



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



Organisation
mondiale de la Santé

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

Point 8 de l'ordre du jour

CX/MAS 20/41/10

février 2020

PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES

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

Quarante et unième session
Budapest, Hongrie, 11 - 15 mai 2020

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

Rédigé par la Suisse

Résumé

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 (CCMAS), 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. Dans ce document de travail, la Suisse propose d'utiliser plusieurs critères afin de faciliter la sélection d'une méthode de type II, quand il existe plusieurs méthodes de type III.

Recommandations

4. Le Comité est invité à examiner les critères proposés tels que présentés 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 CXS 234](#)

Appendice I**Document de travail sur les critères 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 (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 critères supplémentaires suivants :

Critères d'inclusion pour les méthodes chimiques ou physiques de type III

- i. Une méthode potentielle de type III devrait remplir les critères suivants, en plus des critères généraux de sélection des méthodes d'analyse (cf. Manuel de procédure, p. 76) :
 - La méthode est facilement accessible, par exemple sur les sites Internet des organisations de normalisation.
 - La méthode est validée conformément à un protocole reconnu au niveau international, et les données de validation ont été publiées
- ii. Toutes les méthodes doivent mesurer la même analyte (entité chimique).
- iii. La validation couvre la plage analytique de la disposition (par exemple LMR).
- iv. Les méthodes sont de préférence validées sur les mêmes matrices.
- v. Au cas où les méthodes contiennent des étapes d'analyse différentes (par exemple Vitamine B6 avec ou sans digestion enzymatique), il faut vérifier que ces méthodes mesurent toujours la même disposition.
- vi. Vérifier les résultats des essais d'aptitude afin de détecter les différences systématiques entre les méthodes (par exemple NIST <https://nvlpubs.nist.gov/nistpubs/ir/2019/NIST.IR.8266.pdf>).

Critères de décision pour la sélection de la meilleure méthode (= Type II) parmi plusieurs méthodes de Type III

- 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. Une méthode validée pour le plus grand éventail de matrices serait privilégiée.
- iii. 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.
- iv. La méthode avec la meilleure spécificité sera préférée.
- v. La méthode avec les meilleures données de précision (si cette différence de précision est pertinente pour la question posée) sera préférée.

Considérations supplémentaires pour la sélection des méthodes de type II lorsque plusieurs méthodes de type III remplissent tous les critères énumérés ci-dessus :

- Les méthodes présentant moins de problèmes de sécurité (notamment celles qui n'utilisent pas des solvants ou des réactifs toxiques) seront préférées.
- Les méthodes avec le minimum de préoccupations éthiques seront préférées (par exemple qui renoncent à toute expérimentation animale).

Les méthodes présentant les coûts économiques les plus bas seront privilégiées.

Pour tester les critères 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: Critères de sélection pour les méthodes de type III //I**

				Type III										Type II				
											considérations supplémentaires pour la sélection des méthodes de type II parmi plusieurs méthodes de type III							
				méthode facilement accessible	validée selon un protocole reconnu au niveau international	mesurant les mêmes analytes	validation couvrant la plage analytique de la disposition	validée sur les mêmes matrices	étapes analytiques différentes	résultats différents de l'essai d'apti-tude	problèmes de sécurité	le minimum de préoccupations éthiques	coûts économiques les plus bas	validée pour un produit	validée pour un éventail de matrices plus large	matériau de référence certifié, préf. inclus portée similaire pour la matrice	sélectivité / spécificité améliorée	meilleures données de précision
sodium / potassium dans les préparations pour nourrissons	AOAC 2015.06	ICPMS	Type II	x	x	x	x	oui		?				x	x	x		x
	AOAC 2011.14	ICPOES	Type III	x	x	x	x	oui		?				x	x	x		
	ISO 8070 IDF 119	FAAS	Type III a été Type II	x	x	x	x	non	option incinération sèche	?				non, que produits laitiers	x	oui, lait en poudre		
	AOAC 986.24	ICPOES	a été Type III	x	x	x	?	non	non, sans normalisation interne	?	x					?		
cuivre dans produits à base de matières grasses laitières	AOAC 2015.06	ICPMS	Type II	x	x	x	x	oui		?				oui, beurre	x	oui, préparations pour nourrissons	x	
	ISO 5738 IDF 76	photométrie	Type III	x	x	x	x	non		?				oui, beurre, matière grasse du beurre	x	non		x
	AOAC 2011.14	ICPOES	candidat pour Type III	x	x	x	non	oui	non	?				oui, beurre	x	oui, préparations pour nourrissons		
	AOAC 960.40	photométrie	Type IV	x	?	?	NA	NA						? 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.

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.
- 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 / spécificité et devrait donc être préférée comme méthode de type II.

Conclusion

Les critères suggérés conviennent à la sélection de la méthode de type II appropriée lorsqu'il existe plusieurs méthodes de type III et ils peuvent apporter un soutien au CCMAS dans le processus de l'examen et de l'approbation des méthodes à inclure dans la norme CXS234.