



PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES

COMITÉ DU CODEX SUR LES MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE

Quarante et unième session

En ligne, 17 – 21 mai 2021

DOCUMENT DE TRAVAIL SUR LES CRITÈRES POUR SÉLECTIONNER DES MÉTHODES DE TYPE II PARMI PLUSIEURS MÉTHODES DE TYPE III

Rédigé par la Suisse

Contexte

1. Considérant l'inclusion des méthodes d'analyse du Codex dans la norme CXS 234-1999, il est nécessaire de mieux préciser les critères pour sélectionner des méthodes de type II (méthodes de référence) appropriées parmi plusieurs méthodes de type III (méthodes de remplacement approuvées).
2. A la quarantième session du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (2019), la Suisse s'est engagée à élaborer un document de travail sur les critères pour sélectionner des méthodes de type II parmi plusieurs méthodes de type III ([REP19/MAS, paragraphe 38](#)) pour le présenter à la session suivante du Comité.
3. Le document de travail initial a été publié en février 2020 (CX/MAS 20/41/10), dans lequel la Suisse a proposé plusieurs règles pour faciliter la sélection d'une méthode de type II lorsqu'il existe plusieurs méthodes de type III.
4. En raison de la pandémie COVID-19, et compte tenu du temps supplémentaire dont disposait le Comité, des observations ont été demandées par moyen d'une lettre circulaire (CL2020/31/OCS-MAS) afin de faciliter le développement plus approfondi du document de travail. Des observations ont été reçues du Canada, du Japon, de la Thaïlande et de l'USP et compilées dans le document CX/MAS 20/41/10 Add.1.
5. Les règles révisées (Appendice I) tiennent compte de ces observations ainsi que des observations reçues par l'Union européenne et le Chili.

Résumé des principaux changements

6. À l'exception du titre, le terme «critères» a été remplacé par «règle» pour éviter toute confusion avec les critères de performance des méthodes.
7. Du texte a été ajouté (note de bas de page No. 1) reconnaissant que le processus décisionnel ne tenait pas compte à l'origine des préférences régionales ou de l'utilisation régulière de ces méthodes dans le commerce international. Certaines règles ont été reformulées et leur ordre a été modifié en fonction des observations et des précisions.
8. Une condition préalable supplémentaire a été ajoutée concernant l'utilisation des informations techniques pour soumettre le document-modèle.
9. La démarche-critères a été mentionnée pour préciser qu'elle n'est pas applicable dans tous les cas (par exemple, règlement des différends commerciaux internationaux).
10. Les notes de bas de page nr. 3 et 4 (y compris un exemple) ont été incluses pour apporter des précisions.
11. Le tableau 1 a été mis à jour conformément aux règles réorganisées et aux arguments du groupe de travail électronique sur les graisses et les huiles.

Validation des règles

12. Pour tester les règles de sélection proposées, les variantes produit - disposition spécifiques, avec plusieurs méthodes de type III figurant dans la norme CXS-234 ont été utilisées (voir Appendice II)

13. Les règles ont également été testées par le groupe de travail électronique sur l'examen de l'ensemble exploitable pour les graisses et les huiles et leur analyse a été présentée dans le document CX/MAS 21/41/4 (voir l'Appendice III).

Conclusion

14. À partir des exemples du sodium et du potassium dans les préparations pour nourrissons et du cuivre dans les produits à base de matières grasses laitières (Appendice II), et l'analyse du groupe de travail électronique sur l'examen de l'ensemble exploitable pour les graisses et les huiles (Appendice III), les règles proposées conviennent pour la sélection de la méthode de type II appropriée lorsqu'il existe plusieurs méthodes de type III, et elles peuvent donc aider le CCMAS dans le processus d'examen et de confirmation des méthodes en vue de leur inclusion dans la norme CXS234.

Recommandations

15. Le Comité est invité à examiner les règles proposées telles que présentées dans l'Appendice I en vue de leur inclusion dans le document d'information : [Orientations détaillées sur le processus de soumission, d'examen et de confirmation des méthodes à inclure dans la norme CXS234.](#)

Appendice I**Règles pour sélectionner des méthodes de type II parmi plusieurs méthodes de type III****Introduction**

Il n'est pas rare que plusieurs méthodes d'analyse soient proposées pour une seule variante de produit – disposition. Cependant, ce n'est qu'une seule d'entre elles qui peut être désignée comme méthode de référence (méthode de type II). Les paragraphes suivants donnent des indications sur la sélection d'une méthode de type II parmi plusieurs méthodes de type III.

Méthodes d'analyse du Codex

Conformément au Manuel de procédure, les méthodes d'analyse du Codex sont principalement conçues comme des méthodes internationales pour la vérification des dispositions des normes du Codex. Elles devraient être utilisées comme référence, dans le cadre de l'étalonnage des méthodes utilisées ou introduites aux fins d'essais et de contrôles de routine.

La finalité des méthodes de référence (Type II)

Définition conformément au Manuel de procédure : Une méthode de type II est celle que l'on désigne comme méthode de référence, lorsque les méthodes de type I ne sont pas applicables. On devrait la choisir parmi les méthodes de type III (définies ci-après). On devrait recommander son emploi dans les cas de litige et aux fins d'étalonnage.

La finalité des méthodes de remplacement approuvées (Type III)

Conformément à la description dans le Manuel de procédure les méthodes de type III sont celles qui répondent à tous les critères définis pour les méthodes par le Comité sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage et qui peuvent être utilisées aux fins de contrôle, d'inspection ou de réglementation.

Dans le cas où il existent plusieurs méthodes d'analyse pour une seule variante de produit – disposition, on s'attend à ce que ces méthodes, bien qu'elles puissent utiliser des approches différentes, aboutissent à des décisions équivalentes (conformes contre non conformes).

La situation actuelle

Actuellement, on ne dispose que des orientations générales (comme dans le Manuel de procédure) pour la classification des méthodes d'analyse en tant que type II ou type III. Pour cette raison nous proposons d'utiliser les règles suivantes¹:

Conditions préalables à l'inclusion des méthodes chimiques ou physiques de type III dans les normes Codex

- i. La méthode est validée conformément à un protocole reconnu au niveau international, et aux données de validation publiées
- ii. La méthode doit répondre aux critères généraux de performance de la méthode figurant dans le Manuel de procédure
- iii. La méthode est facilement accessible, par exemple sur les sites Internet des organisations de normalisation.
- iv. Les Comités (de produits) du Codex, les délégations nationales ou les ONG soumettant des méthodes d'analyse au CCMAS pour examen doivent fournir des informations techniques en utilisant le document-modèle MAS/40 CRD 28 (voir le document CRD05 de la quarantième session du CCMAS) http://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/sh-proxy/en/?lnk=1&url=https%253A%252F%252Fworkspace.fao.org%252Fsites%252Fcodex%252FMeetings%252FCX-715-40%252FCRD%252Fmas40_CRD05x.pdf
- v. La validation couvre la plage analytique de la disposition (par exemple LMR).

Considérations supplémentaires dans les cas où les résultats de plusieurs méthodes de type III pour la même combinaison produit-disposition sont comparés et où la démarche-critères ne constitue pas une option:

- i. Toutes les méthodes doivent mesurer le même analyte (entité chimique spécifique à déterminer), en particulier quand les méthodes contiennent des étapes d'analyse ou de préparation d'échantillons

¹ Dans certaines situations, le CCMAS peut décider de ne pas appliquer ces règles de sélection, par ex. pour des raisons éthiques, économiques ou de sécurité. Une telle décision doit être dûment justifiée.

différentes (par exemple, la vitamine B6 avec ou sans digestion enzymatique). Si disponible, l'hypothèse peut être confirmée par une étude d'équivalence.

- ii. Les méthodes sont de préférence validées sur les mêmes matrices. En l'absence de méthodes couvrant le produit de la disposition, une méthode appropriée potentielle validée sur des matrices de composition similaire (en termes de teneur en matières grasses, protéines et glucides) peut être envisagée.
- iii. Vérifier la disponibilité des résultats des essais d'aptitude² afin de détecter les différences systématiques entre les méthodes.

Règles de décision pour la sélection de la meilleure méthode (= Type II) parmi plusieurs méthodes de Type III³

- i. La méthode de préférence devrait être celle explicitement validée pour le produit en question: par ex. si on a besoin d'une méthode pour le cuivre dans les préparations pour nourrissons, une méthode spécifiquement validée pour ces produits serait préférable par rapport à une méthode validée pour le lait en poudre.
- ii. La méthode validée pour le plus grand éventail⁴ de matrices serait privilégiée. Par exemple une méthode validée pour les préparations pour nourrissons à base de lait et de protéines de soja devrait être préférée à une méthode validée uniquement pour les préparations pour nourrissons à base de lait.
- iii. La méthode avec la meilleure sélectivité sera préférée.
- iv. La méthode avec les meilleures données de précision (si cette différence de précision est pertinente pour la question posée) sera préférée.
- v. La méthode préférée sera celle, dont la validation contenait un matériau de référence certifié, de préférence en provenance d'une matrice similaire à celle utilisée dans le domaine d'application de la méthode.

² par exemple NIST <https://nvlpubs.nist.gov/nistpubs/ir/2019/NIST.IR.8266.pdf>

³ Les règles de décision doivent être prises en compte dans l'ordre présenté.

⁴ Le plus grand éventail signifie différents types de la même matrice. Par exemple les préparations pour nourrissons comprennent celles à base de lait, à base de soja, à base de protéines hydrolysées.

Appendice II**Validation des règles de décision proposées**

Pour tester les règles de sélection proposés, les variantes produit - disposition suivantes, avec plusieurs méthodes de type III figurant dans la norme CXS-234 ont été utilisées :

- Cuivre (Cu) dans les produits à base de matières grasses laitières (1 méthode de type II, 2 de type III et 1 de type IV)
- Sodium et potassium dans les préparations pour nourrissons (1 méthode de type II et 3 de type III)

1 Tableau 1: Règles de sélection pour les méthodes de type III /II

| | | | | Type III | | | | | | | Type II | | | | |
|---|------------------|-------------|------------------------|-------------------------------|--|---|---|--------------------------------|---|--|--|---|-----------------------|---------------------------------|---|
| | | | | méthode facilement accessible | validée selon un protocole reconnu au niveau international | mesurant les mêmes analytes car toutes les autres méthodes sont comparées | validation couvrant la plage analytique de la disposition | validée sur les mêmes matrices | marquer les méthodes avec des étapes analytiques similaires | résultats d'essais d'aptitude sont disponibles | validée pour le produit | validée pour un éventail de matrices plus large | meilleure sélectivité | meilleures données de précision | matériau de référence certifié, préf. inclus portée similaire pour la matrice |
| sodium / potassium dans les préparations pour nourrissons | AOAC 2015.06 | ICPMS | Type II | oui | oui | oui | oui | oui | | ? | oui | oui | | oui | oui |
| | AOAC 2011.14 | ICPOES | Type III | oui | oui | oui | oui | oui | | ? | oui | oui | | | oui |
| | ISO 8070 IDF 119 | FAAS | Type III a été Type II | oui | oui | oui | oui | non | option incinération sèche | ? | non, que pour les produits laitiers | oui | | | oui, lait en poudre |
| | AOAC 986.24 | ICPOES | a été Type III | oui | oui | oui | oui | non | sans normalisation interne | ? | | oui | | | ? |
| cuivre dans les produits à base de matières grasses laitières | AOAC 2015.06 | ICPMS | Type II | oui | oui | oui | oui | oui | | ? | oui, beurre | oui | x | | oui, préparations pour nourrissons |
| | ISO 5738 IDF 76 | photométrie | Type III | oui | oui | oui | oui | non | | ? | oui, beurre, matière grasse butyrique | oui | | oui | non |
| | AOAC 2011.14 | ICPOES | candidat pour Type III | oui | oui | oui | non | oui | | ? | oui, beurre | oui | | | oui, préparations pour nourrissons |
| | AOAC 960.40 | photométrie | Type IV | oui | ? | ? | non | non | | | ? portée non précisée pour beurre ou matière grasse laitière | | | | ? |

Aspects à prendre en considération dans la sélection d'une méthode de type II pour le sodium/potassium dans les préparations pour nourrissons :

- L'AOAC 986.24 ne peut pas être considéré comme de type II en raison des différences dans les étapes analytiques par rapport à d'autres méthodes de type III, ce qui peut avoir des incidences sur les résultats. De plus, cette méthode présente des «problèmes de sécurité» (destruction de l'acide perchlorique). La méthode a été révoquée à juste titre par l'organisation de normalisation et retirée de la norme CXS-234.
- ISO 8070 | IDF 119 contient l'option d'utiliser l'incinération sèche dans la préparation de l'échantillon, ce qui est inapproprié pour la détermination du sodium. En plus, la méthode n'est pas validée pour les préparations destinées aux nourrissons. En conclusion, cette méthode présente plusieurs inconvénients par rapport aux 2 autres méthodes candidates de type II : AOAC 2011.14 et AOAC 2015.06.
- En comparant les méthodes AOAC 2015.06 et AOAC 2011.14, qui sont toutes les deux validées sur les mêmes échantillons, l'AOAC 2015.06 a de meilleures données de précision et devrait donc avoir la préférence pour être approuvée en tant que méthode de type II. (MAS40/CRD05 pour les données de précision)

Aspects à prendre en considération dans la sélection d'une méthode de type II pour le cuivre dans les produits à base de matières grasses laitières :

- La validation de la méthode AOAC 2011.14 ne couvre pas la plage de la disposition et par conséquent elle ne peut pas être considérée comme une méthode de type III. (MAS40/CRD06 pour les données de précision)
- Bien que la méthode ISO 5738 | IDF 76 basé sur la photométrie semble avoir de meilleures données de précision, la méthode AOAC 2015.06 basé sur ICP-MS a une meilleure sélectivité et devrait donc être préférée comme méthode de type II.

Conclusions

À partir des exemples du sodium et du potassium dans les préparations pour nourrissons et du cuivre dans les produits à base de matières grasses laitières, les règles proposées conviennent pour la sélection de la méthode de type II appropriée lorsqu'il existe plusieurs méthodes de type III, et elles peuvent donc aider le CCMAS dans le processus d'examen et de confirmation des méthodes à inclure dans la norme CXS234.

APPENDICE III**Aspects à prendre en considération par le groupe de travail électronique sur les graisses et les huiles lors de l'application des règles proposées dans le choix d'une méthode de type II pour la composition en acides gras des huiles de poisson**

Le groupe de travail électronique sur les graisses et les huiles a appliqué les règles sur 6 (combinaisons de) méthodes pour déterminer la composition en acides gras dans l'huile de poisson. Comme résumé dans le Tableau 2, les membres sont parvenus à la même conclusion pour 5 (combinaisons de) méthodes, alors qu'aucun consensus n'a été trouvé pour AOCS Ce 2-66 et AOCS Ce 1a-13 (les arguments des évaluateurs sont disponibles [ici](#)). Cependant, d'après les observations du groupe de travail électronique, il a été entendu que l'AOCS Ce 2-66 et l'AOCS Ce 1a-13 ne sont pas une méthode mais plutôt une orientation sans données de validation et elles devraient être supprimées de la norme CXS 234 (comme suggéré par 2 évaluateurs).

| Tableau 2 : Choix du type de méthode du groupe de travail électronique sur les graisses et huiles | Type |
|--|-------------------------------------|
| Méthode | |
| AOCS Ce 2-66 et AOCS Ce 1a-13 | Pas de consensus (III/IV/Supprimer) |
| AOCS Ce 1b 89 | III |
| AOCS Ce 2b-11 et AOCS Ce 1i-07 | III |
| AOCS Ce 2b-11 et AOCS Ce 1j-07 | III |
| ISO 12966-2 et ISO 12966-4 | III |
| AOCS Ce 2-66 et AOCS Ce 1i-07 | II |