQL = 6,5	0	2	2
91 - 150	n	3	20	32
	c at AQL = 0,65	0	0	0
	c at AQL = 2,5	0	1	1
	c at AQL = 6,5	0	3	3
151 - 280	n	5	32	50
	c at AQL = 0,65	0	0	1
	c at AQL = 2,5	0	2	2
	c at AQL = 6,5	1	5	5
281 - 500	n	8	50	80
	c at AQL = 0,65	0	1	1
	c at AQL = 2,5	0	3	3
	c at AQL = 6,5	1	7	8
501 - 1 200	n	13	80	125
	c at AQL = 0,65	0	1	1
	c at AQL = 2,5	1	5	5
	c at AQL = 6,5	2	10	12
1 201 – 1 320	n	20	125	200
	c at AQL = 0,65	1	2	2
	c at AQL = 2,5	1	7	8
	c at AQL = 6,5	3	14	18
1 321 – 10 000	n	32	200	315
	c at AQL = 0,65	0	3	3
	c at AQL = 2,5	2	10	12
	c at AQL = 6,5	5	21	18

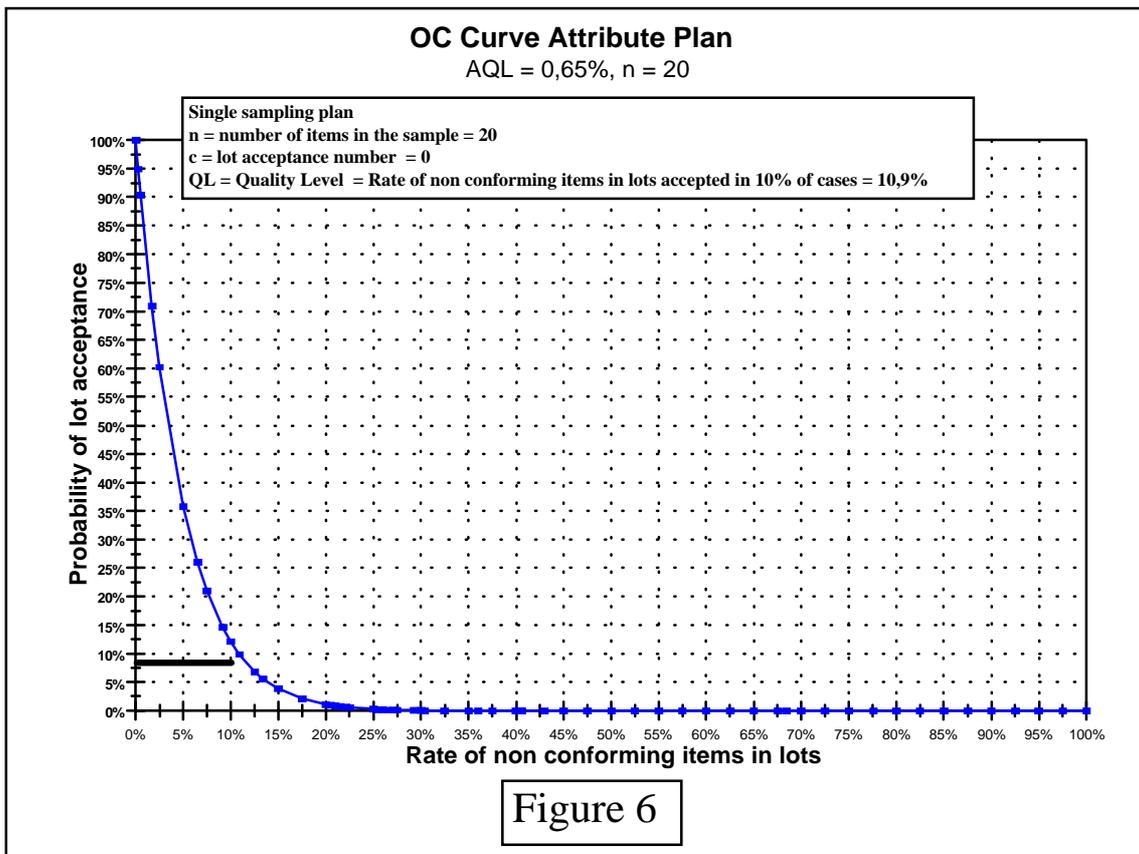
Table 10 (continued)

10 001 – 35 000	n	50	315	500
	c at AQL = 0,65	1	5	5
	c at AQL = 2,5	3	14	18
	c at AQL = 6,5	7	21	18
35 001 - 150 000	n	80	500	800
	c at AQL = 0,65	1	7	8
	c at AQL = 2,5	5	21	18
	c at AQL = 6,5	10	21	18
150 001 - 500 000	n	125	800	1 250
	c at AQL = 0,65	2	10	12
	c at AQL = 2,5	7	21	18
	c at AQL = 6,5	12	21	18
500 001 and over	n	200	1 250	2 000
	c at AQL = 0,65	3	14	18
	c at AQL = 2,5	10	21	18
	c at AQL = 6,5	12	21	18

4.2.2.1 Plans with AQL = 0,65 % (see Table 11 and Figure 6)**Table 11: Probability of lot acceptance, attribute sampling plans, AQL = 0,65 %**

Defective rates in the lots	Probability of lot acceptance Normal inspection plan Letter-code F, AQL = 0,65%, n= 20, c =0
0%	100%
0,05%	99%
0,25%	95%
0,525%	90%
0,65%	87,8%
1,43%	75%
3,41%	50%
5%	35,8%
6,7%	25%
10%	12,2%
10,9%	10%
13,9%	5%
15%	3,9%
20%	1,2%
20,6%	1%
30%	0,1%
35%	0%
100%	0%

Figure 6: OC curve, attribute sampling plan, AQL = 0,65 %

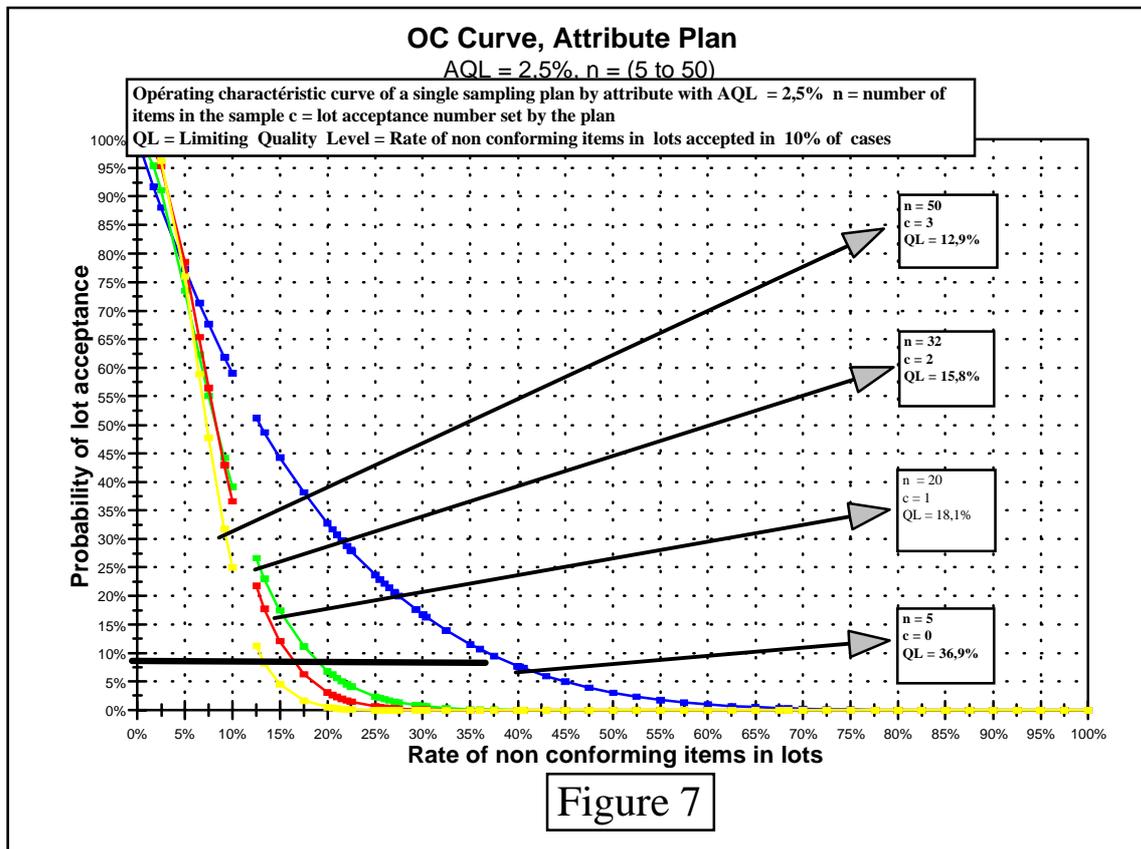


4.2.2.2 Plans with AQL = 2,5% (see Table 12 and figure 7)

Table 12: Lot acceptance probability for AQL = 2,5 %

Defective rates in the lots	Probability of lot acceptance Normal inspection plan			
	Letter-code C, AQL = 2,5%, n= 5, c =0 P ₉₅ = 1,02% P ₅₀ =12,2% P ₁₀ = 36,9%	Letter-code F, AQL = 2,5%, n= 20, c =1 P ₉₅ = 1,8% P ₅₀ =8,25% P ₁₀ = 18,1%	Letter-code G, AQL = 2,5%, n= 32, c =2 P ₉₅ = 2,59% P ₅₀ =8,25% P ₁₀ = 15,8%	Letter-code H, AQL = 2,5%, n= 50, c =3 P ₉₅ = 2,77% P ₅₀ =7,29% P ₁₀ = 12,9%
0%	100%	100%	100%	100%
1%	95%	98,3%	99,6%	99,8%
2,5%	88,1%	91,2%	95,5%	96,4%
5%	77,4%	73,6%	78,6%	76%
10%	59%	39,2%	36,7%	25%
15%	44,4%	17,6%	12,2%	4,6%
20%	32,8%	6,9%	3,2%	0,6%
30%	16,8%	0,8%	0,1%	0%
40%	7,8%	0,1%	0%	0%
50%	3,1%	0%	0%	0%
≥100%	0%	0%	0%	0%

Figure 7: OC curve, attribute sampling plan, AQL = 2,5 %



4.2.2.3 Plans at AQL = 6,5 % (see table 13 and figure 8)

Table 13: Probability of lot acceptance at AQL = 6,5 %

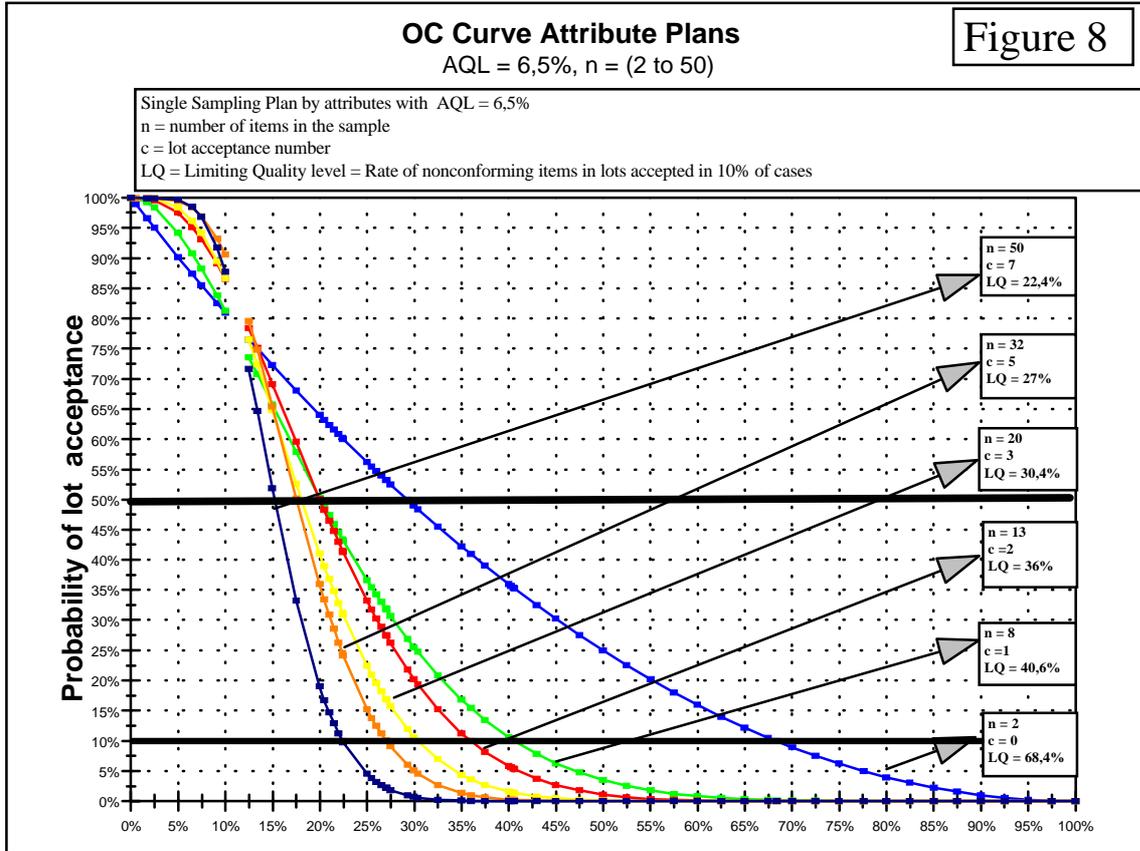
Defective rates in the lots	Probability of lot acceptance					
	Normal inspection plan					
	Letter-code A, AQL=6,5% n= 2, c =0 $P_{95}^{21} = 2,53\%$ $P_{50}^{22} = 29,3\%$ $P_{10}^{23} = 68,4\%$	Letter-code D, AQL =6,5% n= 8, c =1 $P_{95} = 2,64\%$ $P_{50} = 20\%$ $P_{10} = 40,6\%$	Letter-code E, AQL =6,5% n= 13, c =2 $P_{95} = 6,63\%$ $P_{50} = 20\%$ $P_{10} = 36\%$	Letter-code F, AQL =6,5% n= 20, c =3 $P_{95} = 7,13\%$ $P_{50} = 18,1\%$ $P_{10} = 30,4\%$	Letter-code G, AQL =6,5% n= 32, c =5 $P_{95} = 8,5\%$ $P_{50} = 17,5\%$ $P_{10} = 27,1\%$	Letter-code H, AQL =6,5% n= 50, c =7 $P_{95} = 8,2\%$ $P_{50} = 15,2\%$ $P_{10} = 22,4\%$
0%	100%	100%	100%	100%	100%	100%
5 %	90,3%	94,3%	97,5%	98,4%	99,1%	99,7%
6,5%	87,4%	90,9%	95,2%	96,3%	98,4%	98,5%
10 %	81%	81,3%	86,6%	86,7%	90,6%	87,8%
20%	64%	50%	50%	41,1%	36%	19%
30 %	49%	25,5%	20,2%	10,7%	5,1%	0,7%
40%	36%	10,6%	5,8%	1,6%	0,3%	0%
50%	25%	3,5%	1,1%	0,1%	0%	0%
60 %	16%	0,9%	0,1%	0%	0%	0%
80%	4,0%	0%	0%	0%	0%	0%
90%	1%	0%	0%	0%	0%	0%
100%	0%	0%	0%	0%	0%	0%

²¹ P_{95} = Rate of non-conforming items in lots accepted in 95% of cases

²² P_{50} = Rate of non-conforming items in lots accepted in 50% of cases

²³ P_{10} = Rate of non-conforming items in lots accepted in 10% of cases

Figure 8: OC curve, attribute sampling plan, AQL = 6,5 %



4.2.2.4 Switching Rules and Procedures (see clause 9.3; ISO 2859-1:1989(E))

Tightened Inspection

When normal inspection is being performed, tightened inspection must be introduced when two out of five, or less, consecutive lots have been non-acceptable on original inspection (ignoring resubmitted lots). Normal inspection can only be restored when five successive lots have been accepted under tightened inspection.

When operating under tightened inspection, an appropriate sampling plan is selected using the procedure described in Section 4.1, excepting that Table II-B in ISO 2859-1: 1989 (E) is used for the selection of n and Ac. In general, a tightened plan has the same sample size as the corresponding normal plan but a smaller acceptance number. However, if the normal inspection acceptance number is 1 or 0, tightening is achieved by retaining the acceptance number whilst increasing the sample size.

Reduced Inspection

When normal inspection is being performed, reduced inspection may be operated provided that each of the following conditions is satisfied:

- (a) the preceding 10 lots (or more) have been subjected to normal inspection and all have been accepted on original inspection; and
- (b) the total number of nonconforming units (or nonconformities) in the samples from the preceding 10 lots (or such other number as was used for condition (a), above) is equal to or less than the appropriate 'limit number' given in Table VIII in ISO 2859-1: 1989 (E); and
- (c) production is at a 'steady state' (ie there has not been a break in production sufficient to invalidate the argument that the present quality is good because the record of the recent past is good, and that all factors which are likely to effect the quality of the product have remained consistent); and
- (d) reduced inspection is considered desirable by the responsible authority.

In these circumstances, the inspection costs may be reduced by using reduced-inspection sampling plans which, typically, have sample sizes only two-fifths the size of the corresponding normal inspection plans. When operating under reduced inspection, an appropriate sampling plan is selected using the procedure described in Section 4.1, excepting that Table II-C in ISO 2859-1: 1989 (E) is used for the selection of n and Ac.

Normal inspection should be reverted to if a lot is not accepted on reduced inspection; or if production becomes irregular or delayed; or if other conditions occur which are likely to invalidate the steady-state condition.

Discontinuation of Inspection

Once tightened inspection has been introduced, the acceptance procedures of ISO 2859 should be discontinued if five, or more, lots are not accepted and all products from that source must be rejected. Importation and inspection should not resume until the responsible authority is satisfied that the producer has taken the necessary action to improve the quality of the submitted product. Tightened inspection should then be used as described above.

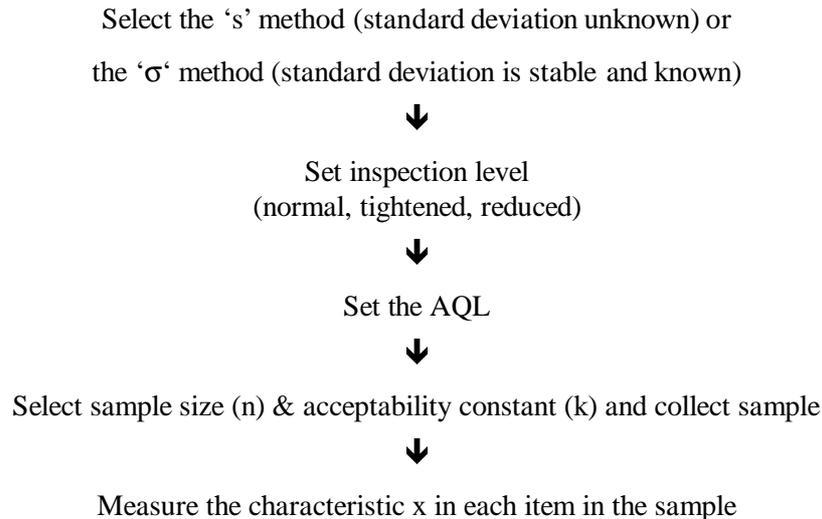
4.3 SINGLE SAMPLING PLANS FOR INSPECTION BY VARIABLES FOR PER CENT NONCONFORMING

(see ISO 3951: 1989 (E))

4.3.1 General

The principle of such sampling plans is presented in Section 2.5.1.2.

The application of ISO 3951 variables sampling plans may be summarised as follows:



4.3.1.1 Decision rule for the 's' method (see table 4)

(a) calculate the sample mean, \bar{x} , and

(b) calculate the estimated standard deviation, $s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{i=n} (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$

(c) see Table 4.

4.3.1.2 Decision rules for the 'σ' method (see table 3)

(This method should only be used when there is valid evidence that the standard deviation of the process can be considered constant and taken to be 'σ'. In this case, the controlling authorities shall check by any appropriate mean the relevance of the value of σ chosen by the professionals)

a) calculate the mean of the sample \bar{x}

b) see Table 3

4.3.2 Recommended sampling plans by variables : s method

4.3.2.1 General

This section recommends the following simple sampling plans, for covering frequent inspection situations. They are extracted from the Standard ISO 3951, and are characterised by their AQL (of 0,65 % and 6,5 % for covering the most frequent cases), the size n of items in the sample and K the acceptance constant. Each plan is accompanied by a table which gives the probability of acceptance of the lots in function of the defective rate in these lots. For each AQL, a graph sums up the OC curves of the corresponding recommended plans.

The OC curves have been built point-by-point from the tables of values of ISO 3951.

Table 14 (from NMKL Procedure N°12, see reference 5) gives the number of items to be sampled at different lot sizes and inspection levels (normal inspection, tighten inspection and reduced inspection). It also gives the acceptability constant, K, at AQL's of 0,65%, 2,5% and 6,5% respectively. Low AQL's (0,65%) should be applied for critical defects while higher AQL should be applied for compositional parameters. Table 14 is a simplification of the "s-method" given in ISO 3951:1989.

TABLE 14: VARIABLE SAMPLING PLANS WITH UNKNOWN STANDARD DEVIATION

Lot size	n and k at AQLs (%)	Inspection level		
		Reduced	Normal	Tightened
2 - 8	n	3	3	4
	k at 0,65	1,45	1,65	1,88
	k at 2,5	0,958	1,12	1,34
	k at 6,5	0,566	0,765	1,01
9 - 15	n	3	3	5
	k at 0,65	1,45	1,65	1,88
	k at 2,5	0,958	1,12	1,40
	k at 6,5	0,566	0,765	1,07
16 - 25	n	3	4	7
	k at 0,65	1,45	1,65	1,88
	k at 2,5	0,958	1,17	1,50
	k at 6,5	0,566	0,814	1,15
26 - 50	n	3	5	10
	k at 0,65	1,45	1,65	1,98
	k at 2,5	0,958	1,24	1,58
	k at 6,5	0,566	0,874	1,23
51 - 90	n	3	7	15
	k at 0,65	1,45	1,75	2,06
	k at 2,5	0,958	1,33	1,65
	k at 6,5	0,566	0,955	1,30
91 - 150	n	3	10	20
	k at 0,65	1,45	1,84	2,11
	k at 2,5	0,958	1,41	1,69
	k at 6,5	0,566	1,03	1,33
151 - 280	n	4	15	25
	k at 0,65	1,45	1,91	2,14
	k at 2,5	1,01	1,47	1,72
	k at 6,5	0,617	1,09	1,35
281 - 500	n	5	20	35
	k at 0,65	1,53	1,96	2,18
	k at 2,5	1,07	1,51	1,76
	k at 6,5	0,675	1,12	1,39
501 - 1 200	n	7	35	50
	k at 0,65	1,62	2,03	2,22
	k at 2,5	1,15	1,57	1,80
	k at 6,5	0,755	1,18	1,42
1 201 - 1 320	n	10	50	75
	k at 0,65	1,72	2,08	2,27
	k at 2,5	1,23	1,61	1,84
	k at 6,5	0,828	1,21	1,46
1 321 - 10 000	n	15	75	100
	k at 0,65	1,79	2,12	2,29
	k at 2,5	1,30	1,65	1,86
	k at 6,5	0,886	1,24	1,48

Table 14 (continued)

10 001 - 35 000	n	20	100	150
	k at 0,65	1,82	2,14	2,33
	k at 2,5	1,33	1,67	1,89
	k at 6,5	0,917	1,26	1,51
35 001 - 150 000	n	25	150	200
	k at 0,65	1,85	2,18	2,33
	k at 2,5	1,35	1,70	1,89
	k at 6,5	0,936	1,29	1,51
150 001 - 500 000	n	35	200	200
	k at 0,65	1,89	2,18	2,33
	k at 2,5	1,39	1,70	1,89
	k at 6,5	0,969	1,29	1,51
500 001 and over	n	50	200	200
	k at 0,65	1,93	2,18	2,33
	k at 2,5	1,42	1,70	1,89
	k at 6,5	1,00	1,29	1,51

4.3.2.2 Sampling plans by variables (s-method), AQL = 0,65 % (see table 15 and figures 9 & 10)**Table 15: Probability of lot acceptance at AQL = 0,65 %, variable sampling plan (s-method)**

Defective rates in the lots	Probability of lot acceptance Normal inspection plan			
	Letter-code D, AQL = 0,65%, n= 5, K =1,65	Letter-code E, AQL = 0,65%, n= 7, K =1,75	Letter-code F, AQL = 0,65%, n= 10, K =1,84	Letter-code G, AQL = 0,65%, n= 15, K =1,91
	$P_{95}^{24} = 0,28\%$ $P_{50}^{25} = 6,34\%$ $P_{10}^{26} = 25,9\%$	$P_{95} = 0,32\%$ $P_{50} = 4,83\%$ $P_{10} = 18,6\%$	$P_{95} = 0,36\%$ $P_{50} = 3,77\%$ $P_{10} = 13,2\%$	$P_{95} = 0,45\%$ $P_{50} = 3,09\%$ $P_{10} = 9,4\%$
0%	100%	100%	100%	100%
1%	96%	96%	97,5%	98%
2%	94%	94%	92,5%	95%
3%	86%	86%	86%	86%
4%	82%	82%	80%	78%
5%	78%	76%	73%	70%
6%	74%	70%	66%	62%
7%	69%	66%	59%	54%
8%	66%	60%	54%	46%
9%	61%	56%	48%	39%
10%	58%	52%	42%	34%
15%	42%	34%	23%	14%
20%	30%	21%	12%	5%
25%	23%	13%	6%	1,5%

²⁴ P_{95} = Rate of non-conforming items in lots accepted in 95% of cases²⁵ P_{50} = Rate of non-conforming items in lots accepted in 50% of cases²⁶ P_{10} = Rate of non-conforming items in lots accepted in 10% of cases

30%	15%	8%	2%	0%
35%	10%	5%	1%	0%
40%	6%	2%	0%	0%
45%	4%	1%	0%	0%
50%	2%	0%	0%	0%
100%	0%	0%	0%	0%

Table 15 (continued)

Defective rates in the lots	Probability of lot acceptance			
	Normal inspection plan			
	Letter-code H, AQL = 0,65%, n= 20, K =1,96 P ₉₅ = 0,49% P ₅₀ = 2,69% P ₁₀ = 7,46%	Letter-code I, AQL = 0,65%, n= 25, K =1,98 P ₉₅ = 0,56% P ₅₀ = 2,53% P ₁₀ = 6,46%	Letter-code J, AQL = 0,65%, n= 35, K =2,03 P ₉₅ = 0,60% P ₅₀ = 2,21% P ₁₀ = 5,1%	Letter-code K, AQL = 0,65%, n= 50, K =2,08 P ₉₅ = 0,64% P ₅₀ = 1,94% P ₁₀ = 4,03%
0%	100%	100%	100%	100%
1%	84%	84%	84%	84%
2%	63%	62%	56%	48%
3%	44%	40%	32%	22%
4%	32%	28%	19%	10%
5%	24%	18%		4%
6%	16%	12%	6%	
7%	12%	8%	3,5%	1%
8%	8%	6%	2%	0,5%
9%	6%	4%	1%	
10%	4%	2%	0%	0%
15%	0%	0%	0%	0%

Figure 9: OC curve, variable sampling plan, s-method, AQL = 0,65 %, n = 5 to 15

OC curve, variable sampling plan, smethod , AQL = 0,65%, n between 5 and 15

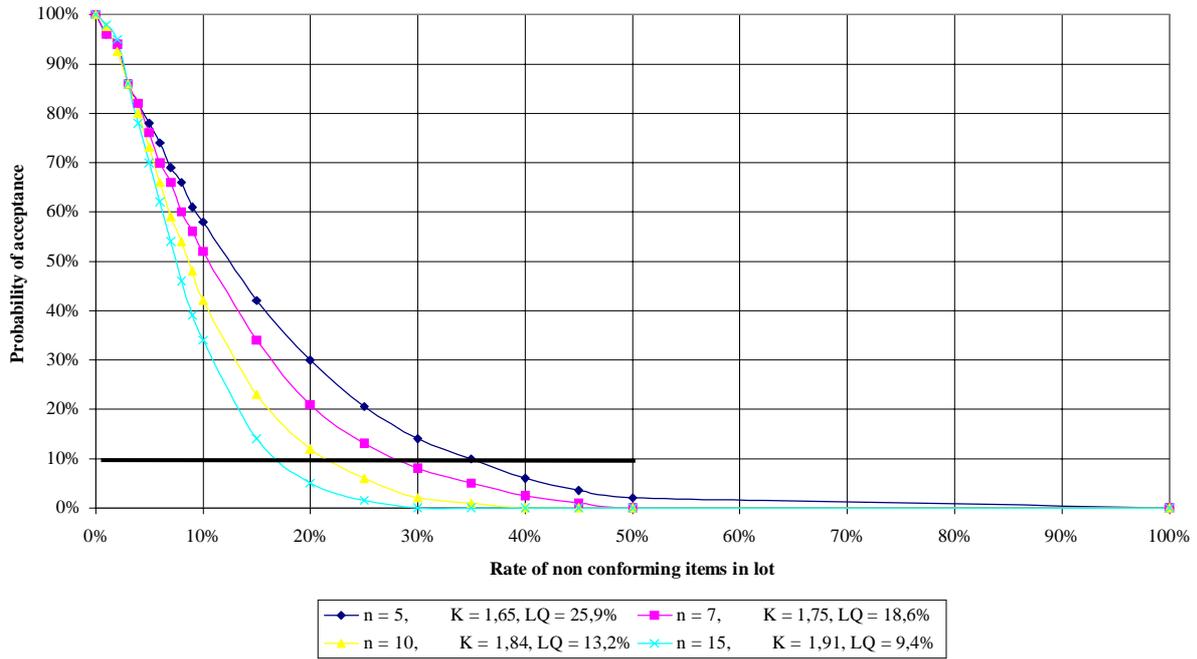
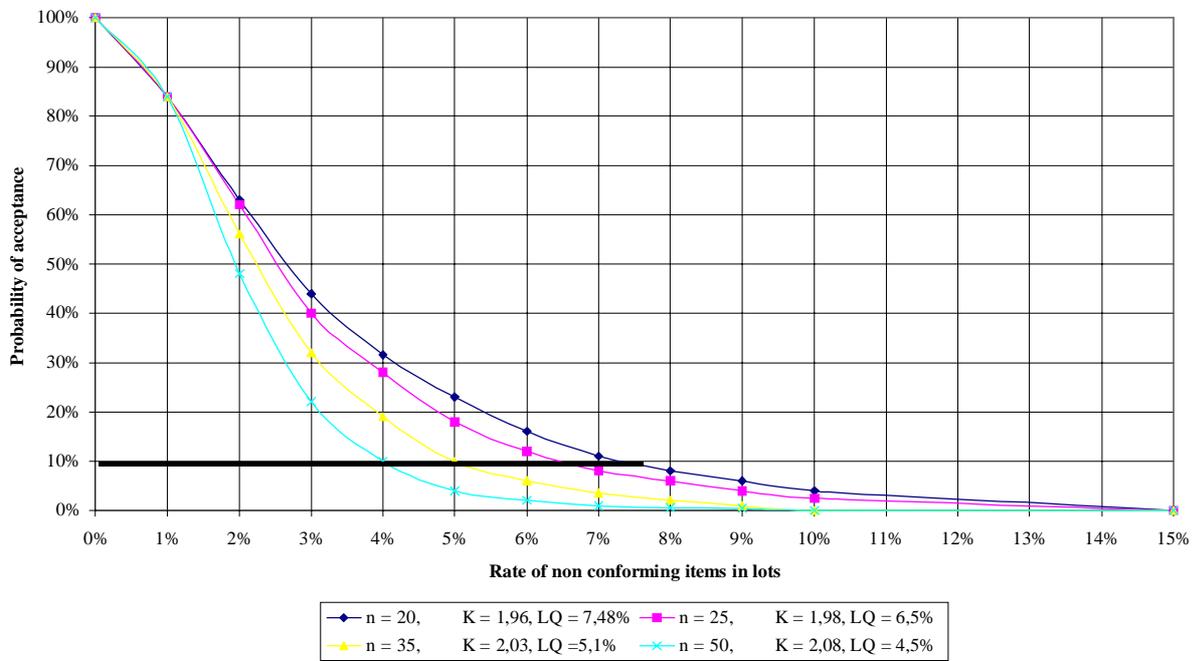


Figure 10: OC curve, variable sampling plan, s-method, AQL = 0,65 %, n = 20 to 50

OC Curve, variable sampling plan, method s, AQL = 0,65 %, n = 20 to 50



4.3.2.3 Sampling plans by variables (s-method), AQL = 2,5% (see table 16, figures 11 and 12)

Table 16: Probability of lot acceptance, variable sampling plans (s-method), AQL = 2,5 %

Defective rates in the lots	Probability of lot acceptance			
	Normal inspection plan			
	Letter-code D, AQL = 2,5%, n= 5, K =1,24 P ₉₅ = 1,38% P ₅₀ = 12,47% P ₁₀ = 35%	Letter-code E, AQL = 2,5%, n= 7, K =1,33 P ₉₅ = 1,5% P ₅₀ = 10,28% P ₁₀ = 27,4%	Letter-code F, AQL = 2,5%, n= 10, K =1,41 P ₉₅ = 1,61% P ₅₀ = 8,62% P ₁₀ = 21,4%	Letter-code G, AQL = 2,5%, n= 15, K =1,47 P ₉₅ = 1,91% P ₅₀ = 7,5% P ₁₀ = 16,8%
0%	100%	100%	100%	100%
1%	96%	96%	97,5%	99%
2%	94%	94%	92,5%	95%
3%	86%	86%	86%	86%
4%	82%	82%	80%	78%
5%	78%	76%	73%	70%
6%	74%	70%	66%	62%
7%	69%	66%	59%	54%
8%	66%	60%	54%	46%
9%	61%	56%	48%	39%
10%	58%	52%	42%	34%
15%	42%	34%	23%	14%
20%	30%	21%	12%	5%
25%	23%	13%	6%	1,5%
30%	15%	8%	2%	0%
40%	6%	2%	0%	0%
45%	4%	1%	0%	0%
50%	2%	0%	0%	0%
60%	0,5%	0%	0%	0%

Table 16 (continued)

Defective rates in the lots	Probability of lot acceptance Normal inspection plan			
	Letter-code H, AQL = 2,5%, n= 20, K =1,51 P ₉₅ = 2,07% P ₅₀ = 6,85% P ₁₀ = 14,2%	Letter-code I, AQL = 2,5%, n= 25, K =1,53 P ₉₅ = 2,23% P ₅₀ = 6,54% P ₁₀ = 12,8%	Letter-code J, AQL = 2,5%, n= 35, K =1,57 P ₉₅ = 2,38% P ₅₀ = 6% P ₁₀ = 10,9%	Letter-code K, AQL = 2,5%, n= 50, K =1,61 P ₉₅ = 2,51% P ₅₀ = 5,48% P ₁₀ = 8,7%
0%	100%	100%	100%	100%
1%	99%	99%	99%	99%
2%	95%	94%	94%	98%
3%	88%	88%	90%	90%
4%	78%	78%	75%	75%
5%	68%	66%	62%	58%
6%	58%	56%	50%	40%
7%	49%	44%	38%	28%
8%	40%	36%	25,5%	18%
9%	32%	28%	20%	11%
10%	26%	22,5%	14%	8%
12%	17%	12%	6%	2%
13%	13%	10%	4%	1%
14%	10%	7%	3%	0%
15%	8%	5%	0%	0%
20%	2%	1%	0%	0%
25%	0%	0%	0%	0%

Figure 11: OC curve, variable sampling plan, AQL = 2,5 %, n = 5 to 15

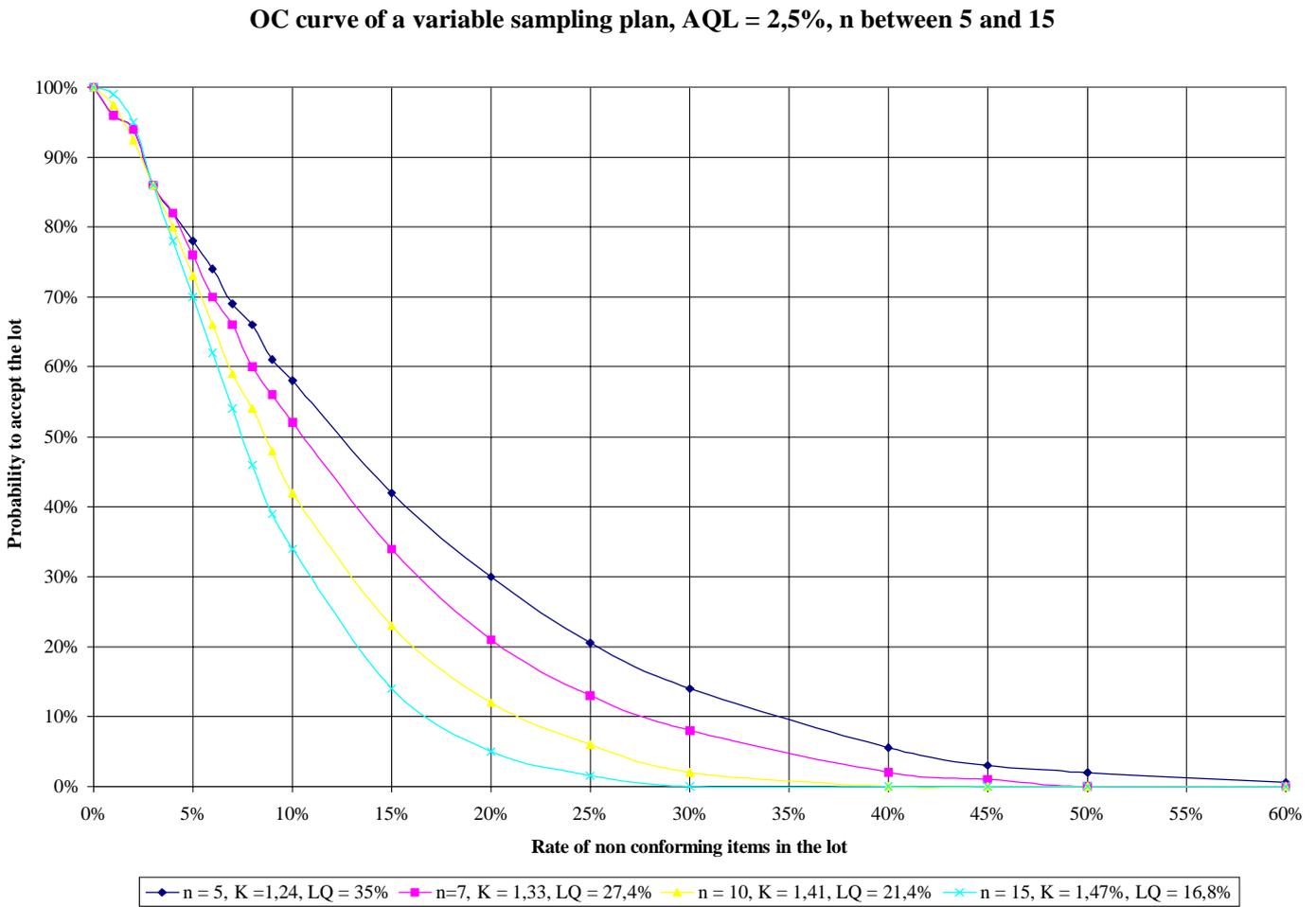
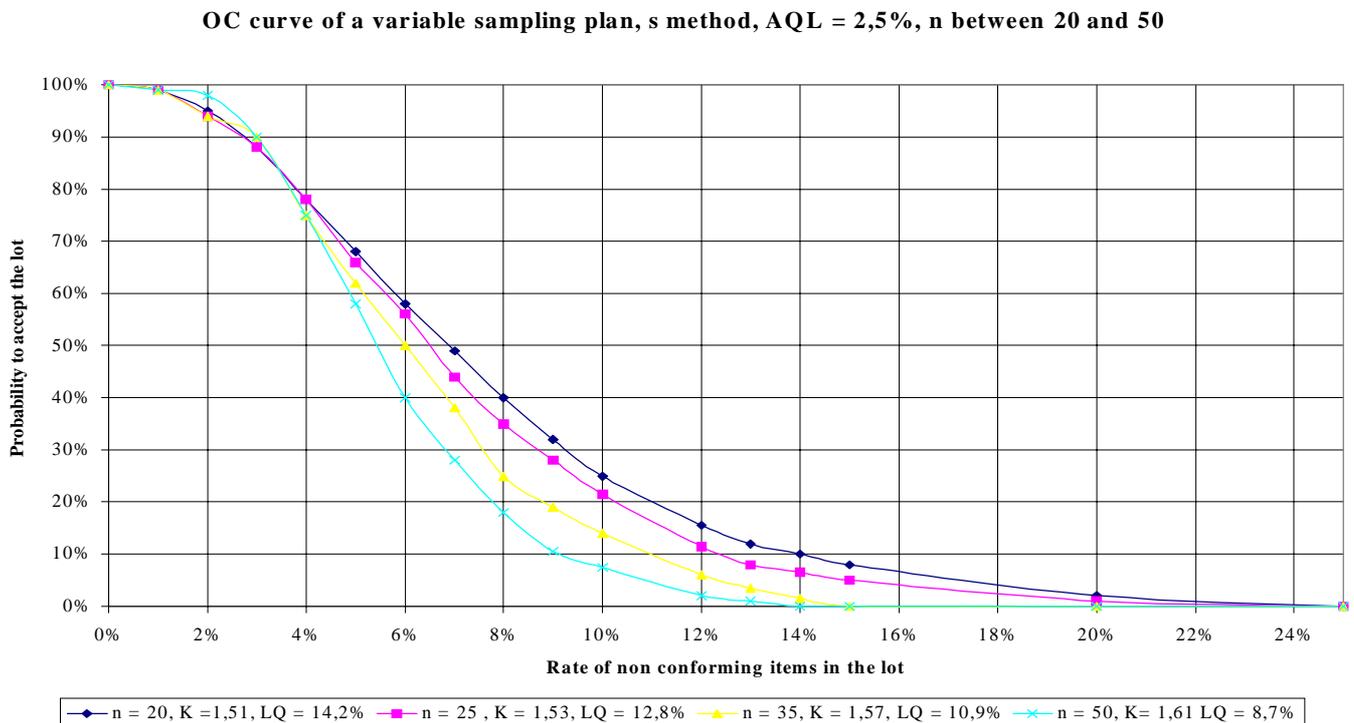


Figure 12: OC curve, variable sampling plan, AQL = 2,5 %, n = 20 to 50



4.3.3 Recommended sampling plans by variables : σ -method

4.3.3.1 General

This document recommends the following simple sampling plans, a for covering frequent inspection situations. They are extracted from the Standard ISO 3951, and are characterised by their AQL (AQL of 0,65 % and 2,5 % covering the most frequent cases), the size n of items in the sample and K the acceptance constant. Each plan is accompanied by a table which gives the probability to accept the lots in function of the defective rate in these lots. For each AQL, a graph sums up the OC curves of the corresponding recommended plans.

The OC curves have been built point-by-point from the following equation :

$$u_{PA} = \sqrt{n} \times (u_{1-p} - K)$$

where :

u_{PA} is the fractile of P_A order of the centered reduced normal law,

P_A is the probability to accept the lot having a defective rate of p

U_{1-p} is the fractile of $1-p$ order of the centered reduced normal law,

p is the the defective rate accepted in the lot with the probability P_A .

Table 17 (from NMKL N° 12, reference 5 and ISO 3951) indicates, for a normal inspection by variables (σ -method), the correspondence which is preferable for a better consumer protection (see clause 2.2.18) between the lot or batch size, the letter-code of the sample size, the sample size n and the acceptance constant K for given AQLs.

TABLE 17. VARIABLE SAMPLING PLANS WITH KNOWN STANDARD DEVIATION

Lot size	AQLs (%)	Inspection level		
		Reduced n/k	Normal n/k	Tightened n/k
2 - 8	0,65	2 / 1,36	2 / 1,58	2 / 1,81
	2,5	2 / 0,936	2 / 1,09	2 / 1,25
	6,5	3 / 0,573	3 / 0,755	2 / 0,936
9 - 15	0,65	---- ----	---- ----	2 / 1,81
	2,5	---- ----	---- ----	2 / 1,33
	6,5	---- ----	---- ----	3 / 1,01
16 - 25	0,65	---- ----	---- ----	2 / 1,81
	2,5	---- ----	---- ----	3 / 1,44
	6,5	---- ----	---- ----	4 / 1,11
26 - 50	0,65	---- ----	2 / 1,58	3 / 1,91
	2,5	---- ----	3 / 1,17	4 / 1,53
	6,5	---- ----	3 / 0,825	5 / 1,20
51 - 90	0,65	---- ----	3 / 1,69	5 / 2,05
	2,5	---- ----	4 / 1,28	6 / 1,62
	6,5	---- ----	5 / 0,919	8 / 1,28
91 - 150	0,65	---- ----	4 / 1,80	6 / 2,08
	2,5	---- ----	5 / 1,39	8 / 1,68
	6,5	---- ----	6 / 0,991	10 / 1,31
151 - 280	0,65	---- ----	5 / 1,88	8 / 2,13
	2,5	---- ----	7 / 1,45	10 / 1,70
	6,5	---- ----	9 / 1,07	13 / 1,34
281 - 500	0,65	2 / 1,42	7 / 1,95	10 / 2,16
	2,5	3 / 1,01	9 / 1,49	14 / 1,75
	6,5	4 / 0,641	12 / 1,11	18 / 1,38
501 - 1 200	0,65	3 / 1,69	8 / 1,96	14 / 2,21
	2,5	4 / 1,11	11 / 1,51	19 / 1,79
	6,5	5 / 0,728	15 / 1,13	25 / 1,42
1 201 - 3 200	0,65	4 / 1,69	11 / 2,01	21 / 2,27
	2,5	5 / 1,20	15 / 1,56	28 / 1,84
	6,5	7 / 0,797	20 / 1,17	36 / 1,46
1 320 - 10 000	0,65	6 / 1,78	16 / 2,07	27 / 2,29
	2,5	8 / 1,28	22 / 1,61	36 / 1,86
	6,5	11 / 0,877	29 / 1,21	48 / 1,48
10 001 - 35 000	0,65	7 / 1,80	23 / 2,12	40 / 2,33
	2,5	10 / 1,31	32 / 1,65	54 / 1,89
	6,5	14 / 0,906	42 / 1,24	70 / 1,51
35 001 - 150 000	0,65	9 / 1,83	30 / 2,14	54 / 2,34
	2,5	13 / 1,34	42 / 1,67	71 / 1,89
	6,5	17 / 0,924	55 / 1,26	93 / 1,51
150 001 - 500 000	0,65	12 / 1,88	44 / 2,17	54 / 2,34
	2,5	18 / 1,38	61 / 1,69	71 / 1,89
	6,5	24 / 0,964	82 / 1,29	93 / 1,51
500 001 and over	0,65	17 / 1,93	59 / 2,18	54 / 2,34
	2,5	25 / 1,42	81 / 1,70	71 / 1,89
	6,5	33 / 0,995	109 / 1,29	93 / 1,51

4.3.3.2 Sampling plans by variables (σ -method), AQL = 0,65 % (see table 18 and figures 13 and 14)

Table 18: Probability of lot acceptance, variable sampling plans, σ -method, AQL = 0,65 %

Defective rates in the lots	Probability of lot acceptance			
	Normal inspection plan			
	Letter-code E, AQL = 0,65%, n= 3, K =1,69 P ₉₅ = 0,32% P ₅₀ =4,55% P ₁₀ = 18,6%	Letter-code F, AQL = 0,65%, n= 4, K =1,80 P ₉₅ = .0,36% P ₅₀ =3,6% P ₁₀ = 13,2%	Letter-code G, AQL = 0,65%, n= 5, K =1,88 P ₉₅ = 0,45% P ₅₀ =3% P ₁₀ = 9,41%	Letter-code H, AQL = 0,65%, n= 7, K =1,95 P ₉₅ = .0,49% P ₅₀ =2;56% P ₁₀ = 7,46%
0%	100%	100%	100%	100%
0,65%	91,5%	91,4%	91,2%	92,1%
1%	86,5%	85,4%	84%	84,1%
2%	73,5%	69,4%	65,1%	60,8%
3%	62,9%	56,4%	50%	42,7%
4%	54,2%	46,1%	38,6%	29,9%
5%	46,9%	37,8%	29,9%	20,9%
6%	40,7%	31,2%	23,3%	14,7%
7%	35,5%	25,8%	18,3%	10,4%
8%	31,1%	21,5%	14,4%	7,4%
9%	27,3%	17,9%	11,4%	5,3%
10%	24%	15%	9%	3,8%
15%	12,9%	15%	2,9%	0,8%
17 %	10%	4,5%	1,9%	0,4%
20%	7,1%	2,8%	1%	0%
25%	3,9%	1,2%	0,3%	0%
30%	2,2%	0,5%	0%	0%
35%	1,2%	0,2%	0%	0%
40%	0,6%	0,1%	0%	0%
45%	0,3%	0%	0%	0%
50%	0,2%	0%	0%	0%
60%	0%	0%	0%	0%

Table 18 (continued)

Defective rates in the lots	Probability of lot acceptance				
	Normal inspection plan				
	Letter-code J, AQL = 0,65%, n= 11, K =2,01 P ₉₅ = 0,36% P ₅₀ =2,22% P ₁₀ = 5,1%	Letter-code K, AQL = 0,65%, n= 16, K =2,07 P ₉₅ = 0,64% P ₅₀ =1,92% P ₁₀ = 4,03%	Letter-code L, AQL = 0,65%, n= 23, K =2,12 P ₉₅ = 0,7% P ₅₀ =1,7% P ₁₀ = 3,24%	Letter-code M, AQL = 0,65%, n= 30, K =2,14 P ₉₅ = 0,74% P ₅₀ =1,6% P ₁₀ = 2,88%	Letter-code N, AQL = 0,65%, n= 44, K =2,17 P ₉₅ = 0,77% P ₅₀ =1,5% P ₁₀ = 2,36%
0%	100%	100%	100%	100%	100%
0,65%	94,2%	95,1%	95,6%	97%	98,1%
1%	85,3%	84,7%	83,4%	84,6%	85%
2%	55,8%	47,4%	37,8%	31,8%	22%
3%	33,4%	22,5%	13%	7,8%	2,8%
4%	19,5%	10%	4,1%	1,6%	0,3%
5%	11,3%	4,5%	1,3%	0,3%	0%
6%	6,5%	2%	0,4%	0,1%	0%
7%	3,8%	0,9%	0,1%	0%	0%
8%	2,2%	0,4%	0%	0%	0%
9%	1,3%	0,2%	0%	0%	0%
10%	0,8%	0,1%	0%	0%	0%
15%	0,1%	0%	0%	0%	0%
16%	0%	0%	0%	0%	0%

Figure 13: OC curve, variable sampling plan, σ -method, AQL = 0,65 %, n = 3 to 11

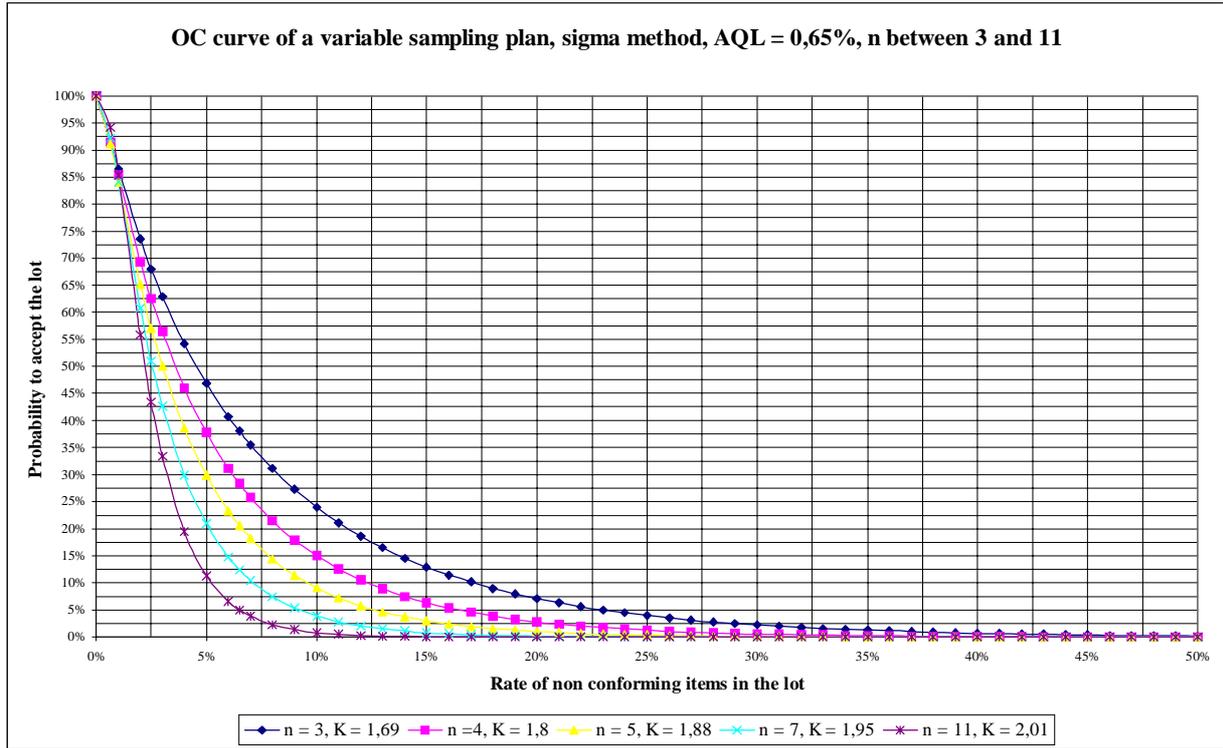
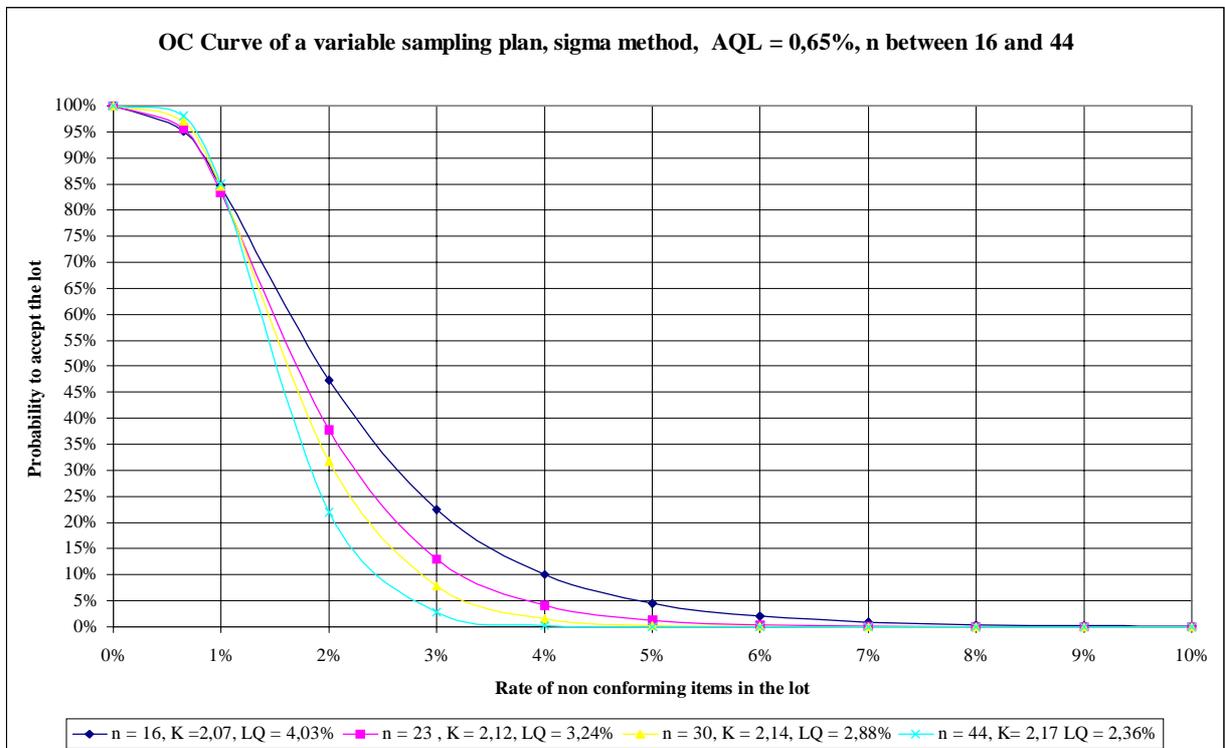


Figure 14: OC curve, variable sampling plan, σ -method, AQL = 0,65 %, n = 16 to 44



4.3.3.3 Sampling plans by variables (σ -method), AQL = 2,5 % (see Table 19 and figures 15 & 16)

Table 19: Probability of lot acceptance, variable sampling plans, σ -method, AQL = 2,5 %

Defective rates in the lots	Probability of lot acceptance				
	Normal inspection plan				
	Letter-code D, AQL = 2,5%, n= 3, K =1,17 P ₉₅ = 1,38% P ₅₀ =12,1% P ₁₀ = 35%	Letter-code E, AQL = 2,5%, n= 4, K =1,28 P ₉₅ = 1,5% P ₅₀ =10% P ₁₀ = 27,4%	Letter-code F, AQL = 2,5%, n= 5, K =1,39 P ₉₅ = 1,65% P ₅₀ =8,23% P ₁₀ = 21,4%	Letter-code G, AQL = 2,5%, n= 7, K =1,45 P ₉₅ = 1,91% P ₅₀ =7,35% P ₁₀ = 16,8%	Letter-code H, AQL = 2,5%, n= 9, K =1,49 P ₉₅ = 2,07% P ₅₀ =6,81% P ₁₀ = 14,2%
0%	100%	100%	100%	100%	100%
1%	97,7%	98,2%	98,2%	99%	99,4%
2%	73,5%	93,9%	93,1%	94,5%	95,5%
3%	93,7%	88,5%	86,4%	87,3%	87,9%
4%	84,3%	82,7%	79%	78,7%	78,3%
5%	79,5%	76,7%	71,6%	69,7%	67,9%
6%	74,7%	70,9%	64,4%	60,9%	57,7%
7%	70,2%	65,2%	57,6%	52,7%	48,3%
8%	65,8%	59,9%	51,3%	45,3%	39,9%
10%	57,7%	50%	40,4%	32,8%	26,6%
15%	40,9%	31,3%	21,5%	13,7%	8,7%
20%	28,5%	19%	10%	5,4%	2,6%
25%	19,5%	11,3%	5,5%	2%	0,7%
30%	13,2%	6,5%	2,6%	0,7%	0,2%
35%	8,7%	3,7%	1,2%	0,2%	0%
40%	5,6%	2%	0,6%	0,1%	0%
45%	3,5%	1%	0,2%	0%	0%
50%	2,1% %	0,5%	0,1%	0%	0%
60%	0,7%	0,1%	0%	0%	0%
65%	0,4%	0%	0%	0%	0%
70%	0,2%	0%	0%	0%	0%
75%	0,1%	0%	0%	0%	0%
80%	0%	0%	0%	0%	0%
	0%	0%	0%	0%	0%

Table 19 (continued)

Defective rates in the lots	Probability of lot acceptance				
	Normal inspection plan				
	Letter-code I, AQL = 2,5%, n= 11, K =1,51 P ₉₅ = 2,23% P ₅₀ =6,55% P ₁₀ = 12,8%	Letter-code J, AQL = 2,5%, n= 15, K =1,56 P ₉₅ = 2,38% P ₅₀ =5,94% P ₁₀ = 10,8%	Letter-code K, AQL = 2,5%, n= 22, K =1,61 P ₉₅ = 2,51% P ₅₀ =5,37% P ₁₀ = 9,23%	Letter-code L, AQL = 2,5%, n= 32, K =1,65 P ₉₅ = 2,62% P ₅₀ =5% P ₁₀ = 7,82%	Letter-code M, AQL = 2,5% n= 42, K =1,67 P ₉₅ = 2,73% P ₅₀ =4,75% P ₁₀ = 7,11%
0%	100%	100%	100%	100%	100%
1%	99,7%	99,9%	99,9%	99,9%	99,9%
2%	96,4%	97,2%	98,1%	98,3%	99,4%
3%	89,1%	89,3%	89,8%	90,4%	91,4%
4%	78,8%	77%	74,5%	71,6%	69,9%
5%	67,3%	62,9%	56,5%	50%	43,5%
6%	55,9%	49,2%	39,8%	29,5%	22,8%
7%	45%	37,2%	26,5%	16,2%	10%
8%	36,4%	27,4%	16,8%	8,3%	4,3%
9%	28,7%	19,8%	10,3%	4%	1,6%
10%	22,4%	14%	6,2%	1,9%	0,6%
11%	17,4%	10%	3,6%	0,8%	0,2%
13%	10%	4,7%	1,2%	0,2%	0%
15%	5,8%	2,1%	0,4%	0%	0%
20%	1,3%	0,3%	0%	0%	0%
25%	0,3%	0%	0%	0%	0%
30%	0,1%	0%	0%	0%	0%
31%	0%	0%	0%	0%	0%

Figure 15: OC curve, variable sampling plan, σ -method, AQL = 2,5 %, n = 3 to 9

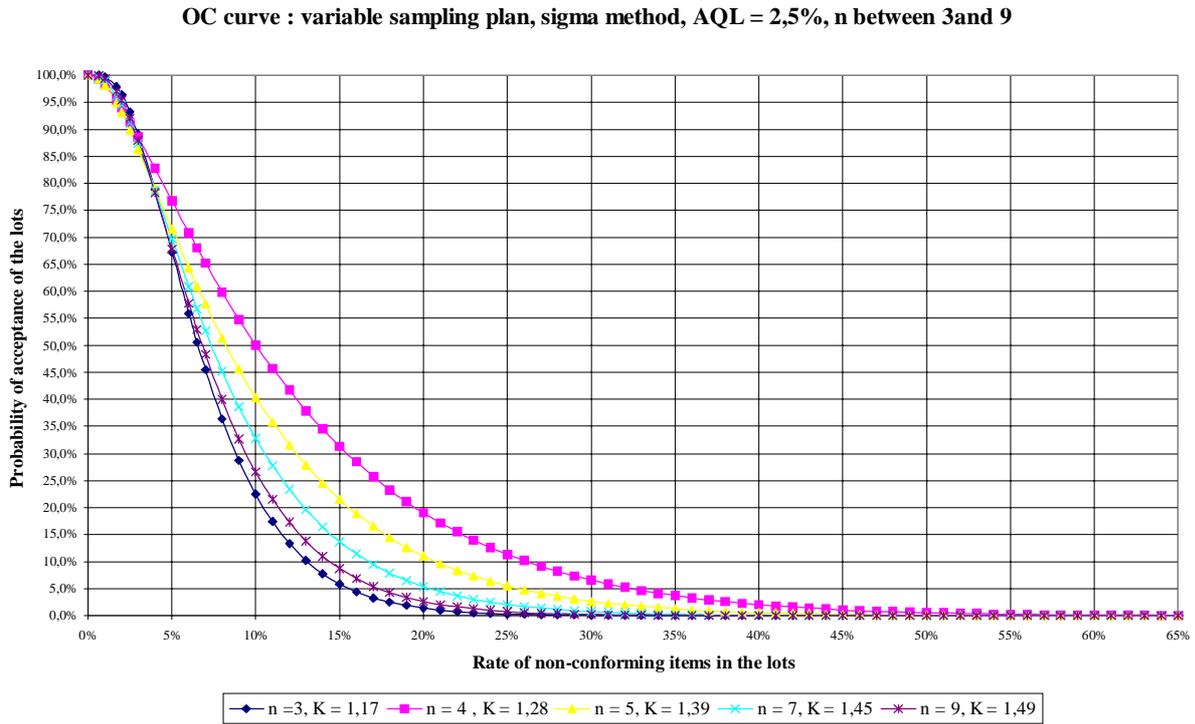
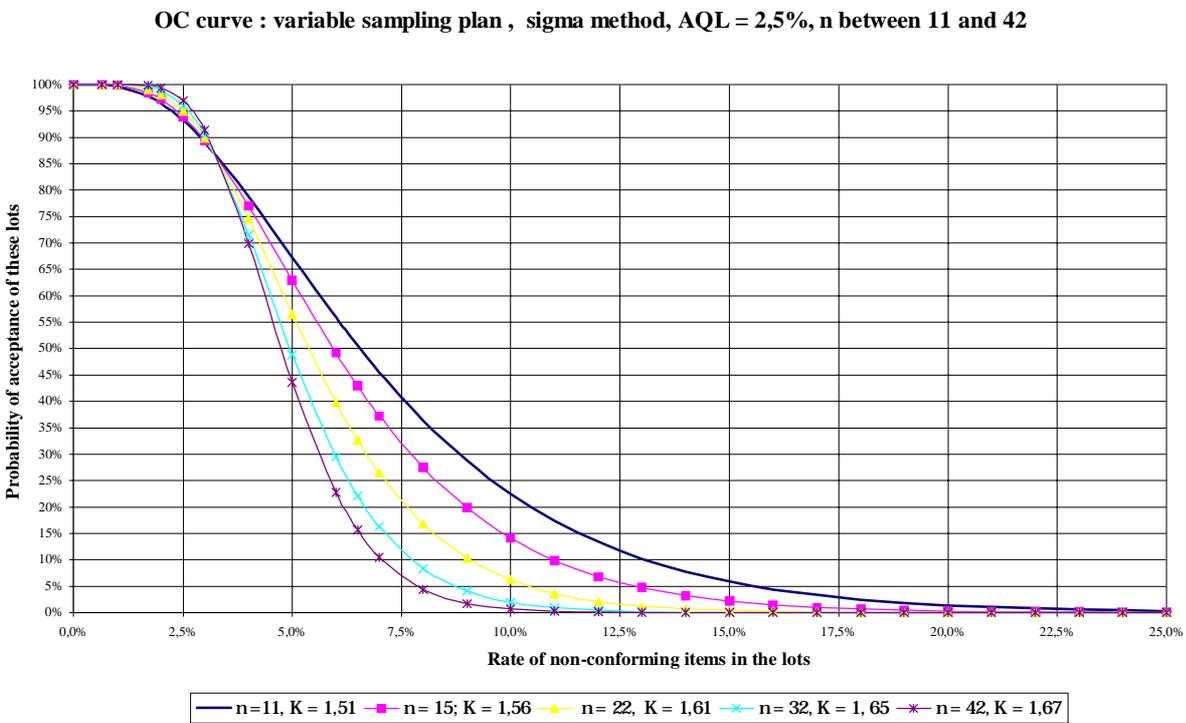


Figure 16: OC curve, variable sampling plan, σ -method, AQL = 2,5 %, n = 11 to 42



4.3.4 Rules and procedures of switching between inspection levels

(see article 19 of Standard ISO 3951)

When it is necessary, the switching towards a tightened inspection, which may lead to the rejection of the controlled lots, is mandatory. Nevertheless, the switching toward a reduced inspection, when the mean quality of a process is stable, at a level inferior to the AQL, is optional, at the discretion of the responsible authority. If there is sufficient proof, from the inspection tables, that the variability is in compliance with the statistical criteria, it can be envisaged to switch from the s method to the σ method, using the value of σ instead of s (see details in clause 2.2 and annex A of ISO 3951).

The switching of inspection level will of course imply a change of sampling plan (sample size, acceptance number).

The normal inspection is applied at the beginning of inspection (unless otherwise stated) and shall continue to be applied during inspection till a tightened inspection becomes necessary, or on the contrary, a reduced inspection becomes justified.

A tightened inspection shall be performed when 2 lots submitted to the original normal inspection are not accepted over 5 successive lots. The tightened inspection can be left when 5 successive lots at the first inspection have been accepted at the tightened inspection ; the normal inspection is then again performed.

It is possible to introduce a reduced inspection when 10 successive lots have been accepted at the normal inspection, under the following conditions :

- a) these 10 lots would have been accepted if the AQL would have been fixed at the immediately inferior value to the one fixed by the plan (see Tables 2 and 3 of ISO 3951 : 1989);
- b) the production is under statistical control;
- c) the reduced inspection is considered as desirable by the users of the plans;

It is mandatory to stop the reduced inspection and to re-introduce a normal inspection if one of the following conditions are archived on lots at first inspection :

- a) one lot is not accepted;
- b) the production is delayed or erratic;
- c) other conditions (change of supplier, of workers, of machines,...) imply the need to come back to a normal inspection.

4.4 SINGLE SAMPLING PLANS FOR AVERAGE CONTROL

4.4.1 Unknown standard deviation

Such a control is performed by using a test which aims at ensuring that, on average, the content of the controlled characteristic is at least equal to either the quantity given of the label of the product, or the quantity fixed by the regulation or a code of practice (e.g. net weight, net volume,...).

Description of the test

n is the sample size, in number of items, used for the test

$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$ is the sample mean of the n items in the sample

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

is the standard deviation of the values of the items in the sample.

α is the significance level of the test, that is the probability of wrongly concluding that the mean content of the controlled characteristic is less than the stated value when it is indeed greater than or equal to that value.

t_α is the value of the Student's t-distribution, on n-1 degrees of freedom, corresponding to the significance level α ²⁷.

M is the stated value for the mean of the lot.

Decision Rules

The lot is accepted if:

$$\bar{x} \geq M - \frac{t_\alpha \times s}{\sqrt{n}}$$

and rejected otherwise.

The following Table provides t-values of the Student's distribution for some selected sample sizes and for α of 5 % and 0,5 %.

Number of Samples	t-value ($\alpha = 5\%$)	t-value ($\alpha = 0,5\%$)
5	2,13	4,60
10	1,83	3,25
15	1,76	2,98
20	1,73	2,86
25	1,71	2,80
30	1,70	2,76
35	1,69	2,73
40	1,68	2,71
45	1,68	2,69
50	1,68	2,68

4.4.2 Known standard deviation

Description of the test

n is the sample size, in number of items, used for the test

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$$

is the sample mean of the n items in the sample

σ is the known standard deviation.

α is the significance level of the test, that is the probability of wrongly concluding that the mean content of the controlled characteristic is less than the stated value when it is indeed greater than or equal to that value.

u_α is the value of the Normal distribution, corresponding to the significance level α ²⁸ ($u_{0,05} = 1,645$, $u_{0,005} = 2,576$).

²⁷ α is generally taken at 5%, or 0,5%.

M is the stated value for the mean of the lot.

Decision Rules

The lot is accepted if:

$$\bar{x} \geq M - \frac{u_{\alpha} \times \sigma}{\sqrt{n}}$$

and rejected otherwise.

SECTION 5. THE SELECTION OF SAMPLING PLANS FOR THE INSPECTION BY VARIABLES OF BULK MATERIALS : KNOWN STANDARD DEVIATION

(see ISO/FDIS 10725 and ISO 11 648-1)

5.1 GENERAL

Normally, the sampling plans described in Section 5.1 should only be applied to a continuous series of lots from a single source. However, the plans described below may be utilised when data have been collected, describing the standard deviation of the quality characteristic, from isolated lots from a single source, over a prolonged period of time.

This draft standard addresses the need for sampling plans, by variables, for situations where the estimation of the lot mean of a single quality characteristic is the principal factor in the determination of lot acceptability. The sampling plans in this standard address the situations where a normal distribution of the quality characteristic occurs. However, users should not be too concerned about a deviation from normality, since the distribution of the sample grand average is usually very close to a normal distribution, unless the sample sizes are too small.

The standard may be applied:

- to a continuing series of lots
- to lots in isolation (when the value of each standard deviation of the quality characteristic is considered to be known and stable; for example, where a lot in isolation with respect to the purchaser may be part of a continuing series of lots produced by the supplier)
- when the specified quality characteristic χ is measurable on a continuous scale
- when the quality characteristic is stable, and the standard deviation known
- to a variety of bulk materials including liquids, solids (granular and powdered), emulsions and suspensions
- when a single specification limit is specified (however, under special circumstances, the standard is applicable when double specification limits are specified)

5.2 STANDARDISED SAMPLING PROCEDURES FOR THE INSPECTION OF INDIVIDUAL LOTS

The procedures involved in each step may be summarised as follows:

- **Selection of a sampling plan**

The selection of a sampling plan involves the following steps, in particular for inspection of bulk material :

- the establishment of *standard deviations, costs, producer's risk quality, consumer's risk quality and discrimination distance (see definitions in 2.2.12)*

If both the composite sample standard deviation (S_c) and the test sample standard deviation (S_T) control charts have no 'out of control' points, and if no other evidence gives doubt about their stability, it can be deemed that all standard deviations are stable. Methods for the confirmation and recalculation of standard deviations, including the utilisation of control charts, are provided in clause 12 of ISO/CD 10725-2.3

²⁸ α is generally taken at 5%, or 0,5%.

- the specification of the *acceptance value(s)*

Acceptance value

When a lower specification limit is specified, the lower acceptance value is given by the equation:

$$\bar{x}_L = m_A - 0.562D$$

When an upper specification limit is specified, the upper acceptance value is given by the equation:

$$\bar{x}_U = m_A + 0.562D$$

where m_A is the producers' risk

D is the discrimination distance.

- **Drawing of increments from the lot**

An appropriate sampling device should be used together with representative sampling to afford n_i increments (i is the increment of rank i)

- **Preparation of one or more composite samples**

The n increments are pooled in order to produce n_c composite samples (A recommended, economical procedure is the preparation of *duplicate* samples by combining all odd numbered increments, to produce the first composite sample; and all even numbered increments, to produce the second composite sample.)

- **Preparation of test samples**

n_t test samples, of specified mass and particle size, are prepared from each composite sample, using appropriate crushing/grinding, sample division and mixing procedures.

- **Drawing of test portions for measurement**

n_m test portions, of specified mass, are drawn from each test sample

- **Measurement of specified quality characteristic of test portions**

A single measurement is performed on each test portion, to afford $n_c \cdot n_t \cdot n_m$ measurements per lot

- **Determination of lot acceptability**

The sample grand average (\bar{x}) is calculated from the n_c composite sample averages (which are calculated from the n_T test sample averages which, themselves, are calculated from the n_M measurement results)

- When a single lower specification limit is specified:

Accept the lot if $\bar{x} \geq \bar{x}_L$

Reject the lot if $\bar{x} < \bar{x}_L$

- When a single upper specification limit is specified:

Accept the lot if $\bar{x} \leq \bar{x}_U$

Reject the lot if $\bar{x} > \bar{x}_U$

- When double specification limits are specified:

Accept the lot if $\bar{x}_L \leq \bar{x} \leq \bar{x}_U$

Reject the lot if either, $\bar{x} < \bar{x}_L$ or $\bar{x} > \bar{x}_U$

SECTION 6. REFERENCES

1. Micro-organisms in Foods. 2. Sampling for microbiological analysis: Principles and specific applications; International Commission on Microbiological Specifications for Foods, ICMSF, 1986, ISBN 0-632-015 67-5.
2. Cochran, WG : Sampling Techniques, 3rd Edition, Wiley, New York, 1977
3. Duncan, AJ : Quality Control and Industrial Statistics, 5th Edition, Irwin, Homewood, IL, 1986
4. Montgomery, DC : Introduction to Statistical Quality Control, 4th Edition, Wiley, New York, 2000
5. NMKL N° 12 : Guide on Sampling for Analysis of Foods, 2002

AVANT-PROJET DE DIRECTIVES SUR L'INCERTITUDE DES MESURES**(A l'étape 5 de la Procédure)****Introduction**

Il est important et exigé d'après ISO/IEC 17025:1999 que les analystes soient conscients de l'incertitude associée avec chaque résultat analytique et estime cette incertitude. L'incertitude des mesures peut être dérivée par différentes procédures. Il est demandé aux laboratoires d'analyse alimentaires d'être en contrôle¹ aux fins du Codex, d'utiliser des méthodes testées en collaboration lorsqu'elles existent², et de vérifier leur application avant de les utiliser pour les analyses de routine. Ces laboratoires devraient donc avoir à leur disposition une série de données analytiques qui peuvent être utilisées pour estimer leur incertitude dans les mesures.

Terminologie

La définition acceptée de l'incertitude des mesures est:

“Paramètre, associé avec le résultat d'une mesure, qui caractérise la dispersion des valeurs qui peut raisonnablement être attribuée à l'élément à mesurer”

NOTES:

1. Le paramètre peut être, par exemple, un écart-type (ou un multiple donné de celui-ci), ou la moitié d'un intervalle avec un niveau de fiabilité spécifié.
2. L'incertitude des mesures comprend, en général, de nombreux composants. Certains de ces composants peuvent être évalués à partir de la distribution statistique des résultats d'une série de mesures et peuvent être caractérisés par des écart-types expérimentaux. Les autres composants, qui peuvent aussi être caractérisés par des écart-types, sont évalués à partir de distributions estimées de probabilité sur la base de l'expérience ou autres informations.
3. Il est entendu que le résultat d'une mesure est la meilleure estimation de la valeur de l'élément à mesurer, et que tous les composants de l'incertitude, y compris ceux qui résultent d'effets systématiques, tels que les composants associés aux corrections et aux standards de référence, contribuent à la dispersion.

Recommandations

Les recommandations suivantes sont adressées aux gouvernements:

1. Aux fins du Codex le terme “incertitude des mesures” devra être utilisé.
2. L'incertitude des mesures associée à tous les résultats analytiques doit être estimée et doit, sur demande, être mise à la disposition de l'utilisateur (client) des résultats.
3. L'incertitude des mesures d'un résultat analytique peut être estimée par différentes procédures, en particulier celles décrites par l'ISO (1) et EURACHEM (2). Ces documents recommandent des procédures basées sur l'approche composant par composant, les données concernant la validation des méthodes, le contrôle de qualité interne et les essais d'aptitude. Il n'est pas nécessaire d'entreprendre une estimation de l'incertitude des mesures en utilisant l'approche ISO composant par composant si d'autres formes de données sont disponibles et utilisées pour estimer l'incertitude. Dans de nombreux cas l'incertitude totale peut être déterminée par une étude inter-laboratoires (en collaboration) par un certain nombre de laboratoires et de matrices en appliquant les protocoles IUPAC/ISO/AOAC INTERNATIONAL (3) ou ISO 5725 (4).

¹ Comme indiqué dans les GL 27-1997 Codex "Directives pour l'évaluation des compétences des laboratoires d'essais chargés du contrôle des importations et des exportations de denrées alimentaires"

² Lorsque des études inter-laboratoires ne sont pas possibles, il doit être trouvé un substitut adéquat pour la reproductibilité tel que la reproductibilité intra-laboratoire, ou une approximation telle que le critère de Horwitz.

Références

1. “Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement”, ISO, Geneva, 1993.
2. EURACHEM/CITAC Guide Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement (Second Edition), EURACHEM Secretariat, BAM, Berlin, 2000. This is available as a free download from <http://www.eurachem.ul.pt/>
3. “Protocol for the Design, Conduct and Interpretation of Method Performance Studies”, ed. W. Horwitz, *Pure Appl. Chem.*, 1995, 67, 331-343.
4. “Precision of Test Methods”, Geneva, 1994, ISO 5725, Previous editions were issued in 1981 and 1986.

SITUATION EN CE QUI CONCERNE L'APPROBATION DES MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE

- A. Comité du Codex sur les graisses et les huiles
- B. Comité du Codex sur les produits cacaotés et le chocolat
- C. Comité du Codex sur le lait et les produits laitiers
- D. Comité sur les poissons et les produits de la pêche
- E. Groupe intergouvernemental spécial sur les jus de fruits et de légumes
- F. Méthodes générales pour la détection d'aliments irradiés
- G. Comité du Codex sur les additifs alimentaires et les contaminants
- H. Comité du Codex sur les fruits et légumes transformés

A. COMITÉ DU CODEX SUR LES GRAISSES ET LES HUILES**Projet de norme pour les matières grasses tartinables et les mélanges tartinables (à l'étape 6)**

PRODUIT	DISPOSITION	METHODES	PRINCIPE	Note	Type	Situation
Matières grasses tartinables et mélanges tartinables	Plomb	IUPAC 2.632, AOAC 994.02 ou ISO 12193: 1994 (en révision) ou AOCS Ca 18c-91.	Spectrophotométrie d'absorption atomique (four au graphite)		II	A
	Arsenic	AOAC 986.15	SAA	Sous réserve de mise au point définitive des dispositions relatives à l'arsenic	II	AP
	Teneur en matière grasse laitière	IUPAC 2.310, AOAC 990.27 ou AOCS Ca 5c-87 (97)	Gravimétrie puis chromatographie en phase gazeuse	Le CCFO indiquera une méthode de calcul car la méthode citée est destinée à la détermination de l'acide butyrique	I	AP
	Vitamine A	AOAC 992.04	CLHP		II	A
	Vitamine D	AOAC 981.17	CLHP		II	A
	Vitamine E	IUPAC 2.432 ou ISO 9936: 1997	CLHP		II	A

B. COMITÉ DU CODEX SUR LES PRODUITS CACAOTÉS ET LE CHOCOLAT

Projet de norme pour le chocolat et les produits cacaotés (à l'étape 8)

PRODUIT	DISPOSITION	METHODES	PRINCIPE	Note	Type	Situation
Chocolat et produits cacaotés	Teneur en matière grasse laitière	IOCCC 5-1962 AOAC 945.34; 925.41B; 920.80	Titrimétrie/Distillation		I	A
Chocolat et produits cacaotés	Teneur en matière grasse végétale autre que le beurre de cacao		Voir ci-dessous		I	A

1. Détermination de la partie centrale et de l'enrobage des chocolats fourrés

Toutes les méthodes approuvées pour le type de chocolat utilisé dans l'enrobage et celles approuvées pour le type de garniture intérieure concernée

2. Détermination de la teneur en matière grasse végétale autre que le beurre de cacao du chocolat et des produits à base de chocolat

Les méthodes d'analyse suivantes sont les meilleures méthodes disponibles pour le moment. Des perfectionnements constants sont nécessaires. La documentation permettant d'identifier le type de mélanges commerciaux de graisses végétales autres que le beurre de cacao utilisés doit pouvoir être fournie à la demande des autorités compétentes.

Détection des graisses végétales autres que le beurre de cacao dans le chocolat

Détecter la composition en stérols des graisses végétales raffinées ajoutées au chocolat par la méthode AOCS Ce 10/02 (02).

Détermination quantitative des graisses végétales autres que le beurre de cacao^{*}

Détermination des triacylglycérols (C50, C52, C54) présents dans les beurres de cacao et les graisses végétales autres que le beurre de cacao par GC-FID dans *J. Amer. Oil Chem. Soc.* (1980), **57**, 286-293. Dans le chocolat au lait, il est nécessaire d'appliquer une correction pour tenir compte de la présence de matière grasse laitière.

•Interprétation:

Lorsque la nature des graisses végétales autres que le beurre de cacao est connue, la teneur en graisses végétales autre que le beurre de cacao est calculée selon la méthode du *J. Amer. Oil Chem. Soc.* (1980), **57**, 286-293.

Lorsque la nature des graisses végétales autres que le beurre de cacao est inconnue, la teneur en graisses végétales autre que le beurre de cacao est calculée selon la méthode du *J. Amer. Oil Chem. Soc.* (1982), **61 (3)**, 576-581.

^{*} Cette méthode a pour objet de mesurer les graisses végétales qui sont des équivalents du beurre de cacao (EBC) i.e. des triglycérides du type SOS. Les autres graisses végétales ne peuvent être ajoutées que dans de très faibles proportions du fait de propriétés physiques qui altèrent le chocolat. La présence de ces graisses peut être déterminée par des méthodes traditionnelles comme les analyses d'acide gras et de triacylglycérol.

C. COMITÉ DU CODEX SUR LE LAIT ET LES PRODUITS LAITIERS

1. Méthodes d'analyse renvoyées au CCMMP

PRODUIT	DISPOSITION	METHODES	PRINCIPE	Note	Type	Situation
Laits fermentés	Acide lactique	IDF 150:1991 ISO 11869:1997	Potentiométrie, titrimétrie à pH 8.30	Le CCMMP devrait indiquer si la méthode FIL détermine l'acidité totale ou l'acide lactique comme dans la disposition		NA
		AOAC 937.05 AOAC 947.05	Spectrophotométrie (pour l'acide lactique dans le lait et les produits laitiers)	Le CCMMP devrait préciser le type de méthode requis puisqu'il ne peut pas y avoir deux méthodes de type II	II	AP
	Microorganismes constituant la culture de départ	IDF 149A:1997 (Annexe A)	Dénombrement des colonies à 25°C, 30°C, 37°C et 45°C en fonction du ferment en question	Le CCMMP devrait indiquer si une étude en collaboration a été effectuée et selon quel type de méthode		NA
Yaourt	<i>Streptococcus thermophilus</i> & <i>Lactobacillus delbrueckii</i> subsp. <i>Bulgaricus</i> $\geq 10^7$ cfu/g	IDF 117B:1997 ISO 7889	Dénombrement des colonies à 37°C	Même question que ci-dessus		NA
Yaourt	<i>Streptococcus thermophilus</i> & <i>Lactobacillus delbrueckii</i> subsp. <i>bulgaricus</i> $\geq 10^7$ cfu/g	IDF 146:1991 ISO 9232	Tests d'identification	Même question que ci-dessus		NA

2. Méthodes d'analyse proposées pour les normes en cours d'élaboration (avancées à l'étape 5 ou 8)

PRODUIT	DISPOSITION	METHODES	PRINCIPE	Note	Type	Situation
Crèmes et crèmes préparées	Protéine de lait	ISO 8968-1 IDF20-1:2001 AOAC 991.20	Titrimétrie (Kjeldahl)		I	A
Lactosérum en poudre	Protéine de lait	ISO 8968-1 IDF 20-1:2001 AOAC 991.20	Titrimétrie (Kjeldahl modifié)		I	A
	Eau (à l'exclusion de l'eau résultant de la cristallisation du lactose)	IDF 26A:1993 AOAC 927.05	Gravimétrie		I	A
Laits fermentés	Protéine	ISO 8968-1 IDF 20-1:2001 AOAC 991.20	Titrimétrie (Kjeldahl)		I	A
	Matière grasse laitière	ISO 1211:1999 IDF 1D:1996 AOAC 905.02	Gravimétrie		I	A

3. Amendements aux méthodes d'analyse citées dans les normes adoptées

PRODUIT	DISPOSITION	METHODES	PRINCIPE	Note	Type	Situation
Cottage cheese	Matière grasse laitière (sur extrait sec)	IDF 126A:1988 ISO 8262-3:1987	Gravimétrie (Weibull-Berntrop)		I	A
Fromages individuels	Extrait sec (matières sèches totales)	IDF 4A:1982 ISO 5534:1985 AOAC 926.08 APPLICABLE A TOUS LES FROMAGES	Gravimétrie, dessiccation à 102°C	Le CCMMP devrait expliquer la différence de résultats par rapport à la méthode précédente		NA

D. COMITÉ SUR LES POISSONS ET LES PRODUITS DE LA PÊCHE

Projet de norme pour les anchois salés séchés bouillis (à l'étape 8)

PRODUIT	DISPOSITION	METHODES	PRINCIPE	Note	Type	Situation
Anchois salés séchés bouillis	Chlorure de sodium	AOAC 937.09	Titrimétrie	Préciser « chlorure exprimé en chlorure de sodium »	II	A
	Activité de l'eau	AOAC 978.18		Le CCFFP doit donner des précisions car la méthode proposée s'applique aux légumes en conserve		NA
	Cendre insoluble dans l'acide	Méthode décrite dans le projet de norme		Le CCFFP devrait donner des indications sur la validation de la méthode		NA

E. GROUPE INTERGOUVERNEMENTAL SPÉCIAL SUR LES JUS DE FRUITS ET DE LÉGUMES

Voir le point 6 de l'ordre du jour au par. 54.

F. MÉTHODES GÉNÉRALES CODEX SUR LA DÉTECTION DES ALIMENTS IRRADIÉS

PRODUIT	DISPOSITION	METHODES	PRINCIPE	Note	Type	Situation
Aliments contenant du sucre cristallisé	Détection d'aliments irradiés contenant des sucres cristallisés	EN 13708:2001	Spectroscopie par résonance du SPIN électronique		II	A
Aliments contenant des silicates	Détection d'aliments irradiés	EN 13751:2002	Luminescence photostimulée		III	A
Fines herbes, épices et viande hachée crue	Détection d'aliments irradiés	EN 13783:2001 NMKL 137 (2002)	Compte direct sur membrane par épifluorescence/numération sur plaque (DEFT/APC)	Méthode de sélection	III	A
Aliments contenant de l'ADN	Détection d'aliments irradiés	EN 13784:2001	Epreuve de l'ADN « Comet »	Méthode de sélection	III	A
Aliments contenant des silicates	Détection d'aliments irradiés contenant des silicates	EN 1788:2001	Thermoluminescence	EN 1788:1996 mis à jour	II	A

G. COMITÉ DU CODEX SUR LES ADDITIFS ALIMENTAIRES ET LES CONTAMINANTS

1) Additifs alimentaires

PRODUIT	DISPOSITION	METHODES	PRINCIPE	Note	Type	Situation
Aliments individuels ¹	Sulfites	EN 1988-1: 1998-02 AOAC 990.28	Partie 1: Méthode Monier-Williams optimisée		III	A
Aliments individuels ²	Sulfites	EN 1988-2 : 1998-02 NMKL 135 (1990)	Partie 2: Méthode enzymatique		III	A
Edulcorants de table	Saccharine	EN 1376 : 1996-09 (confirmée en 2001)	Analyse spectrométrique		III	A
Edulcorants de table	Acesulfame K	EN 1377 : 1996-09 (confirmée en 2001)	Analyse spectrométrique		II	A
Edulcorants de table	Aspartame	EN 1378 : 1996-09 (confirmée en 2001)	Chromatographie en phase liquide à haute résolution		II	A
Préparation édulcorante de table liquide	Cyclamate et saccharine	EN 1379 : 1996-09 (confirmée en 2001)	Chromatographie en phase liquide à haute résolution		II	A
Tous les aliments	Acesulfame K, Aspartame	EN 12856 : 1999-04	Chromatographie en phase liquide à haute résolution		II	A

¹ Maïs lessivé, jus de fruits, poissons et fruits de mer

² Vin, pommes séchées, jus de citron, flocons de pommes de terre, raisins blonds, bière

	Saccharine	EN 12856 : 1999-04	Chromatographie en phase liquide à haute résolution		III ³	A
Tous les aliments	Cyclamate	EN 12857 : 1999-04	Chromatographie en phase liquide à haute résolution		II	A
	Cyclamate	NMKL 123 (1998)	Spectrophotométrie	Précédemment approuvée en tant que méthode du type II	III	A
Tous les aliments	Nitrates et/ou nitrites	EN 12014-1:1997-04	Partie 1- Considérations générales			A
Produits carnés	Nitrates et/ou nitrites	ENV 12014-3:1998-06 Partie 3	Détermination spectrométrique de la teneur en nitrates et en nitrites des produits carnés après réduction enzymatique des nitrates en nitrites		III ⁴	AP
Produits carnés	Nitrates et/ou nitrites	ENV 12014-4:1998-06 Partie 4 NMKL 165 (2000)	Chromatographie par échange d'ions		III	AP

2) Contaminants

Céréales et produits dérivés	Ochratoxine A	EN ISO 15141-1:1998-10 Partie 1	Chromatographie en phase liquide à haute résolution avec gel de silice		II	A
------------------------------	---------------	------------------------------------	--	--	----	---

³ La méthode NMKL 122(1987) pour la saccharine dans les boissons et les confiseries a été approuvée en tant que méthode du type II (1997)

⁴ Les méthodes actuellement utilisées pour les nitrites sont AOAC 973.31 comme méthode du type II et ISO 2918.1975 comme méthode du type IV (méthodes qui seront revalidées et mises à jour l'an prochain)

		NMKL 143 (1997) EN ISO 15141-2:1998-10 Partie 2	Chromatographie en phase liquide à haute résolution avec bicarbonate		III	A
Céréales, fruits à coque et produits dérivés (y compris les arachides)	Somme des aflatoxines B ₁ , B ₂ , G ₁ et G ₂	EN 12955 : 1999-07 ISO 16050 ⁵	Chromatographie en phase liquide à haute résolution avec dérivatisation post-colonne et nettoyage par colonne d'immunoaffinité		III	A

3) Autres méthodes

PRODUIT	DISPOSITION	METHODES	PRINCIPE	Note	Type	Situation
Produits alimentaires	Nitrates/Nitrites	EN 12014-1:1997-04 Partie 1: Considérations générales		Ces méthodes ne correspondent pas aux dispositions examinées par les Comités du Codex. Les méthodes concernant les résidus de pesticides relèvent du Comité sur les résidus de pesticide		NA
Légumes et produits dérivés	Nitrates/Nitrites	EN 12014-2:1997-04 Partie 2	Complexe immun			NA
		EN 12014-5:1997-04 Partie 5	Détermination enzymatique de la teneur en nitrates d'aliments contenant des légumes destinés aux nourrissons et aux enfants en bas âge			NA
		EN 12014-7:1998-06 Partie 7	Chromatographie à élution continue pour la détermination de la teneur en nitrates des légumes et produits dérivés après réduction du cadmium			NA
Aliments gras	Pesticides et BPC	EN 1528-1: 1996-10 (confirmée en 2001) Partie 1: Considérations générales				NA

⁵ A paraître en 2003

		EN 1528-2: 1996-10 Partie 2 :	Extraction de la matière grasse, des pesticides et des BPC et détermination de la teneur en matière grasse		
		EN 1528-3: 1996-10 Partie 3 :	Méthodes de nettoyage		
		EN 1528-4: 1996-10 Partie 4 :	Détermination, tests de confirmation, divers		
Maïs	Fumonisines B ₁ et B ₂	EN 13585 : 2001-11	Chromatographie en phase liquide à haute résolution avec nettoyage par extraction liquide-solide		NA

Note: les méthodes actuellement utilisées par le Codex pour les aflatoxines sont les suivantes

PRODUIT	DISPOSITION	METHODES	PRINCIPE	Note	Type
Maïs	Aflatoxines totales	AOAC 979.18	Minicolonne Holaday-Velasco	Rayé car il n'existe pas de dispositions	H
Arachides (destinées à une transformation ultérieure)	Aflatoxines totales	AOAC 975.36	Minicolonne de Romer		III
Arachides (destinées à une transformation ultérieure)	Aflatoxines totales	AOAC 979.18	Minicolonne Holaday-Velasco		III
Arachides (cruées)	Aflatoxines totales	AOAC 991.31	Colonne d'immunoaffinité (Aflatest)		II
Arachides (cruées)	Aflatoxines totales	AOAC 993.17	Chromatographie sur couche mince		III

H. COMITÉ DU CODEX SUR LES FRUITS ET LÉGUMES TRANSFORMÉS

1) Méthodes d'analyse générales pour les fruits et légumes transformés

PRODUIT	DISPOSITION	METHODES	PRINCIPE	Note	Type	Situation
Fruits et légumes transformés	Calcium	AOAC 968.31	Titrimétrie	Remplace CAC/RM 38-1970	II	A
Fruits et légumes transformés (à l'exception des cornichons)	Remplissage des récipients	CAC/RM 46-1972	Pesage	Conserver la méthode actuelle Supprimer les références aux « récipients métalliques » et se reporter à la norme ISO 90.1:1986 pour la détermination de la capacité des conteneurs en métal	I	A
Fruits et légumes transformés	Liquide de couverture ≥ 10°Brix Petits fruits en conserve (framboises, fraises)	AOAC 932.12 ISO 2173:1978	Réfractométrie		I	A

PRODUIT	DISPOSITION	METHODES	PRINCIPE	Note	Type	Situation
Fruits et légumes transformés	Chlorure de sodium	ISO 3634:1979	Potentiométrie	La disposition doit être formulée comme suit : « chlorure exprimé en chlorure de sodium »	III	A
Fruits et légumes transformés	Détermination du poids égoutté - Méthode I	AOAC 968.30	Pesage	<p>Remplace CAC/RM 36-1970. Les modifications qu'il est proposé d'apporter à la méthode AOAC sont les suivantes:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Amender la Section 2.1 Spécifications pour les tamis circulaires, comme suit : si le poids total du contenu est inférieur à 1.5 kg. (3 lb) 1 kg. (2 lb) utiliser un tamis. Amender la deuxième phrase de la Section 3. Procédure, comme suit: Sans secouer le contenu, incliner le tamis <i>d'approximativement 20° par rapport à l'horizontale</i> pour faciliter l'écoulement - Insérer une nouvelle phrase à la fin du paragraphe, comme suit : « <i>Cette détermination doit être effectuée à 20°C ±5°C.</i> » <p>Les instructions omettent deux étapes importantes: 1) le pesage du conteneur rempli; et 2) le pesage du conteneur vide sec. Les deux poids sont nécessaires pour calculer le poids égoutté en pourcentage (teneur en extrait sec) et/ou le liquide en pourcentage</p> <p>Le Comité de produits doit donner des précisions sur les amendements à apporter aux sections 2.1 et 2.2.</p>		NA
Fruits et légumes transformés	pH	AOAC 981.12 ISO 11289:1993	Potentiométrie	Le Comité de produits doit identifier les dispositions et les normes concernées et envisager d'appliquer la norme ISO 1842:1991 aux fruits et légumes transformés		NA

PRODUIT	DISPOSITION	METHODES	PRINCIPE	Note	Type	Situation
Fruits et légumes transformés	Sulfites	EN 1988-1 : 1998-02 AOAC 990.28	Méthode Monier-Williams optimisée	Méthode générale pour les sulfites telle qu'approuvée dans la section G.1 ci-dessus	III	A
Fruits et légumes transformés	Extraits secs totaux	AOAC 920.151	Gravimétrie		I	A

2) Méthodes d'analyse mentionnées dans les projets de norme

PRODUIT	DISPOSITION	METHODES	PRINCIPE	Note	Type	Situation
Produits aqueux à base de noix de coco	Teneur en eau	Soustraction des extraits secs totaux de 100	Calcul			NA
Produits aqueux à base de noix de coco	Solides non gras	Soustraction des matières grasses totales des extraits secs totaux	Calcul			NA
Produits aqueux à base de noix de coco	Matières grasses totales	AOAC 989.05, méthode IDF/AOAC à vérifier	Extraction à l'éther	Cette méthode s'applique au lait, et le Comité doit préciser si elle est applicable aux produits à base de noix de coco		NA
Produits aqueux à base de noix de coco	Extraits secs totaux	AOAC 990.20	Extraction au four	Cette méthode s'applique au lait, et le Comité doit préciser si elle est applicable aux produits à base de noix de coco		NA
Fruits à noyaux en conserve	Poids égoutté	AOAC 968.30 ISO:2173:1978	Gravimétrie	Méthode générale pour les fruits et légumes transformés	I	A
Fruits à noyaux en conserve	Solides solubles	AOAC 932.14C	Réfractométrie	Méthode générale pour les fruits et légumes transformés	I	A

PRODUIT	DISPOSITION	METHODES	PRINCIPE	Note	Type	Situation
Marinades	Acide benzoïque	NMKL 103 (1984) AOAC 983.16	Chromatographie en phase gazeuse	Le Comité de produits devrait envisager des méthodes plus modernes (chromatographie en phase liquide) comme NMKL124 (1997)	II	A
Marinades	Plomb	ISO 6633:1984	Spectrophotométrie d'absorption atomique sans flamme		IV	AP
Marinades	Sorbate	NMKL 103 (1984) AOAC 983.16	Chromatographie en phase gazeuse	Le Comité de produits devrait envisager des méthodes plus modernes (chromatographie en phase liquide) comme NMKL124 (1997)	II	A
Marinades	Anhydride sulfureux			Voir méthode générale pour les sulfites (Section G.1)		
Marinades	Etain ≤ 250 mg/kg	ISO 2447:1998	Spectrophotométrie	Le Comité de produits devrait envisager d'utiliser la méthode générale Codex AOAC 980.19 et expliquer pourquoi cette méthode est proposée		NA

Il est proposé de supprimer les méthodes de détermination de l'acidité, du sel et du poids égoutté, car ces dispositions ne figurent pas dans le projet de norme pour les marinades.

**AVANT-PROJET DE DIRECTIVES CONCERNANT L'ÉVALUATION, EN VUE DE LEUR
CONFIRMATION, DES MÉTHODES D'ANALYSE
(à l'étape 3 de la Procédure)**

CHAMP D'APPLICATION

1. Les présentes directives constituent un cadre pour l'évaluation des méthodes d'analyse en vue de leur confirmation.
2. Les présentes directives visent à aider les pays à se conformer aux exigences en matière de commerce de denrées alimentaires visant à protéger le consommateur et à promouvoir un commerce équitable.
3. Les laboratoires auxquels il est fait appel pour l'évaluation doivent être conformes aux Directives Codex CAC/GL 27 relatives à la compétence des laboratoires d'essais auxquels il est fait appel dans le cadre de l'importation et de l'exportation de denrées alimentaires.
4. Si une méthode d'analyse a été approuvée par le Codex, elle doit être utilisée de préférence à toute autre.

CRITÈRES

5. Les laboratoires auxquels il est fait appel pour le contrôle des importations et des exportations de denrées alimentaires doivent évaluer les méthodes en fonction des critères ci-après:
 - justesse
 - applicabilité (matrice, étendue des concentrations et préférence donnée aux méthodes « générales »)
 - limites de détection/détermination, le cas échéant
 - linéarité
 - fidélité; répétabilité intralaboratoire, reproductibilité interlaboratoire (dans le même laboratoire et entre plusieurs laboratoires), déduite de données d'essais en collaboration plutôt que sur la base de considérations de l'incertitude des mesures
 - récupération
 - sélectivité (effets d'interférence, etc.)
 - sensibilité
6. Ces critères sont définis et leur estimation est expliquée ci-après.

JUSTESSE

Définition

(en tant que concept)

L'étroitesse de l'accord entre la valeur obtenue et la valeur de référence reconnue.

Note :

Appliqué à une série de résultats d'essais, le critère de justesse suppose une combinaison d'éléments aléatoires et un élément d'erreur ou de biais systématique commun {ISO 3534-1}. Lorsque l'élément d'erreur systématique doit être obtenu, à l'aide d'un processus incluant une erreur aléatoire, l'élément erreur aléatoire augmente avec la propagation de l'erreur de mesure et est, au contraire, réduit par la répétition.

(en statistique)

Étroitesse de l'accord entre un résultat obtenu et la valeur de référence acceptée. {ISO 3534-1}

Note:

La justesse, en statistique, s'applique à un résultat d'essai final unique; en tant que concept, elle s'applique à une valeur unique, répétée ou moyenne.

Estimation

On utilisera chaque fois que possible des substances de référence étalonnées pour déterminer la justesse de la méthode d'analyse.

[proposition de la Suède à CEN TC275 et WG10]

Si des substances de référence certifiées sont utilisées à l'occasion d'un exercice d'évaluation d'une méthode, la valeur moyenne déterminée peut être comparée à la valeur moyenne connue en calculant l'écart réduit.

$$z = \frac{(X_{\text{obtenu}} - X_{\text{certifié}})}{\sqrt{\frac{\sigma_{\text{obtenu}}^2}{n_{\text{obtenu}}} + \frac{\sigma_{\text{certifié}}^2}{n_{\text{certifié}}}}$$

ou, si l'on ne dispose pas de données sur l'écart type de la substance de référence certifiée, des données indiquant une limite de confiance de 95 pour cent peuvent tenir lieu d'estimation de l'écart-type de la substance de référence certifiée.

$$z = \frac{(X_{\text{obtenu}} - X_{\text{certifié}})}{\sqrt{\frac{\sigma_{\text{obtenu}}^2}{n_{\text{obtenu}}} + \left(\frac{CI}{2}\right)^2}}$$

Un écart réduit dans l'étendue $|z| \leq 2$ est considéré comme satisfaisant.

APPLICABILITÉ

Définition

Les échantillons analysés, matrices et concentrations pour lesquels une méthode d'analyse donnée peut être utilisée de manière satisfaisante afin déterminer la conformité avec une norme Codex.

Note:

Outre la description de l'étendue du comportement satisfaisant pour chaque facteur, l'énoncé de l'applicabilité (champ d'application) peut aussi inclure des avertissements concernant une éventuelle interférence par d'autres analytes, ou l'inapplicabilité à certaines matrices et situations.

Estimation

Celle-ci doit décrire les substances à analyser, les matrices et les concentrations pour lesquelles la méthode d'analyse peut être utilisée de manière satisfaisante pour déterminer la conformité avec une norme Codex. Elle peut aussi inclure des avertissements quand à une éventuelle interférence par d'autres analytes ou l'inapplicabilité à certaines matrices et situations. Le carré de Youden, plan factoriel fractionné, est fréquemment utilisé pour évaluer l'applicabilité/robustesse.

SEUILS DE DÉTECTION/DÉTERMINATION

Définition: seuil de détection

Le seuil de détection est défini traditionnellement comme blanc de terrain + 3σ , où σ est l'écart type du signal de valeur du blanc de terrain (définition de l'IUPAC).

Toutefois, une autre définition qui élimine la plupart des objections à l'approche susmentionnée (à savoir, que la forte variabilité à la limite de mesures ne peut jamais être surmontée) consiste à partir de la valeur arrondie de l'écart type de la reproductibilité, quand il n'est plus contrôlable (lorsque $3\sigma_R = 100$ pour cent; $\sigma_R = 33$ pour cent, arrondi à 50 pour cent en raison de la forte variabilité). Une telle valeur est directement liée à la substance soumise à l'analyse et au système de mesure et ne dépend pas du système de mesure local.

Définition: seuil de détermination

Comme pour le seuil de détection, avec 6σ ou 10σ plutôt que 3σ .

Toutefois, une autre définition correspondant à celle proposée pour le seuil de détection consisterait à utiliser $\sigma_R = 25$ pour cent. Cette valeur n'est pas tellement différente de celle attribuée au seuil de détection puisque la détection supérieure se confond avec la limite de détermination inférieure.

Estimation

Lorsque les mesures sont effectuées à des niveaux très faibles de concentration de la substance à analyser ou de la valeur d'une propriété, comme dans l'analyse des traces, il importe de connaître la plus faible concentration de la substance à analyser ou valeur d'une propriété susceptible d'être détectée avec un minimum de fiabilité par la méthode. Cette condition est importante de même que l'examen des problèmes qui y sont associés, car la probabilité de la détection ne passe pas brutalement de zéro à l'unité du fait du franchissement d'un seuil donné. Les problèmes ont fait l'objet d'études statistiques détaillées et plusieurs critères de décision ont été proposés.

Aux fins de la validation, il est normalement suffisant d'indiquer le niveau auquel la détection devient problématique. À cet effet, l'approche « blanc + $3s$ » suffit généralement. Lorsqu'il s'agit de s'assurer du respect d'un règlement ou d'une spécification, une approche plus exacte, telle que celle décrite par l'IUPAC et d'autres, sera sans doute plus appropriée. Il est recommandé aux utilisateurs de citer la convention qu'ils ont utilisée pour fixer un seuil de détection.

Seuil de détection (LOD) - Aide mémoire	
Analyse à effectuer	Calcul à effectuer à partir des données
a) 10 échantillons témoins indépendants mesurés une fois chacun	<i>Écart type empirique « s »</i> de a) valeurs du blanc de l'échantillon témoin ou b) valeurs de l'échantillon témoin fortifié
ou	
b) 10 échantillons témoins indépendants fortifiés à la concentration la plus faible acceptable, mesurés une fois chacun	Exprimer le seuil de détection comme la concentration de la substance à analyser correspondant à a) la valeur moyenne de l'échantillon témoin + $3s$ ou b) $0 + 3s$
<p>Cette approche part du principe qu'un signal supérieur de plus de $3s$ à la valeur de l'échantillon témoin ne peut découler de l'échantillon témoin que dans beaucoup moins de 1% des cas, et doit donc provenir d'une autre source comme le mesurande. L'approche a) n'est utile que lorsque l'échantillon témoin donne un écart type différent de zéro. Il peut être difficile de se procurer un véritable échantillon témoin.</p>	
c) 10 échantillons témoins indépendants fortifiés à la concentration acceptable la plus faible, mesurés une fois chacun	<p><i>Écart type empirique « s »</i> des valeurs de l'échantillon témoin fortifié</p> <p>Exprimer le seuil de détection en tant que concentration de la substance à analyser correspondant à la valeur de l'échantillon témoin + $4.65s$</p> <p>(découle de la vérification de l'hypothèse)</p>

Par « concentration acceptable la plus faible », on entend la concentration la plus faible pour laquelle un degré acceptable d'incertitude peut être obtenu.

En suivant la pratique habituelle, à savoir, évaluer l'échantillon et le blanc séparément et effectuer une correction en soustrayant la concentration de la substance à analyser correspondant au blanc de la concentration correspondant à l'échantillon.

Si les mesures sont effectuées dans des conditions de répétabilité, cela donne également une mesure de la précision de la répétabilité (Annexe A, A20).

Le seuil de détermination est au sens strict la concentration de la substance à analyser la plus faible qui puisse être déterminée avec un niveau acceptable de fidélité et de sincérité de la répétabilité. Le seuil de détermination est également défini par diverses conventions comme la concentration de la substance à analyser correspondant à la valeur du blanc plus 6 ou 10 écarts type de la moyenne du blanc.

Note: Ni le seuil de détection, ni le seuil de détermination ne représentent les niveaux auxquels l'analyse quantitative est impossible. Simplement, la fréquence des incertitudes associées n'est pas loin d'être comparable avec le résultat effectif dans la zone du seuil de détection.

Limite de détermination (LoQ) - Aide mémoire	
Analyse	Calcul à partir des données
<p>a) 10 échantillons témoins indépendants mesurés une fois chacun.</p> <p>Il peut être difficile d'obtenir un véritable échantillon témoin.</p>	<p>Écart type de l'échantillon « s » de la valeur de l'échantillon témoin.</p> <p>Exprimer la limite de détermination en tant que concentration de la substance à analyser correspondant à la valeur de l'échantillon témoin plus, soit :</p> <p>i) $6s$, soit ii) $10s$</p>
<p>b) Fortifier des parties aliquotes d'un échantillon témoin à diverses concentrations de la substance à analyser proches du seuil de détection.</p> <p>Mesurer une fois chacune 10 répétitions indépendantes à chaque concentration.</p> <p>Normalement, le seuil de détermination fait partie de l'étude visant à déterminer la plage de mesure. Il ne devrait pas être déterminé par extrapolation en-dessous de l'échantillon témoin fortifié à la concentration la plus faible.</p> <p>Si les mesures sont effectuées dans des conditions de répétabilité, on obtient également une mesure de la précision de la répétabilité à cette concentration.</p>	<p>Calculer l'écart type « s » de la valeur de la substance à analyser pour chaque concentration. Représenter graphiquement s par rapport à la concentration et attribuer une valeur au seuil de détermination par inspection.</p> <p>Exprimer le seuil de détermination en tant que concentration de la substance à analyser la plus faible qui puisse être déterminée avec un niveau acceptable d'incertitude.</p>

LINÉARITÉ

Définition

Par linéarité, on entend l'aptitude d'une méthode d'analyse, sur une étendue donnée, à provoquer une réaction ou des résultats instrumentaux proportionnels à la qualité de la substance analysée à déterminer dans l'échantillon de laboratoire. Cette proportionnalité est exprimée par une expression mathématique définie a priori. Les limites de la linéarité sont les limites expérimentales des concentrations entre lesquelles un

modèle de calibrage linéaire peut être appliqué avec un niveau de confiance connu (généralement considéré comme égal à 1 pour cent).

Estimation

Pour toute méthode quantitative, il est nécessaire de déterminer l'étendue des concentrations de la substance ou des valeurs de la propriété à laquelle la méthode est applicable. On notera qu'il s'agit de l'étendue des concentrations ou des valeurs d'une propriété dans les solutions effectivement mesurées plutôt que dans les échantillons d'origine. À l'extrémité inférieure de l'étendue des concentrations, les facteurs limitants sont les valeurs des seuils de détection et/ou d'analyse quantitative. À l'extrémité supérieure de l'étendue des concentrations, les limites seront imposées par divers effets dépendants du système de réaction de l'instrument.

À l'intérieur de l'étendue de mesure, il peut exister une échelle de réaction linéaire. À l'intérieur de l'échelle linéaire, la réaction sera en relation linéaire avec la concentration de la substance ou la valeur de la propriété. L'étendue de cette plage peut être établie au cours de l'évaluation de l'étendue de mesure. On notera que les calculs de régression ne suffisent pas à établir la linéarité. À cette fin, une inspection visuelle de la ligne et des résidus peut être suffisante; des tests objectifs, tels que les tests de validité de l'ajustement, sont meilleurs encore. En règle générale, les vérifications de la linéarité exigent des points pour au moins 10 concentrations ou valeurs différentes.

Une évaluation de l'étendue de mesure et de l'échelle linéaire est également utile pour planifier le calibrage nécessaire lorsqu'on utilise la méthode quotidiennement. Il est souhaitable d'étudier la variance sur toute l'étendue de mesure. À l'intérieur de l'échelle linéaire, un point de calibrage peut suffire pour établir l'inclinaison de la ligne de calibrage. Ailleurs dans l'étendue de mesure, un étalonnage multipoint (de préférence 6+) sera nécessaire. Le rapport de la réaction instrumentale à la concentration n'a pas à être parfaitement linéaire pour qu'une méthode soit efficace, mais la courbe doit être répétable d'un jour sur l'autre. On notera que l'étendue de mesure et l'échelle linéaire peuvent être différentes pour des matrices différentes, selon l'effet des interférences découlant de la matrice.

Étendue de mesure et échelle linéaire – aide-mémoire			
Analyse	Répétitions	Calculs à effectuer à partir des données	Observations
1. Blanc plus matériaux de référence ou blancs fortifiés à diverses concentrations	1	Représenter graphiquement la réaction mesurée (en ordonnée) par rapport à la concentration du mesurande (en abscisse). Examiner visuellement pour identifier l'échelle linéaire approximative et les limites supérieure et inférieure de l'étendue de mesure.	Dans l'idéal, les différentes concentrations devraient être préparées indépendamment les unes des autres et non pas à partir de parties aliquotes de la même solution.
Il convient d'analyser au moins 6 concentrations, plus le blanc		Passer au paragraphe 2.	On aura une confirmation visuelle de la linéarité de l'étendue de mesure. Ce stade est nécessaire pour vérifier une étendue de mesure considérée comme linéaire et lorsqu'on a l'intention d'utiliser un étalonnage ponctuel.
2. Matériels de référence ou blancs fortifiés au moins à 6 concentrations différentes dans l'échelle linéaire	3	Représenter graphiquement la mesure (en ordonnée) par rapport à la concentration du mesurande (en abscisse). Examiner visuellement les valeurs aberrantes qui peuvent ne pas être reflétées dans la régression. Calculer un coefficient de régression approprié. Calculer et représenter graphiquement les valeurs résiduelles (différence entre la valeur y effective et la valeur y prédite par la ligne droite, pour chaque valeur x). Une distribution aléatoire sur la ligne droite confirme la linéarité. Des tendances systématiques indiquent une non linéarité.	Il est dangereux de supprimer les valeurs aberrantes avant d'avoir procédé à une vérification à l'aide de déterminations supplémentaires à des concentrations proches. Si la variance des répliques est proportionnelle à la concentration, il convient de calculer une régression pondérée plutôt qu'une régression non pondérée. Dans certaines circonstances, il vaut mieux essayer d'adapter une courbe non linéaire aux données. Les fonctions autres que quadratiques ne sont pas conseillées en règle générale.
3. Comme pour le seuil de détermination (b)		Passer à 3. Comme pour le seuil de détermination. Le seuil de détermination constitue effectivement l'extrémité inférieure de l'étendue de la mesure.	Travailler avec des concentrations de plus en plus faibles jusqu'à ce que la précision et la fidélité deviennent inacceptables.

FIDÉLITÉ

Définitions

L'étroitesse de l'écart entre des résultats d'essais effectués de manière indépendante et dans les conditions prescrites (ISO 3534-1)

Notes: (ISO 3534-1)

1. La fidélité ne dépend que de la loi des erreurs aléatoires et n'est pas liée à la valeur vraie, ni à la valeur spécifiée.
2. Le degré de fidélité est en général exprimé par son contraire et calculé en tant qu'écart type des résultats des essais. La précision est inversement proportionnelle à l'écart type.
3. Par « résultats d'essais indépendants », on entend des résultats obtenus indépendamment de tous les résultats précédents concernant le même objet ou un objet similaire. Les mesures quantitatives de la fidélité sont étroitement liées aux conditions stipulées. Les conditions de répétabilité et de reproductibilité constituent des ensembles particuliers de conditions extrêmes.

Répétabilité [reproductibilité]: Fidélité dans des conditions de répétabilité [reproductibilité] [ISO 3534-1]

Conditions de répétabilité: Conditions dans lesquelles des résultats successifs sont obtenus avec la même méthode sur une matière identique soumise à essais dans le même laboratoire par le même opérateur avec le même appareil et dans un court intervalle de temps. [ISO 3534-1]

Conditions de reproductibilité: Conditions dans lesquelles des résultats individuels sont obtenus avec la même méthode sur une matière identique soumise à essais, mais dans des conditions différentes (laboratoire différent, opérateur différent, appareil différent). [ISO 3534-1]

Note:

Lorsque des méthodes différentes donnent des résultats qui ne diffèrent pas sensiblement ou lorsque des méthodes différentes sont autorisées compte tenu de la structure de l'expérience, comme dans une étude de compétence ou une étude de certification de matière pour l'établissement d'une valeur de consensus pour un matériel de référence, la « reproductibilité » peut être l'une des caractéristiques des paramètres qui en résultent. Les conditions doivent être énoncées expressément.

Écart type de répétabilité [reproductibilité]: L'écart type des résultats obtenus dans des conditions de répétabilité [reproductibilité]. [ISO 3534-1]

Notes: [ISO 3534-1]

1. Mesure de la dispersion de la distribution des résultats dans des conditions de répétabilité [reproductibilité].
2. De même, la variance de répétabilité [reproductibilité] et le coefficient de variation de la répétabilité (reproductibilité) peuvent être définis et utilisés comme mesures de la dispersion des résultats dans des conditions de répétabilité [reproductibilité].

Limite de répétabilité [reproductibilité]: Valeur au-dessous de laquelle est située, avec une probabilité de 95 pour cent, la valeur absolue de la différence entre deux résultats individuels obtenus dans des conditions de répétabilité [reproductibilité]. [ISO 3534-1]

Notes:

1. Le symbole utilisé est r [R]. [ISO 3534-1]
2. Pour l'examen de deux résultats individuels obtenus dans des conditions de répétabilité [reproductibilité] la comparaison doit être effectuée avec la limite de répétabilité [reproductibilité]

$$r [R] = 2.8 S_r [S_R] \{ISO 5725-6,4.1.4\}$$

3. Lorsque différents groupes de mesures servent de base aux calculs des limites de répétabilité [reproductibilité] (désormais appelée la différence critique), des formules plus complexes sont nécessaires (voir ISO 5725-6: 1994,4.2.1 et 4.2.2.).

Estimation

Les valeurs de répétabilité et reproductibilité calculées peuvent être comparées aux méthodes existantes et une comparaison peut être effectuée. Si les résultats sont satisfaisants, la méthode peut être utilisée comme méthode validée. S'il n'existe pas de méthode avec laquelle comparer les paramètres de précision, la répétabilité et la reproductibilité théoriques peuvent être calculées à partir de l'équation de Horwitz sur des concentrations jusqu'à $120 \mu\text{g}/\text{kg}$ ou avec l'équation modifiée à des niveaux inférieurs à $120 \mu\text{g}/\text{kg}$ et supérieurs à 13,8 pour cent; comme suit:

$$\begin{aligned} \sigma &= 0,22c && \text{si } c < 1,2 \times 10^{-7} \\ \sigma &= 0,02c^{0,8495} && \text{si } 1,2 \times 10^{-7} \leq c \leq 0,138 \\ \sigma &= 0,01c^{0,5} && \text{si } c > 0,138 \end{aligned}$$

Définition

Proportion de la quantité de la substance à analyser présente ou ajoutée aux matériaux analysés qui est extraite et présentée pour analyse.

Estimation

Les méthodes d'analyse ne mesurent pas toujours la totalité de la substance visée présente dans l'échantillon. Les substances à analyser peuvent être présentes dans les échantillons sous diverses formes qui n'intéressent pas toutes l'analyste. La méthode peut être conçue délibérément de façon à détecter une seule forme de la substance à analyser. Toutefois, lorsque la méthode ne permet pas de déterminer toutes les formes de la substance analysée présente dans l'échantillon cela peut être dû à un problème inhérent à la méthode. De toute façon, il convient d'évaluer la capacité de la méthode à détecter toutes les formes de la substance présentes.

Dans la mesure où l'on connaît rarement la quantité exacte de substance à analyser présente dans la portion d'essai, il est difficile d'évaluer avec certitude l'efficacité de la méthode d'extraction. L'une des méthodes utilisées pour déterminer l'efficacité de l'extraction consiste à insérer dans des portions d'essais la substance à analyser à des concentrations diverses, puis à extraire les portions fortifiées et à mesurer la concentration de la substance. Cette méthode présente toutefois un inconvénient qui tient au fait que la substance introduite de cette façon ne se sera sans doute pas aussi fortement intégrée que celle naturellement présente dans la matrice de la portion soumise à analyse, de sorte que la technique risque de donner une impression trop favorable de l'efficacité de l'extraction. Il s'agit, toutefois, de la façon la plus commune de déterminer l'efficacité de la récupération et cette méthode est jugée acceptable. On gardera présent à l'esprit l'inconvénient décrit ci-dessus. Une autre solution consiste à effectuer des études de récupération sur des matériaux de référence, si des matériaux adaptés sont disponibles. À condition que ceux-ci résultent de la caractérisation de matériaux naturels plutôt que de matériaux synthétisés dans lesquels la substance a été introduite, l'étude de récupération devrait représenter de manière assez fidèle l'extraction des portions soumise à analyse.

Récupération – aide-mémoire			
Analyse	Répétitions	Calculs à effectuer à partir des données	Observations
Blancs de matrice ou échantillons non fortifiés et fortifiés avec la substance à analyser à diverses concentrations	6	Déterminer la récupération de la substance à analyser aux diverses concentrations. Récupération (en %) = $(C1-C2)/C3 \times 100$ où C1 = concentration déterminée dans l'échantillon fortifié C2 = concentration déterminée dans l'échantillon non fortifié C3 = concentration de la fortification	Les échantillons fortifiés doivent être comparés avec le même échantillon non fortifié pour évaluer la récupération nette de la fortification. La récupération dans des échantillons fortifiés ou des blancs de matrice sera en général plus élevée que dans les échantillons réels, où la substance est plus étroitement liée.
Matériaux de référence certifiés		Déterminer la récupération de la substance à analyser par rapport à la valeur certifiée	Selon la façon dont les matériaux de référence certifiés ont été produits et caractérisés, il peut être possible d'obtenir une récupération supérieure à 100 pour cent.

SÉLECTIVITÉ

Définition

La sélectivité est la mesure dans laquelle une méthode peut déterminer la présence d'une ou plusieurs substances dans des mélanges ou matrices sans interférences avec d'autres éléments.

La sélectivité est le terme recommandé en chimie analytique pour exprimer la mesure dans laquelle une méthode donnée peut déterminer la présence d'une ou plusieurs substances en présence d'interférences provenant d'autres éléments. La sélectivité peut être graduée. L'utilisation du mot spécificité pour désigner le même concept doit être évitée car elle prête à confusion.

Estimation

La sélectivité ou la spécificité évalue la fiabilité des mesures en présence d'interférences. La sélectivité d'une méthode est en général déterminée en étudiant sa capacité à mesurer la substance visée dans des portions d'essai dans lesquelles des interférences spécifiques ont été délibérément introduites (celles considérées comme susceptibles d'être présentes dans les échantillons). Lorsqu'on n'est pas certain que des interférences soient déjà présentes dans la substance, la sélectivité de la méthode peut être déterminée en étudiant son aptitude à mesurer la substance par rapport à d'autres méthodes ou techniques indépendantes.

Confirmation de l'identité et de la sélectivité/spécificité – aide-mémoire			
Analyse	Répétitions	Calcul	Observations
Analyser des échantillons et des matériaux de référence par la méthode en question ou d'autres méthodes indépendantes.	1	Utiliser les résultats obtenus grâce aux techniques de confirmation pour évaluer l'aptitude de la méthode à confirmer l'identité de la substance et son aptitude à mesurer la substance indépendamment des interférences.	Décider de la quantité de preuves à l'appui raisonnablement nécessaire pour assurer une fiabilité suffisante.
Analyser des échantillons contenant diverses interférences soupçonnées en présence des substances visées.	1	Examiner l'effet des interférences – la présence de l'interférence renforce-t-elle, ou au contraire empêche-t-elle, la détection ou la quantification des substances à mesurer.	Si la détection ou la quantification est entravée par des interférences, il faudra améliorer la méthode.

SENSIBILITÉ

Définition

Modification de la réaction divisée par le changement correspondant dans la concentration d'une courbe d'étalonnage, autrement dit la pente, s_i de la courbe d'étalonnage.

Note:

Ce terme est aussi utilisé pour plusieurs autres applications analytiques, souvent à propos de la capacité de détection, de la concentration donnant une absorption de 1 pour cent dans la spectroscopie de l'absorption atomique ou du ratio de positifs obtenus par rapport aux vrais positifs connus dans les tests immunologiques et microbiologiques. Ces applications à la chimie analytique sont déconseillées.

Notes: [IUPAC-1987]

1. Une méthode est dite sensible si une faible variation de la concentration, c , ou de la quantité, q , provoque une variation importante de la mesure, x , autrement dit quand la dérivée dx/dc ou dx/dq est importante.
2. Bien que le signal s_i puisse varier en fonction de la grandeur c_i ou q_i , la pente, s_i , est en général constante sur un éventail raisonnable de concentrations. S_i peut aussi être fonction de la c ou q d'autres substances présentes dans l'échantillon.

Estimation

Il s'agit effectivement du gradient de la courbe de réponse, autrement dit de la modification de la réponse de l'instrument correspondant à une modification de la concentration de la substance à analyser. Lorsque l'on s'est assuré que la réponse est linéaire par rapport à la concentration, autrement dit sur l'étendue linéaire de la méthode, et que le point d'intersection de la courbe de réponse a été déterminé, la sensibilité est un paramètre utile pour le calcul et l'utilisation de formules de quantification. La sensibilité est parfois utilisée pour indiquer le seuil de détection, mais il s'agit généralement d'un abus.

[**Note:** la plupart des recommandations énoncées dans l'Annexe VII sont extraites de textes publiés, en particulier des documents suivants:

AOAC-I Peer Verified Methods, Policies and procedures, 1993, AOAC International, 2200 Wilson Blvd., Suite 400, Arlington, Virginia 22201-3301, USA.

W. J. Youden; Steiner, E. H. 'Statistical Manual of the AOAC-Association of Official Analytical Chemists', AOAC-I, Washington DC, 1975, p35.

"The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics" Eurachem Guide, 1998, <http://www.eurachem.ul.pt/guides/valid.pdf>.

Nomenclature in evaluation of analytical methods, including detection and quantification capabilities (IUPAC Recommendations 1995). *Pure & Appl. Chem.*, 1995, **67**, 1699-1723.

Detection in Analytical Chemistry – Importance, Theory and Practice. L. A. Curries, ACS Symposium Series 361, American Chemical Society, Washington DC 1988. Various chapters are recommended, particularly Ch4 (Kirchmer, C. J.) and Ch 16 (Kurtz, D. A. *et al.*)

Analytical Methods Committee, "Recommendation for the Definition, Estimation and Use of the Detection Limit", *The Analyst*, 1987, **112**, 199-204.

"Evaluation of Analytical Methods used for Regulation of Foods and Drugs", W. Horwitz, *Anal. Chem.* 1982, 54 (1), 67A - 76A.

M. Thompson, *Analyst*, 2000, 125, 385-386.]