



**PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES  
COMITÉ DU CODEX SUR LES CONTAMINANTS DANS LES ALIMENTS**

Treizième session

Yogyakarta, Indonésie, 29 avril – 3 mai 2019

**QUESTIONS SOUMISES AU COMITÉ PAR LA COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS ET/OU SES  
ORGANES SUBSIDIAIRES**

**A. QUESTIONS ÉMANANT DE LA COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS**

**QUESTIONS SOUMISES À TITRE INFORMATIF**

**Normes et textes apparentés adoptés aux étapes 5/8 (avec omission des étapes 6/7) et 5 de la  
Procédure y compris les modifications corollaires<sup>1</sup>**

1. À sa quarante et unième session (juillet 2018), la Commission a adopté les limites maximales et textes apparentés suivants:
  - Limites maximales pour le plomb dans une sélection de produits; pour le cadmium dans le chocolat contenant ou déclarant de  $\geq 50\%$  à  $< 70\%$  de matière sèche totale de cacao sur base sèche et dans le chocolat contenant ou déclarant  $\geq 70\%$  de matière sèche totale de cacao sur base sèche; et pour le méthylmercure dans le thon, le béryx commun, le marlin et le requin dans la Norme générale pour les contaminants et les toxines présents dans les produits de consommation humaine et animale (NGAA) (CXS 193-1995) – adoptées à l'étape 5/8; et est convenue que le Comité du Codex sur les contaminants dans les aliments (CCCCF) pourrait envisager de réviser la limite maximale pour le thon au bout de trois ans, à la lumière des données supplémentaires;
  - Code d'usages pour la prévention et la réduction de la contamination des aliments par les dioxines, les PCB de type dioxine et autres que ceux de type dioxine dans les aliments de consommation humaine et animale (CXC 62-2006) – adopté à l'étape 5/8;
  - Code d'usages pour la réduction des 3-MCPDE et des GE dans les huiles raffinées et les produits fabriqués avec des huiles raffinées – adopté à l'étape 5;
  - Directives pour l'analyse des risques en cas de contaminants dans les aliments et en l'absence de tout cadre réglementaire ou de gestion des risques – adopté à l'étape 5;
  - Amendement de la note sur l'arsenic inorganique dans le riz dans la NGAA – adopté.

**Révocation de normes et textes apparentés<sup>2</sup>**

2. À sa quarante et unième session, la Commission a révoqué les limites maximales pour le plomb dans une sélection de produits et les teneurs indicatives pour le méthylmercure dans les poissons prédateurs et non prédateurs dans la NGAA en vue de l'adoption des limites maximales à l'étape 5/8 (se référer au paragraphe 1).

**Interruption de travaux<sup>3</sup>**

3. À sa quarante et unième session, la Commission est convenue d'interrompre l'établissement de limites maximales pour le cadmium dans les mélanges secs de cacao et de sucres vendus pour la consommation finale; et les limites maximales pour le méthylmercure dans la sériole et l'espadon.
4. Le Comité est **invité à prendre note** des informations fournies dans les paragraphes 1-3.

<sup>1</sup> [REP18/CAC](#), par. 16, 29 – 39, 63 – 64 et Annexes III et IV

<sup>2</sup> [REP18/CAC](#), par. 65 et Annexe V

<sup>3</sup> [REP18/CAC](#), par. 75 et Annexe VII

## B. QUESTIONS ÉMANANT DES ORGANES SUBSIDIAIRES EN RAPPORT AVEC LES TRAVAUX DU CCCF

### QUESTIONS SOUMISES À TITRE INFORMATIF

#### Trente-neuvième Session du Comité sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (CCMAS) Stérigmatocystine (STC) dans les céréales<sup>4</sup>

5. À sa douzième session (2018), le CCCF a été informé qu'il était prématuré d'établir des LM pour la STC du fait du manque de méthode analytique validée sur le plan international et de matériel de référence pour cette mycotoxine; et il pourrait être envisagé d'élaborer une annexe *au Code d'usages en matière de prévention et de réduction de la contamination des céréales par les mycotoxines* (CXC 51-2003) si des pratiques de gestion spécifiques sont disponibles pour la STC. À sa douzième session, le CCCF est convenu que les informations étaient insuffisantes pour développer une annexe et qu'aucune action n'était nécessaire à ce stade, et est convenu d'informer les organisations qui élaborent les normes (SDO) de la nécessité d'une méthode d'analyse validée au niveau international pour la STC par le biais du CCMAS.
6. À sa trente-neuvième session (2018), le CCMAS a encouragé les SDO à élaborer une méthode d'analyse validée au niveau international pour la STC dans les céréales.
7. Le Comité est **invité à prendre note** des informations ci-dessus.

### QUESTIONS NÉCESSITANT UN SUIVI

#### Soixante-quinzième Session du Comité exécutif de la Commission du Codex Alimentarius (CCEXEC)

##### *Directives sur la gestion des crises et flambées d'origine alimentaire et (micro)biologique*<sup>5</sup>

8. À sa soixante-quinzième Session (2018), le Comité exécutif a pris note de la nature transversale de la proposition de nouveaux travaux par le Comité sur l'hygiène alimentaire (CCFH) pour les directives sur la gestion des crises et flambées d'origine alimentaire et (micro)biologique et a demandé au Secrétariat du Codex d'en informer les autres comités compétents du Codex et de réfléchir à la nécessité de directives similaires pour des crises ou incidents concernant la sécurité sanitaire des aliments qui surviendraient dans leurs domaines de travail respectifs; il a indiqué qu'il étudierait, en fonction des réactions de ces comités, s'il serait nécessaire d'aborder cette question de façon plus intégrée; et il a souligné que ce processus ne devait pas empêcher le CCFH d'avancer sur les nouveaux travaux.

##### *Avant-projet de limites maximales pour les aflatoxines totales dans les arachides prêtes à consommer et plans d'échantillonnage associés*<sup>6</sup>

9. À soixante-quinzième Session, le Comité exécutif a recommandé au CCCF d'accélérer le processus afin de finir de définir les limites maximales et de parachever le plan d'échantillonnage.

#### Trente-neuvième Session du Comité sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (CCMAS)

##### *Plan d'échantillonnage pour les limites maximales de méthylmercure dans le poisson*<sup>7</sup>

10. À sa trente-neuvième session, le CCMAS n'a pas confirmé le plan d'échantillonnage pour les limites maximales de méthylmercure dans le poisson<sup>8</sup> et est convenu de renvoyer le plan d'échantillonnage au CCCF pour examen complémentaire, et d'informer le CCCF que le CCMAS n'était pas en mesure de répondre aux questions<sup>9</sup> présentées par ce dernier, car celles-ci ne relèvent pas des attributions du CCMAS. Les raisons pour lesquelles le CCMAS n'a pas confirmé le plan d'échantillonnage sont les suivantes:
  - Les critères d'évaluation des méthodes d'analyse du mercure et du méthylmercure (tableau 5) du plan d'échantillonnage devraient être révisés en tenant compte des exigences du Manuel de procédure (Recommandations relatives à l'établissement de valeurs numériques pour les critères méthodologiques) ou retirés du plan au profit d'un renvoi au Manuel de procédure
  - Certaines délégations estiment que l'incertitude de la mesure ne doit pas faire partie de la règle de décision des normes Codex concernant l'acceptation ou le rejet de lots (section «Interprétation des résultats»); et cette approche n'est pas cohérente avec d'autres plans d'échantillonnage déjà adoptés pour des contaminants dans les aliments.

<sup>4</sup> [REP18/CF](#), par. 132 et 139 – 140; [REP18/MAS](#), par. 21

<sup>5</sup> [REP18/EXEC2-Rev.1](#), par. 8 - 11

<sup>6</sup> [REP18/EXEC2-Rev.1](#), par. 20 - 23

<sup>7</sup> [REP18/MAS](#), par. 18 – 20 et 22

<sup>8</sup> [REP18/CF](#), Annexe IV, partie B

<sup>9</sup> [REP18/CF](#), par. 87

11. À sa trente-neuvième session, le CCMAS a confirmé les critères de performance des méthodes d'analyse du méthylmercure (tableau 7) tels que proposés, afin de s'aligner sur les dispositions actuelles du Manuel de procédure et des *Méthodes d'analyse et d'échantillonnage recommandées* (CXS 234-1999) en matière de présentation et d'informations et est convenu d'inclure des exemples de méthodes répondant aux critères. À sa trente-neuvième session, le CCMAS a fait observer que cette liste n'était pas exhaustive et ne visait qu'à fournir des exemples de méthodes répondant aux critères pour l'analyse du méthylmercure, les pays restant libres de choisir toute autre méthode satisfaisant ces critères.
12. Le plan d'échantillonnage tel que proposé par le CCCF, à sa douzième session et modifié par le CCMAS, à sa trente-neuvième session, est présenté dans l'annexe.
13. Le Comité est **invité à examiner** les questions soulevées par le CCMAS, à sa trente-neuvième session pour action.

**ANNEXE****AVANT-PROJET DE PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE POUR LA CONTAMINATION DU POISSON PAR LE MÉTHYLMERCURE****(pour examen par le CCCF en fonction des questions soulevées par le CCMAS)****DÉFINITIONS**

Les définitions suivantes doivent s'appliquer :

|                                   |  |
|-----------------------------------|--|
| <b>Lot</b>                        | Quantité identifiable d'un produit alimentaire livré en une seule fois et qui, de l'avis de l'agent d'échantillonnage, présente des caractères communs, tels que l'origine, la variété, le type d'emballage, l'emballer, l'établissement d'emballage ou les marques. |
| <b>Sous-lot</b>                   | Partie déterminée d'un gros lot sur laquelle sera appliquée la méthode d'échantillonnage. Chaque sous-lot doit être physiquement séparé et identifiable.   |
| <b>Échantillon supplémentaire</b> | Quantité de matériel prélevé en n'importe quel point du lot ou du sous-lot.  |
| <b>Échantillon global</b>         | Total de tous les échantillons supplémentaires provenant du lot ou du sous-lot. L'échantillon global doit être au moins aussi gros que l'échantillon de laboratoire ou les échantillons combinés.  |
| <b>Échantillon de laboratoire</b> | Échantillon destiné à des analyses en laboratoire.   |

**MÉTHODES D'ÉCHANTILLONNAGE**

## DISPOSITIONS GÉNÉRALES

**Personnel**

L'échantillonnage doit être exécuté par une personne autorisée désignée par l'autorité nationale.

**Produit à échantillonner**

Chaque lot ou sous-lot à examiner doit être échantillonné séparément.

**Précautions à prendre**

Au cours de l'échantillonnage, des précautions doivent être prises pour éviter toute modification susceptible d'affecter les niveaux de contaminants, d'avoir des effets indésirables sur la détermination analytique ou de rendre les échantillons globaux non représentatifs.

**Échantillons supplémentaires**

Dans la mesure du possible, des échantillons progressifs doivent être pris en différents endroits de l'ensemble du lot ou sous-lot.

**Préparation de l'échantillon global**

L'échantillon global doit être composé en combinant les échantillons progressifs.

**Échantillons collectés à des fins de contrôle, de recours et d'arbitrage**

Les échantillons collectés à des fins de contrôle, de recours et d'arbitrage doivent être extraits de l'échantillon global homogénéisé, sauf si cela entre en conflit avec les règles de l'autorité nationale vis-à-vis des droits de l'opérateur agroalimentaire.

**Emballage et envoi des échantillons**

Chaque échantillon doit être placé dans un conteneur propre et inerte offrant une protection adéquate contre la contamination, la perte des analytes par adsorption de la paroi interne du conteneur et les dommages pendant le transport. Toutes les précautions nécessaires doivent être prises pour éviter tout changement dans la composition de l'échantillon qui pourrait survenir durant le transport ou l'entreposage.

## Fermeture et étiquetage des échantillons

Chaque échantillon prélevé pour un usage officiel doit être plombé sur le lieu de l'échantillonnage et identifié en conformité avec les règles localement applicables.

Il convient d'enregistrer chaque échantillon afin que chaque lot ou sous-lot puisse être identifié sans ambiguïté (en donnant le numéro de référence du lot), d'indiquer la date et le lieu de l'échantillonnage et de fournir toute information supplémentaire pouvant être utile à l'analyste.

### PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE

#### Division de lots en sous-lots

Les lots les plus larges doivent être divisés en sous-lots, à condition que les sous-lots puissent être séparés physiquement. Le Tableau 1 s'applique aux produits commercialisés en vrac. Le Tableau 2 s'applique aux autres produits. Étant donné que le poids du lot n'est pas toujours un multiple exact du poids des sous-lots, le poids du sous-lot peut dépasser le poids mentionné de 20 pour cent au maximum.

#### Nombre d'échantillons supplémentaires

L'échantillon global doit peser au moins 1 kg, sauf si cela est impossible, par exemple lorsque l'échantillon est composé d'un paquet ou d'une unité.

Le nombre minimum d'échantillons progressifs à extraire du lot ou sous-lot doit être conforme au Tableau 3.

Les échantillons progressifs doivent être de poids/volume similaire. Le poids/ volume d'un échantillon progressif doit être d'au moins 100 grammes, pour un échantillon global d'au moins 1 kg environ. Toute dérogation à cette méthode doit être enregistrée.

Tableau 1 Sous-division de lots en sous-lots pour les produits commercialisés en vrac

| Poids du lot (en tonnes) | Sous-lots (poids ou nombre) |
|--------------------------|-----------------------------|
| ≥ 1 500                  | 500 tonnes                  |
| > 300 et < 1 500         | 3 sous-lots                 |
| ≥ 100 et ≤ 300           | 100 tonnes                  |
| < 100                    | —                           |

Tableau 2 Sous-division de lots en sous-lots pour les autres produits

| Poids du lot (en tonnes) | Sous-lots (poids ou nombre) |
|--------------------------|-----------------------------|
| ≥ 15                     | 15 à 30 tonnes              |
| < 15                     | —                           |

Tableau 3 Nombre minimum d'échantillons progressifs à extraire du lot ou sous-lot

| Poids ou volume du lot/sous-lot (en kg) | Nombre minimal d'échantillons progressifs à extraire |
|---|--|
| < 50                                    | 3  |
| ≥ 50 et ≤ 500                           | 5  |
| > 500                                   | 10   |

Si le lot ou sous-lot est composé d'unités ou de paquets individuels, le nombre de paquets ou d'unités qui doivent en être extraits pour former l'échantillon global est donné au Tableau 4.

Tableau 4 Nombre de paquets ou d'unités (échantillons progressifs) devant être extraits pour former l'échantillon global si le lot ou sous-lot est composé d'unités ou de paquets individuels

| Nombre de paquets ou d'unités que contient le lot/sous-lot | Nombre de paquets ou d'unités à extraire  |
|--|---|
| ≤ 25   | au moins 1 paquet ou unité                |
| 26-100   | environ 5 %, au moins 2 paquets ou unités |
| > 100  | environ 5 %, au plus 10 paquets ou unités |

### Dispositions spécifiques pour l'échantillonnage de gros poissons arrivant en gros lots

Si le lot ou sous-lot à échantillonner contient de gros poissons (plus d'1 kg environ par poisson) et que le lot ou sous-lot pèse plus de 500 kg, l'échantillon progressif doit se composer du milieu du poisson. Chaque échantillon progressif doit peser au moins 100 g.

### ÉCHANTILLONNAGE AU STADE DE LA VENTE AU DÉTAIL

L'échantillonnage de produits alimentaires au stade de leur vente au détail doit être réalisé, si possible, conformément aux dispositions du présent plan d'échantillonnage.

Lorsqu'il est impossible de déployer la méthode d'échantillonnage décrite ci-dessus en raison de conséquences commerciales inacceptables (en raison par exemple de la forme des emballages, des dommages subis par le lot, etc.) ou lorsqu'il est pratiquement impossible d'appliquer la méthode d'échantillonnage susmentionnée, une autre méthode d'échantillonnage peut être appliquée, sous réserve d'être suffisamment représentative du lot ou sous-lot échantillonné et d'être pleinement documentée.

### PRÉPARATION ET ANALYSE DE L'ÉCHANTILLON

#### NORMES DE QUALITÉ DES LABORATOIRES

Les laboratoires doivent être en mesure de démontrer qu'ils ont mis en place des procédures de contrôle qualité internes. Celles-ci peuvent être, par exemple, les « ISO/AOAC/IUPAC Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories ».

Dans la mesure du possible, l'exactitude de l'analyse doit être estimée en y incluant des documents de référence certifiés adéquats.

#### Précautions et considérations générales

L'exigence de base est l'obtention d'un échantillon de laboratoire représentatif et homogène sans introduction d'une contamination secondaire.

Tous les échantillons reçus par le laboratoire doivent être utilisés pour la préparation de l'échantillon de laboratoire.

La conformité avec les limites maximales fixées par la Norme générale pour les contaminants et les toxines présents dans les produits de consommation humaine et animale doit être établie sur la base des niveaux déterminées dans les échantillons de laboratoire.

#### Procédures de préparation spécifiques d'un échantillon

L'analyste doit s'assurer que les échantillons ne sont pas contaminés pendant la préparation de l'échantillon. Dans la mesure du possible, le matériel et les équipements qui entrent en contact avec l'échantillon ne doivent pas contenir de mercure, être faits de matières inertes, par exemple de plastiques tels que le polypropylène, le polytétrafluoroéthylène (PTFE) etc. et être nettoyés à l'acide afin de minimiser le risque de contamination. Un acier inoxydable de haute qualité peut être utilisé pour les bords de coupe.

Il existe de nombreuses procédures de préparation d'échantillons spécifiques satisfaisantes applicables pour les produits examinés. Pour les aspects qui ne sont pas spécifiquement couverts par le présent plan d'échantillonnage, la norme CEN « Produits alimentaires. Détermination des éléments et de leurs espèces chimiques - Considérations générales et exigences spécifiques » s'est avérée satisfaisante, mais d'autres méthodes de préparation d'échantillon peuvent aussi être valides.

#### Traitement de l'échantillon reçu par le laboratoire

L'échantillon global complet doit être finement broyé (le cas échéant) et bien mélangé en vertu d'un processus éprouvé en matière d'homogénéisation complète.

## Échantillons collectés à des fins de contrôle, de recours et d'arbitrage

Les échantillons collectés à des fins de contrôle, de recours et d'arbitrage doivent être extraits de l'échantillon global homogénéisé, sauf si cela entre en conflit avec les règles nationales applicables en matière d'échantillonnage vis-à-vis des droits de l'opérateur agroalimentaire.

### MÉTHODES D'ANALYSE

#### Définitions

|                 |  |
|-----------------|--|
| <b>r</b>        | Répétitivité, valeur en dessous de laquelle la différence absolue entre des résultats de tests individuels obtenus dans des conditions de répétitivité (c'est-à-dire, avec le même échantillon, le même opérateur, le même matériel, le même laboratoire et un court intervalle de temps) peut se situer avec une probabilité spécifiée (généralement 95 %) et, par conséquent, $r = 2,8 \times s r$ . |
| <b>s r</b>      | Écart type calculé à partir de résultats obtenus dans des conditions de répétitivité.  |
| <b>RSD r</b>    | Écart type relatif calculé à partir de résultats obtenus dans des conditions de répétitivité $[(s r /) \times 100]$ .  |
| <b>R</b>        | Reproductibilité, valeur en dessous de laquelle la différence absolue entre des résultats de tests individuels obtenus dans des conditions de reproductibilité (c'est-à-dire, sur un matériel identique, obtenus par des opérateurs de laboratoires différents via la méthode de test normalisée), peut se situer avec une certaine probabilité (généralement 95 %) ; $R = 2,8 \times s R$ .           |
| <b>s R</b>      | Écart type calculé à partir de résultats obtenus dans des conditions de reproductibilité.<br>RSD R correspond à l'écart-type relatif calculé à partir des résultats donnés dans des conditions de reproductibilité $[(s R /) \times 100]$ .  |
| <b>LOD</b>      | Limite de détection, contenu mesuré le plus bas à partir duquel il est possible de déduire la présence de l'analyte avec une certitude statistique raisonnable. La limite de détection est numériquement égale à trois fois l'écart type de la moyenne des déterminations à blanc ( $n > 20$ ).  |
| <b>LOQ</b>      | Limite de quantification, contenu le plus bas auquel l'analyte peut être mesuré avec une certitude statistique raisonnable. Si l'exactitude et la précision sont constantes sur une plage de concentration avoisinant la limite de détection, alors la limite de quantification est numériquement égale à 10 fois l'écart type de la moyenne des déterminations à blanc ( $n \geq 20$ ).               |
| <b>HORRAT r</b> | La RSD r observée divisée par la valeur RSD r estimée à partir de l'équation d'Horwitz (modifiée) (2) (cf. point C.3.3.1 (« Notes sur les critères de performance »)) en se basant sur l'hypothèse où $r = 0,66 R$ .   |
| <b>HORRAT R</b> | La RSD R observée divisée par la valeur RSD R estimée à partir de l'équation d'Horwitz (modifiée) (cf. point « Notes sur les critères de performance »).   |
| <b>u</b>        | Incertitude de mesure standard combinée obtenue via les incertitudes de mesure standard individuelles associées aux grandeurs d'entrée dans un modèle de mesure  |
| <b>U</b>        | Incertitude de mesure élargie, avec un coefficient de couverture de 2, pour un niveau de confiance d'environ 95 % ( $U = 2u$ ).  |
| <b>Uf</b>       | Incertitude de mesure standard maximale.   |

#### Exigences générales

Les méthodes d'analyse pour le mercure total sont appropriées à des fins de dépistage et de contrôle des niveaux de méthylmercure. Si la concentration de mercure total est inférieure ou égale à la limite maximale pour le méthylmercure, aucun test supplémentaire n'est requis et l'échantillon est considéré comme conforme à la limite maximale pour le méthylmercure. Si la concentration de mercure total est égale ou supérieure à la limite maximale pour le méthylmercure, des tests de suivi devront déterminer si la concentration en méthylmercure est supérieure à la limite maximale pour le méthylmercure.

#### Exigences spécifiques

##### Critères de performance

En l'absence de méthodes spécifiques prescrites au niveau du Codex pour déterminer les contaminants dans les produits alimentaires, les laboratoires peuvent sélectionner toute méthode d'analyse validée pour la matrice respective, sous réserve que la méthode sélectionnée réponde aux critères de performance spécifiques définis au Tableau 5.

Il est recommandé d'utiliser, le cas échéant, des méthodes entièrement validées (c'est-à-dire, des méthodes validées par essai collectif pour la matrice respective). D'autres méthodes adéquates validées (par exemple, des méthodes validées en interne pour la matrice respective) peuvent également être utilisées si elles répondent aux critères de performance définis au Tableau 5.

Dans la mesure du possible, la validation des méthodes validées en interne doit inclure du matériel de référence certifié.

Tableau 5 Critères de performance pour les méthodes d'analyse du mercure et du méthylmercure

| Paramètre                            | Critère  |                            |                         |
|--------------------------------------|--|----------------------------|-------------------------|
| Applicabilité                        | Poissons spécifiés dans la Norme générale pour les contaminants et les toxines présents dans les produits de consommation humaine et animale (NGCTAHA, CXS 193-1995) |                            |                         |
| Spécificité                          | Exempte d'interférences dues à la matrice et spectrales  |                            |                         |
| Répétitivité (RSD <sub>r</sub> )     | HORRAT <sub>r</sub> inférieure à 2   |                            |                         |
| Reproductibilité (RSD <sub>R</sub> ) | HORRAT <sub>R</sub> inférieure à 2   |                            |                         |
| Récupération                         | Les dispositions des « calculs de récupération » s'appliquent  |                            |                         |
| LOD                                  | = trois dixièmes de la LOQ   |                            |                         |
| LOQ                                  | Méthylmercure  | La LM est < 0,100 mg/kg    | La LM est ≥ 0,100 mg/kg |
|                                      |  | ≤ deux cinquièmes de la LM | ≤ un cinquième de la LM |

Notes sur les critères de performance:

L'équation d'Horwitz (pour les concentrations  $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$ ) et l'équation d'Horwitz modifiée

(pour les concentrations  $C < 1,2 \times 10^{-7}$ ) sont des équations de précision généralisées indépendantes de l'analyte et de la matrice et exclusivement dépendantes de la concentration pour la plupart des méthodes d'analyse de routine.

Équation d'Horwitz modifiée pour les concentrations où  $C < 1,2 \times 10^{-7}$  :

$$RSD R = 22 \%$$

où :

- RSD R correspond à l'écart type relatif calculé à partir des résultats donnés dans des conditions de reproductibilité  $[(s R /) \times 100]$
- C correspond au taux de concentration (c'est-à-dire 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1 000 mg/kg). L'équation d'Horwitz modifiée s'applique aux concentrations où  $C < 1,2 \times 10^{-7}$ .

Équation d'Horwitz pour les concentrations où  $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$  :

$$RSD R = 2C^{(-0,15)}$$

où :

- RSD R correspond à l'écart type relatif calculé à partir des résultats donnés dans des conditions de reproductibilité  $[(s R /) \times 100]$
- C correspond au taux de concentration (c'est-à-dire 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1 000 mg/kg). L'équation d'Horwitz s'applique aux concentrations où  $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$ .

### Approche d'aptitude à l'usage prévu

Pour les méthodes validées en interne, une autre approche d'aptitude à l'usage prévu peut être utilisée pour évaluer leur adéquation pour des contrôles officiels. Les méthodes adéquates pour des contrôles officiels doivent produire des résultats avec une incertitude de mesure standard combinée (u) inférieure à l'incertitude de mesure standard maximale calculée au moyen de la formule ci-dessous :

$$Uf = \sqrt{(\text{LOD}/2)^2 + (\alpha C)^2}$$

où :

- Uf correspond à l'incertitude de mesure standard maximale ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ).
- LOD correspond à la limite de détection de la méthode ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ). La LOD doit correspondre aux critères de performance définis au point C.3.3.1 pour la concentration considérée.
- C correspond à la concentration considérée ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ) ;
- $\alpha$  est un coefficient numérique à utiliser suivant la valeur de C. Les valeurs à utiliser sont données au Tableau 6.

Tableau 6 Valeurs numériques à utiliser pour  $\alpha$  en tant que constante dans la formule définie à ce point, selon la concentration considérée

| C ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ) | $\alpha$ |
|-------------------------------|----------|
| $\leq 50$                     | 0,2      |
| 51-500                        | 0,18     |
| 501-1 000                     | 0,15     |
| 1 001-10 000                  | 0,12     |
| $> 10\ 000$                   | 0,1      |

Tableau 7 : Critères de performance calculés pour LM  $\geq 0,1$  mg/kg

|                  | LM<br>mg/kg | LOD<br>mg/kg | LOQ<br>mg/kg | Plage min. applicable |            | Précision<br>RSDR (%) |
|------------------|-------------|--------------|--------------|-----------------------|------------|-----------------------|
|                  |             |              |              | De<br>mg/kg           | À<br>mg/kg |                       |
| Tous les thons   | 1,2         | 0,12         | 0,24         | 0,64                  | 1,76       | 31,1                  |
| Béryx            | 1,5         | 0,15         | 0,3          | 0,823                 | 2,177      | 30,1                  |
| Tous les marlins | 1,7         | 0,17         | 0,34         | 0,947                 | 2,453      | 29,5                  |
| Requin           | 1,6         | 0,16         | 0,32         | 0,885                 | 2,315      | 29,8                  |

Table 7 révisée (CCMAS39) - Critères de performance des méthodes d'analyse du méthylmercure\*

| Produit          | Disposition    | Limite maximale (mg/kg) | Fourchette minimale applicable (mg/kg) | LD (mg/kg) | LQ (mg/kg) | Précision (%)<br>Pas plus de | Récupération (%) | Exemples de méthodes applicables répondant aux critères | Principe  |
|------------------|----------------|-------------------------|--|------------|------------|------------------------------|------------------|---|---|
| Tous les thons   | Méthylmercure* | 1,2                     | 0,64-1,8                               | 0,12       | 0,24       | 31                           | 80-110           | EN 16801  | Chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse à source plasma couplée par induction  |
| Béryx commun     | Méthylmercure* | 1,5                     | 0,82-2,2                               | 0,15       | 0,30       | 30                           | 80-110           | AOAC 988.11<br>EN 16801                                 | Chromatographie en phase gazeuse et détection par capture d'électrons<br>Chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse à source plasma couplée par induction |
| Tous les marlins | méthylmercure* | 1,7                     | 0,95-2,5                               | 0,17       | 0,34       | 30                           | 80-110           | AOAC 988.11<br>EN 16801                                 | Chromatographie en phase gazeuse et détection par capture d'électrons<br>Chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse à source plasma couplée par induction |
| Requin           | Méthylmercure* | 1,6                     | 0,88-2,3                               | 0,16       | 0,32       | 30                           | 80-110           | AOAC 988.11<br>EN 16801                                 | Chromatographie en phase gazeuse et détection par capture d'électrons<br>Chromatographie en phase gazeuse et spectrométrie de masse à source plasma couplée par induction |

\* Les pays ou les importateurs peuvent décider d'employer leur propre technique de détection s'agissant de vérifier la limite maximale du méthylmercure dans le poisson à partir de l'analyse du mercure total dans le poisson. Si la concentration totale de mercure est inférieure ou égale à la limite maximale du méthylmercure, aucune analyse supplémentaire n'est nécessaire et l'échantillon est jugé conforme à la disposition sur la limite maximale. Si la concentration totale de mercure est supérieure à la limite maximale du méthylmercure, on effectuera une analyse supplémentaire pour déterminer si la concentration de méthylmercure dépasse la limite maximale. La limite maximale s'applique aussi au poisson frais ou congelé destiné à être transformé.

## COMPTE RENDU ET INTERPRÉTATION DES RÉSULTATS

### Expression des résultats

Les résultats doivent être exprimés dans les mêmes unités et avec le même nombre de chiffres significatifs que les limites maximales définies dans la *Norme générale pour les contaminants et les toxines présents dans les produits de consommation humaine et animale* (NGCTAHA) (CXS 193-1995).

### Calculs de récupération

Si une étape d'extraction est appliquée dans la méthode analytique, le résultat de l'analyse doit être corrigé pour la récupération. Dans ce cas, le niveau de récupération doit être rapporté.

En l'absence d'étape d'extraction dans la méthode analytique, le résultat peut être rapporté de manière incorrecte pour la récupération si la preuve est fournie en utilisant, dans l'idéal, des documents de référence certifiés adéquats selon lesquels la concentration certifiée permettant d'obtenir l'incertitude de mesure a été obtenue (c'est-à-dire, une grande exactitude de la mesure) et que, par conséquent, la méthode n'est pas biaisée. Le fait que le résultat est rapporté de manière incorrecte pour la récupération doit être mentionné.

### Incertitude de mesure

Le résultat de l'analyse doit être rapporté en tant que  $x \pm U$ , où  $x$  est le résultat de l'analyse et  $U$  l'incertitude de mesure élargie, à l'aide d'un coefficient de couverture de 2 qui donne un niveau de confiance d'environ 95 % ( $U = 2u$ ).

## INTERPRÉTATION DES RÉSULTATS

### **Acceptation d'un lot/sous-lot**

Le lot ou sous-lot est accepté si le résultat de l'analyse de l'échantillon de laboratoire ne dépasse pas la limite maximale respective fixée dans la Norme générale pour les contaminants et les toxines présents dans les produits de consommation humaine et animale (NGCTAHA, CXS 193-1995), en tenant compte de l'incertitude de mesure élargie et de la correction du résultat pour la récupération si une étape d'extraction a été appliquée dans la méthode d'analyse utilisée.

### **Rejet d'un lot/sous-lot**

Le lot ou sous-lot est rejeté si le résultat de l'analyse de l'échantillon de laboratoire dépasse au-delà du doute raisonnable la limite maximale respective fixée dans la Norme générale pour les contaminants et les toxines présents dans les produits de consommation humaine et animale (NGCTAHA, CXS 193-1995), en tenant compte de l'incertitude de mesure élargie et de la correction du résultat pour la récupération si une étape d'extraction a été appliquée dans la méthode d'analyse utilisée.

### **Applicabilité**

Les présentes règles d'interprétation doivent s'appliquer au résultat de l'analyse obtenu sur l'échantillon collecté à des fins de contrôle. En cas d'analyse réalisée à des fins de recours ou d'arbitrage, les règles locales applicables doivent s'appliquer.