

COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS



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



Organisation
mondiale de la Santé

F

Viale delle Terme di Caracalla, 00153 Rome, Italie - Tél: (+39) 06 57051 - Courrier électronique: codex@fao.org - www.codexalimentarius.org
Point 6 de l'ordre du jour CX/MAS 20/41/8 Add.1

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

AVANT-PROJET DE DOCUMENT D'INFORMATION SUR LES PROCÉDURES À SUIVRE POUR L'ESTIMATION DE L'INCERTITUDE DE MESURE

Observations en réponse à la lettre circulaire CL 2020/31-MAS

Observations du Honduras, du Japon, de la Norvège, de la Thaïlande

NOTE: La quarante et unième session du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (CCMAS) a été reportée au 17-21 mai 2021. Afin d'assurer la continuité des travaux, la lettre circulaire CL 2020/31/OCS a été publiée pour demander des observations. Pour les informations de base voir la lettre circulaire susmentionnée. Les observations compilées dans ce document seront mises à la disposition de l'Allemagne pour un examen plus approfondi et la préparation d'une version révisée du document d'information pour examen par la quarante et unième session du CCMAS.

Contexte

1. Ce document compile les observations reçues par le biais du Système de mise en ligne des observations du Codex (système OCS) en réponse à la lettre circulaire CL 2020/31-MAS publiée en mai 2020. Dans le système OCS les observations sont compilées dans l'ordre suivant : les observations de caractère général se trouvent en tête de liste, suivies par les observations concernant les sections spécifiques.

Notes explicatives sur l'appendice

2. Les observations soumises par le biais du système OCS se trouvent ci-jointes dans l'**Annexe I**, présentée sous forme de tableau.

OBSERVATIONS DE CARACTÈRE GÉNÉRAL**Thaïlande**

En ce qui concerne les sections de ce document d'information, la Thaïlande propose leur réorganisation pour assurer la continuité et un regroupement du texte pour obtenir plus de clarté. Par exemple, la Section 2 Approche descendante contre approche ascendante devrait être modifiée en Section 2 Approches et c'est sous cette section qu'il faudra séparer le texte en 2 sous-sections, à savoir 2.1 Approche descendante et 2.2 Approche ascendante. De plus, à notre avis, la section 6 Méthodes empiriques contre méthodes rationnelles devrait venir juste après la Section 1 Introduction, suivi par la section sur les approches et ainsi de suite.

Japon

En 2018 le CCMAS a précisé que le but de ce document d'information était de renforcer les directives CXG 54 en incluant des exemples concrets renvoyant aux normes internationales correspondantes (REP18/MAS, Appendice IV). Dans cet esprit, le Japon est favorable à l'inclusion de quelques exemples de procédures pour déterminer l'incertitude de mesure et à fournir aux utilisateurs des références sur des sujets de caractère général.

Le Japon, cependant, s'inquiète de l'inclusion d'explications sur l'incertitude de l'échantillonnage dans le document d'information, car les directives CXG 54 révisées ainsi que suggéré ne traite que de l'incertitude de mesure de l'analyse. En 2018 le CCMAS est convenu que l'incertitude de mesure devrait se référer uniquement aux échantillons de laboratoire et non au lot (le document CXG 54-2004 ne concerne pas l'incertitude qui découle de l'échantillonnage), REP18/MAS, Appendice IV.

Comme convenu par le CCMAS et indiqué au paragraphe 57 du rapport REP18/MAS, l'incertitude de mesure aux fins des directives CXG 54 révisées se réfère uniquement aux échantillons de laboratoire, c'est-à-dire elle ne concerne que l'incertitude de mesure des résultats obtenus pour des échantillons de laboratoire, y compris les sous-échantillons. Bien que l'incertitude de mesure relative à l'échantillonnage soit censée être couverte par la révision en cours des directives générales CXG 50, les directives existantes sur l'échantillonnage (CXG 50) ne contiennent pas l'incertitude de l'échantillonnage elle-même. Dans le Codex il n'y a eu ni définition convenue ni explication convenue sur l'incertitude de l'échantillonnage. Par souci de cohérence dans toutes les directives Codex, le CCMAS devrait déconseiller l'inclusion de l'échantillonnage ou de l'incertitude de l'échantillonnage en attendant d'une définition claire de l'incertitude de l'échantillonnage. S'il s'avèrerait nécessaire, ce document d'information pourrait être mis à jour après l'achèvement de la révision des directives CXG 50.

Compte tenu des objectifs du Codex, les directives devraient être utilisées par les pays exportateurs / importateurs. Le CCMAS doit garder à l'esprit que les gouvernements importateurs, ou même les gouvernements exportateurs, ne peuvent généralement pas connaître l'erreur d'échantillonnage du lot à contrôler (ou l'incertitude de l'échantillonnage) avant le contrôle, et l'erreur d'échantillonnage d'un lot (ou l'incertitude de l'échantillonnage) n'est connue qu'après la conclusion des essais pour les échantillons à contrôler.

Pour les raisons ci-dessus et compte tenu d'autres facteurs tels que le coût économique, etc., le CCMAS ne devrait pas recommander de demander une indication sur l'incertitude de l'échantillonnage. L'incertitude de l'échantillonnage ne peut et ne doit être prise en compte que lorsque le CCMAS ou les comités de produits élaborent un nouveau plan d'échantillonnage. Nous devons également considérer la taille pratique de l'échantillon à contrôler du point de vue des ressources humaines, du temps nécessaire, des coûts économiques, etc. Nous ne devrions pas lier l'incertitude de l'échantillonnage à l'incertitude de mesure de l'analyse associée aux résultats des essais dans les directives CXG 54 même si l'incertitude de

l'échantillonnage est scientifique ou théorique. Si besoin, l'incertitude de l'échantillonnage peut être prise en compte dans la révision des directives CXG 50.	
OBSERVATIONS SPÉCIFIQUES	
1. Introduction	
<p>Ce document propose des orientations concernant les sources d'incertitude qui proviennent du laboratoire lui-même, c'est-à-dire en rapport avec les procédures et les conditions commençant par l'échantillon de laboratoire et se terminant par le résultat de la mesure. On n'abordera pas, notamment, la question de l'incertitude de l'échantillonnage et la question de savoir dans quelle mesure les échantillons de laboratoire sont représentatifs du contenu du récipient. Ces questions sont traitées dans les directives CXG 54 — 2004 [12].</p>	<p>Japon La dernière phrase doit être supprimée car l'incertitude de l'échantillonnage est extérieure au champ d'application des directives CXG 54. Ce document doit rester dans le cadre du champ d'application des directives CXG 54. Nous devons garder à l'esprit que les directives CXG 50 sont toujours en cours de révision. Il est donc prématuré de se référer aux directives CXG 50 inachevées.</p>
<p>En conséquence, le présent document se propose de fournir des informations de références et de préciser les notions de base qui sont essentielles à une évaluation et une interprétation correctes de l'incertitude de mesure. Tout d'abord, les approches descendantes et ascendantes sont décrites et comparées entre elles. Ensuite, le modèle de base pour l'approche descendante est présenté. Ceci représente un cadre pratique dans lequel on peut élucider certains aspects conceptuels de base de l'incertitude de mesure. Au cours de cette analyse, il deviendra de plus en plus clair à quel point il est important de comprendre ce qui est impliqué dans la spécification du mesurande et les clarifications qui s'imposent seront indiquées. Le rapport entre les approches descendante et ascendante sera précisé davantage sur la base d'une classification plus générale des sources de l'incertitude. La question de l'incertitude statistique dans l'estimation des paramètres de dispersion - tels que les valeurs d'écart type - sera traitée; et l'effet du nombre d'observations sur cette incertitude statistique sera examiné. Des conceptions spécifiques seront ensuite proposées pour l'évaluation des différentes composantes de l'approche descendante, y compris des conceptions pour l'évaluation du sous-échantillonnage et des effets de matrice. Finalement, des exemples illustreront quel est l'impact de l'incertitude de mesure <u>sur l'élaboration des</u> plans d'échantillonnage.</p>	<p>Japon Le Japon propose de modifier la dernière phrase en ajoutant l'expression «sur l'élaboration des» avant «plans d'échantillonnage». La phrase se lira comme suit: « Finalement, des exemples illustreront quel est l'impact de l'incertitude de mesure sur l'élaboration des plans d'échantillonnage. Concernant cette dernière phrase, nous considérons que «l'incertitude de mesure» signifie ici «l'incertitude de mesure de l'analyse» car le corps du texte des directives CXG 54 ne comprend que l'incertitude de mesure de l'analyse. Lors de l'élaboration de méthodes d'analyse l'incertitude de mesure de l'analyse doit être quantifiée et réduite au minimum. L'erreur d'échantillonnage doit également être quantifiée à l'aide des résultats de l'analyse des échantillons conçus lors de l'élaboration du plan d'échantillonnage pour estimer l'erreur d'échantillonnage. L'erreur d'échantillonnage peut être réduit au minimum en développant un plan d'échantillonnage approprié et en appliquant une procédure d'échantillonnage appropriée, mais une fois le plan d'échantillonnage établi, il ne doit pas être révisé / influencé par l'incertitude de mesure.</p>
2. Approche descendante contre approche ascendante	
<p>Par 3:</p>	<p>Norvège Les documents EURACHEM/CITAC Guide CG4 et ISO 21748 sont repris du document principal, mais pas le Nordtest TR 537 ni la procédure NMKL No.5. Nous suggérons d'inclure également Nordtest et NMKL dans le document d'information comme</p>

	<p>références pour l'estimation descendante de l'incertitude de mesure et de reformuler la phrase «Une autre approche - décrite par ex. dans EURACHEM/CITAC Guide CG4 [2], Nordtest TR 537 [NN], NMKL Procédure No.5 [NN] et ISO 21748 [3] – propose d'utiliser les données de validation de la méthode à disposition. Les NN et la numérotation des références doivent être mises à jour pour que la numérotation des références soit appropriée.</p>
3. Modèle de base pour l'approche descendante	
	<p>Japon Pour la facilité d'utilisation, le Japon propose d'insérer, dans la dernière partie de cette section, le tableau figurant à la page 5, section «7 Valeurs des estimations de l'incertitude de mesure» dans les notes explicatives des directives CXG 54 actuelles, qui montre la relation entre les concentrations nominales et les valeurs typiques de l'incertitude de mesure élargie. Ce tableau est utile aux utilisateurs pour comprendre la relation entre les concentrations nominales et les valeurs typiques de l'incertitude de mesure.</p>
4. Spécification du mesurande	
	<p>Japon Le Japon propose de modifier les 4e et 5e paragraphes en tenant compte des points suivants:</p> <ol style="list-style-type: none"> 1) L'incertitude de l'échantillonnage doit être supprimée dans ce document d'information car l'incertitude de l'échantillonnage est extérieure au champ d'application des directives CXG 54 révisées. Dans le Codex il n'y a eu de définition convenue sur « l'incertitude de l'échantillonnage ». 2) Selon JCGM:100 2008: « L'objectif d'un mesurage consiste à déterminer la valeur du mesurande, c'est-à-dire la valeur de la grandeur particulière à mesurer. En conséquence, un mesurage commence par une définition appropriée du mesurande, de la méthode de mesure et de la procédure de mesure. » Selon ce concept de base, le terme «mesurage» n'inclut pas l'échantillonnage et l'incertitude de mesure n'inclut pas l'incertitude de l'échantillonnage. Par souci de cohérence dans toutes les directives Codex, le CCMAS devrait déconseiller l'inclusion de

	<p>l'incertitude de l'échantillonnage en attente d'une définition claire de l'incertitude de l'échantillonnage dans le Codex.</p> <p>La deuxième phrase du 4e paragraphe devrait être supprimée. La première phrase du 5e paragraphe devrait se lire comme suit: D'une manière plus générale, même si l'incertitude de mesure est toujours déterminée sur la base de l'échantillon de laboratoire, il est néanmoins important d'inclure toutes les informations disponibles sur l'échantillon de laboratoire dans l'évaluation de l'incertitude de mesure, par ex.</p>
<p>En particulier, la spécification du mesurande devrait inclure des informations pour savoir est-ce que la concentration de l'analyte doit être mesurée dans un échantillon de laboratoire ou un « échantillon plus grand » ou un lot de produits dans un récipient. Ce n'est que dans ce dernier cas que l'incertitude de l'échantillonnage est pertinente (voir Section 7 pour un aperçu des différentes sources de l'incertitude).—De même, dans le cas où les résultats de mesure de plusieurs échantillons de laboratoire sont utilisés pour évaluer la conformité des produits en vrac d'un conteneur, c'est l'incertitude de mesure de la valeur moyenne entre les résultats correspondant aux échantillons de laboratoire individuels qui sera pertinente. Voir section 7 pour un aperçu des différentes sources d'incertitude). De même, dans le cas où les résultats de mesure de plusieurs échantillons de laboratoire sont utilisés pour évaluer la conformité des produits en vrac d'un conteneur, c'est l'incertitude de mesure de la valeur moyenne entre les résultats correspondant aux échantillons de laboratoire individuels qui sera pertinente.</p>	<p>Japon</p>
<p>D'une manière plus générale <u>D'une manière générale</u>, même si l'incertitude de mesure est toujours déterminée sur la base <u>du résultat de l'analyse</u> de l'échantillon de laboratoire, il est néanmoins important d'inclure toutes les informations disponibles sur l'échantillon de laboratoire dans l'évaluation de l'incertitude de mesure, par ex.</p>	<p>Japon</p>
<p>5. Le rapport entre le mesurande et les données de validation</p>	
<p>Les conditions dans lesquelles les données de validation <u>de la méthode d'analyse</u> peuvent être utilisées pour étayer une estimation de l'incertitude de mesure peuvent être énoncées comme suit:</p>	<p>Honduras</p>
<p>6. Méthodes empiriques contre méthodes rationnelles</p>	
	<p>Thaïlande</p> <p>Cette section décrit que, dans le système du Codex, les méthodes empiriques comprennent les méthodes de type I, pendant que les méthodes rationnelles incluent les méthodes de type II à IV.</p>

	<p>Cependant, à notre avis, certaines méthodes empiriques pourraient être confirmées en tant que de type IV, car leurs données de validation ne sont pas encore complètes pour être confirmées en tant que méthodes de type I.</p> <p>Nous aimerions donc suggérer ce qui suit:</p> <ul style="list-style-type: none"> - « une méthode empirique (méthode de type I dans le système du Codex) » devrait être modifiée en « méthode empirique (méthodes de type I et certaines des méthodes de type IV qui sont des méthodes empiriques dans le système CODEX) » - Cette section devrait fournir plus d'explications et de recommandations pour l'évaluation de l'incertitude de mesure pour les méthodes de type IV qui sont des méthodes empiriques.
<ul style="list-style-type: none"> • une méthode empirique (méthode de type I dans le système du Codex) 	<p>Norvège</p> <p>Dans le Codex les méthodes empiriques peuvent être de type I ou de type IV. Nous suggérons de reformuler la puce pour lire « une méthode empirique (méthodes de type I ou de type IV dans le système du CODEX) »</p>
7. Sources d'incertitude dans les approches descendantes et ascendantes	
<p>1 Sources d'incertitude dans les approches descendantes et ascendantes</p>	<p>Japon</p> <p>L'incertitude de l'échantillonnage, c'est à dire le quatrième paragraphe sous cette section, doit être supprimée dans ce document d'information car l'incertitude de l'échantillonnage est extérieure au champ d'application des directives CXG 54. Dans le Codex il n'y a eu de définition convenue sur l'incertitude de l'échantillonnage.</p> <p>Par souci de cohérence dans toutes les directives Codex, le CCMAS devrait déconseiller l'inclusion de l'incertitude de l'échantillonnage en attente d'une définition claire de l'incertitude de l'échantillonnage dans le Codex.</p> <p>En ce qui concerne la description de l'échantillonnage comme source d'incertitude par rapport à la norme ISO/CEI 17025, elle devrait être supprimée car la principale source de l'incertitude de l'échantillonnage dans la norme ISO/CEI 17025 est la procédure d'échantillonnage plutôt que le plan d'échantillonnage.</p>

Échantillonnage (La question de l'incertitude de l'échantillonnage n'est pas traitée dans le présent document. Voir les directives_CXG 50-2004 [12]).	Japon
Échantillonnage	Japon
Source d'incertitude	
Échantillonnage	
Quand le mesurande est défini par ex. en tant que la concentration de l'analyte dans un récipient ou dans un lot de produits, alors un échantillonnage devient nécessaire, dont la contribution à l'incertitude de mesure doit être évaluée, voir la norme ISO 17025, section 7.6 [9].	Japon
8 Exigences concernant la taille des données	
	<p>Thaïlande</p> <p>Nous avons constaté que la méthode d'estimation d'un écart type décrite dans le projet révisé de révision des directives CXG 54-2004 (point 5 de l'ordre du jour), section: Procédures permettant d'estimer l'incertitude de mesure, par 20, et cette section sont différentes. Le premier explique que l'estimation d'un écart type peut être calculée avec la formule Excel fournie, tandis que le second décrit l'estimation d'un écart type en tableau 3 dans les directives CXG 59 en appliquant le tableau 3 dans les directives CXG 59.</p> <p>Ainsi, dans cette section, une méthode d'estimation d'un écart type plus appropriée doit être utilisée.</p>
	<p>Japon</p> <p>En ce qui concerne les premier et deuxième paragraphes, il est utile d'ajouter une formule ou une fonction Excel pour le calcul de plusieurs facteurs pour la taille de données n car il n'y a pas de formule dans CXG59.</p> <p>Étant donné que ce document est censé être un «document d'information», toutes les recommandations des paragraphes 2 et 3 devraient être modifiées en informations et le paragraphe 6 devrait être supprimé.</p>
Par conséquent, il est recommandé de calculer les écarts types sont calculés sur la base d'un minimum de valeurs (correspondant à 11 degrés de liberté pour l'estimation de l'écart type) <u>et à N = 12</u> , l'intervalle de confiance pour l'écart type est de ...	Japon

En ce qui concerne l'estimation simultanée par ex. de l'écart type entre laboratoires (ou entre matrices) et de l'écart type de répétabilité, cette recommandation signifie que les résultats de mesure d'au moins 12 laboratoires (ou matrices) doivent être rendus disponibles, chacun avec au moins deux répétitions par laboratoire (ou matrice).	Japon
Selon la recommandation il faut assurer un minimum de 11 degrés de liberté pour l'incertitude composée.	Japon
9. Procédures simples pour évaluer les composantes de l'incertitude	
Par 4:	Norvège Les projets de document du comité (CD) ne doivent pas être référencés et, par conséquent, «CD ISO» doit être remplacé par «ISO» avant la publication. Nous suggérons les modifications suivantes « Des procédures plus sophistiquées pour estimer simultanément plusieurs composantes de variation sont présentées dans [11]. Voir aussi CD ISO 5725-3 [18] et DTS 23471[19]. »
9.1 Procédure de caractérisation de la variation interne	
	Japon Au quatrième paragraphe, la recommandation devrait être supprimée car ce document n'est pas une directive.
Comme expliqué à la section 8 il est recommandé qu'au minimum des conditions de mesure internes différentes (par exemple des jours différents) soient représentées dans l'ensemble de données.	Japon
9.2 Procédures de caractérisation des variations entre matrices	
Procédures de caractérisation des variations entre matrices	Japon
Dans cette section, on suppose que l'hétérogénéité entre les échantillons de laboratoire est négligeable et que le mesurande est spécifié en termes d'un certain nombre de matrices, à partir desquelles _matrices sont sélectionnées⁷. La base de la sélection doit être l'utilisation / la portée prévue de la méthode. Comme expliqué à la section 8, il est recommandé qu'au minimum, ... matrices soient incluses.	Japon Au premier paragraphe, la recommandation devrait être supprimée car ce document n'est pas une directive. Ce genre d'étude de variation de matrice stricte n'a pas été pris en compte au CCMAS lors de la confirmation des méthodes d'analyse du Codex. Le Japon propose que cette section soit supprimée:
Une approche simple pour caractériser la variation entre les matrices consiste à enrichir les matrices ... et à obtenir des résultats de mesure en double dans un laboratoire unique pour chaque matrice. De cette manière, la variation entre les matrices (biais spécifique à la matrice) peut être distinguée de la variation à l'intérieur de chaque matrice (erreur de répétabilité). Dans cette procédure, la matrice est modélisée comme un effet aléatoire, et le résultat est un écart type	Japon

caractérisant la variation entre toutes les matrices incluses dans la spécification du mesurande.	
Exemple	
Exemple	Japon
Tableau 5	
Tableau 5	Thaïlande Pour une meilleure compréhension, nous aimerions demander des précisions sur «MV1» et «MV2» dans le tableau 5.
Tableau_5:- Données obtenues d'une expérience pour le calcul du biais de matrice	Japon Supprimez le tableau
En ayant recours à la même procédure de calcul qu'à la section_9.1, les estimations de fidélité suivantes sont obtenues :-	Japon
Tableau 6	
Tableau_6:- Estimations de fidélité pour le calcul du biais de matrice	Japon Supprimez le tableau
Tableau 7	
Tableau 7	Thaïlande Pour une meilleure compréhension, nous aimerions demander des précisions sur «MV1» et «MV2» dans le tableau 7.
Tableau 8	
Procédure 2 : Si des données d'essai d'aptitude sont disponibles et qu'un nombre suffisant de participants (dans un cas idéal, au moins 12) ont utilisé la même méthode - alors ces données peuvent être utilisées pour caractériser la variation entre les laboratoires. Afin d'assurer une évaluation neutre des données et d'éviter les conflits d'intérêts, les données devraient provenir de programmes d'essai d'aptitude gérés par les autorités compétentes.	Japon Le premier acronyme «PT» sous cette section doit être défini comme «essai d'aptitude».
10. L'impact de l'incertitude de mesure sur les plans d'échantillonnage : des exemples	
	Japon Le CCMAS doit garder à l'esprit que les gouvernements importateurs, ou même les gouvernements exportateurs, ne peuvent généralement pas connaître l'erreur de l'échantillonnage du lot à contrôler (ou l'incertitude de l'échantillonnage) avant le contrôle. L'erreur d'échantillonnage d'un lot (ou l'incertitude de l'échantillonnage) n'est connue qu'après la conclusion des essais et des analyses conçus pour estimer l'erreur d'échantillonnage. L'erreur d'échantillonnage peut être réduit au minimum en développant un plan d'échantillonnage approprié et en appliquant

	<p>une procédure d'échantillonnage appropriée, mais une fois le plan d'échantillonnage établi, il ne doit pas être révisé / influencé par l'incertitude de mesure.</p> <p>Bien que cette section se réfère aux normes ISO et fournisse un concept théorique, elle ne peut être appliquée par les fabricants que lot par lot. Les gouvernements importateurs ne peuvent généralement pas appliquer le contrôle lot par lot en utilisant l'écart type du processus car les gouvernements importateurs ne peuvent pas connaître la variabilité des lots de contrôle et la relation entre les différents lots de contrôle.</p>
Exemple	
<p>On doit évaluer la teneur en sodium d'un lot de 500 bouteilles d'eau minérale préemballées. Si l'incertitude de mesure n'est pas prise en compte, pour un niveau de qualité acceptable (NQA) convenu de 2,5% (concentration maximale de 200 mg / L), au niveau de contrôle général II (niveau par défaut) un échantillon de 30 éléments doit être prélevé pour évaluation (ISO 3951-2[14], Annexe A, Tableau A1 et Annexe B, Tableau B1). La fabrication est parfaitement maîtrisée et les cartes de contrôle donnent un écart type du procédé de 2 mg/L L'écart type de l'incertitude de mesure est de 1 mg / L ce qui veut dire qu'il n'est pas négligeable. Avec ... et ... la taille de l'échantillon doit être augmentée à 38.</p>	<p>Honduras</p>