

codex alimentarius commission

FOOD AND AGRICULTURE
ORGANIZATION
OF THE UNITED NATIONS

WORLD HEALTH
ORGANIZATION

JOINT OFFICE:

Via delle Terme di Caracalla 00100 ROME: Tel. 57971 Telex: 610181 FAO I. Cables Foodagri Facsimile: 6799563

ALINORM 89/23

F

PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES

COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS

Dix-huitième session
Genève, 3-12 juillet 1989

RAPPORT DU COMITE DU CODEX

SUR LES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE

Seizième session
Budapest, 14-19 novembre 1988

Contient également le rapport de la
septième Réunion Interinstitutions
Budapest, 10-11 novembre 1988

NOTE: La circulaire Codex CL 1989/3-MAS est jointe au
présent document

W/24154

codex alimentarius commission

FOOD AND AGRICULTURE
ORGANIZATION
OF THE UNITED NATIONS

WORLD HEALTH
ORGANIZATION

JOINT OFFICE: Via delle Terme di Caracalla 00100 ROME: Tel. 57971 Telex: 610181 FAOI. Cables Foodagri Facsimile: 6799563

CL 1989/3-MAS
janvier 1989

Aux:

- Services centraux de liaison avec le Codex
- Participants à la seizième session du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage
- Organisations internationales intéressées

Du: Chef du programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires, FAO, Via delle Terme di Caracalla, 00100 Rome, Italie

Objet: Distribution du rapport de la seizième session du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (CCMAS)

Le rapport de la seizième session du Comité susmentionné (ALINORM 89/23) sera examiné par la Commission du Codex Alimentarius à sa dix-huitième session (Genève, 3-12 juillet 1989).

PARTIE A - QUESTIONS INTERESSANT LA COMMISSION

(1) Directives relatives à l'échantillonnage

La Commission a été invitée à examiner la question de l'élaboration par le CCMAS d'un seul document sur l'échantillonnage, de caractère consultatif, dans lequel figureraient des apports des Comités du Codex (paragraphe 13-23 et Annexe II, ALINORM 89/23).

(2) Echantillonnage pour la détermination du contenu net

Les plans d'échantillonnage de l'OIML pour la détermination du contenu net ont été soumis à la Commission en vue d'obtenir que celle-ci donne son accord pour que le CCMAS soit chargé de développer lesdits plans par une procédure appropriée (paragraphe 24 à 29 et Annexe V, ALINORM 89/23).

(3) Plan d'échantillonnage pour le sel de qualité alimentaire

Le plan d'échantillonnage pour le sel de qualité alimentaire soumis au CCMAS par le Comité du Codex sur les additifs alimentaires et les contaminants a été approuvé et transmis à la Commission pour adoption et incorporation dans les normes Codex pour le sel de qualité alimentaire (CODEX STAN 150-1985) (Paragraphe 31 à 34 et Annexe III, ALINORM 89/23).

(4) Méthodes générales Codex d'analyse pour les contaminants

Le CCMAS a entrepris de revoir les méthodes générales Codex d'analyse pour les contaminants dans les denrées alimentaires (paragraphe 70 à 71 et Annexe VI, ALINORM 89/23)

PARTIE B - QUESTIONS INTERESSANT LES GOUVERNEMENTS

(1) Directives du Codex relatives à l'échantillonnage

L'élaboration de ces directives se poursuivra lorsqu'une décision aura été prise par la Commission et qu'un premier projet aura été établi (voir Partie A (1) ci-dessus).

(2) Echantillonnage pour la détermination du contenu net

Conformément à la décision prise par la Commission, les Gouvernements seront informés des mesures à prendre au sujet des plans d'échantillonnage de l'OIML (voir paragraphe 29 et annexe V, ALINORM 89/23).

(3) Directives pour la classification des méthodes d'analyse du Codex et question des méthodes "simples" d'analyse (Voir paragraphes 54 à 57 et ALINORM 89/23)

Les Gouvernements et les organisations internationales intéressées sont invités à envoyer leurs commentaires concernant le document préparé par le Royaume-Uni figurant à l'Annexe VI d'ALINORM 89/23 à M. R.S. Kirk, Laboratory of the Government Chemist, Queens Road, Teddington, Middlesex TW11 0LY (United Kingdom) au plus tard à la fin de 1989, avec copie au chef du programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires, FAO, Via delle Terme di Caracalla, 00100 Rome (Italie).

(4) Examen des méthodes générales Codex d'analyse pour les contaminants (voir paragraphes 70 à 71, ALINORM 89/23)

Les Gouvernements et les organisations internationales intéressées sont invités à envoyer leurs observations et toutes informations utiles sur les méthodes générales du Codex mentionnées dans l'Annexe VII du document ALINORM 89/23 au Chef du programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires, FAO, 00100 Rome (Italie) au plus tard à la fin de 1989, avec copie à M. I. Oláh, Head of Department, Hungarian Office for Standardization, H-1450 Budapest 9, Pf. 24 (Hongrie).

RESUME ET CONCLUSIONS

Le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage est arrivé aux conclusions suivantes au cours de sa seizième session:

- (1) Un seul document d'ensemble sur l'échantillonnage devra être élaboré (paragraphe 13 à 23, Annexe II).
- (2) Les plans d'échantillonnage de l'OILM pour le contenu net devront être envoyés aux Gouvernements pour observations et être revus par le CCMAS (Paragraphe 24 à 29, Annexe V).
- (3) La confirmation des plans d'échantillonnage de l'OILM pour le sel de qualité alimentaire et d'autres normes Codex se rapportant aux contaminants de l'environnement a été considérée.
- (4) La nécessité d'étudier les méthodes d'analyse du Codex et de déterminer les priorités à observer a été reconnue (paragraphe 49 et 72 à 73).
- (5) Une méthode générale d'incinération devra être élaborée avec l'aide l'AOAC (paragraphe 51).
- (6) Des directives pour la classification des méthodes Codex d'analyse (comme méthodes de type I, II etc., paragraphes 54 à 57, Annexe VI) devront être élaborées.
- (7) L'UICPA devra être saisie de la question de la définition de la "limite de détermination" ou "limite de détection" (paragraphe 58 à 62, Annexe VI).
- (8) Les Comités intéressés du Codex seront invités à examiner la question des méthodes "simples" d'analyse (paragraphe 63 à 66).
- (9) La confirmation des méthodes d'analyse dans divers projets de normes du Codex a été considérée (paragraphe 67 à 69, Annexe IV).
- (10) Il a été décidé que les méthodes générales Codex pour les contaminants seraient revues à la lumière des observations des Gouvernements (paragraphe 70 à 71, Annexe VII).
- (11) Le rapport de la réunion interinstitutions (RII) a été examiné (paragraphe 45 à 53, Annexe VIII).
- (12) Le programme de travail futur du Comité a été défini (paragraphe 74 à 76).

TABLE DES MATIERES

	<u>Paragraphe</u>
INTRODUCTION	1 - 4
ADOPTION DE L'ORDRE DU JOUR	5 - 6
NOMINATION DES RAPPORTEURS	7
QUESTIONS INTERESSANT LE COMITE	8 - 12
NATURE ET OBJET DES METHODES CODEX D'ECHANTILLONNAGE	13 - 17
DIRECTIVES SUR L'ECHANTILLONNAGE - EXAMEN DES NORMES CODEX CONCERNANT L'ECHANTILLONNAGE	18 - 23
ECHANTILLONNAGE POUR LA DETERMINATION DU CONTENU NET	24 - 29
CONFIRMATION DES METHODES D'ECHANTILLONNAGE CITEES DANS LES NORMES CODEX	30 - 44
- Plans d'échantillonnage pour le sel de qualité alimentaire ...	31 - 34
- Plans d'échantillonnage inclus dans les projets de normes Codex	35
- Pistaches non décortiquées et dattes	36
- Matières protéiques végétales, produits à base de protéine de soja, gluten de blé	37
- Normes et projets de normes élaborés par le Comité de coordination pour l'Afrique	38
- Filets de poisson et calmars surgelés, ailerons de requin séchés	39
- Projet de normes pour certains légumes secs, la farine de sorgho et le sorgho en grains, la farine et la semoule de blé dur, la farine de blé, le maïs, la farine de maïs complète et le gruau de maïs dégermé	40
- Echantillonnage pour la détermination des aflatoxines dans les céréales, les légumes secs et les légumineuses	41
- Huile de soja	42
- Contaminants de l'environnement	43 - 44
RAPPORT DE LA SEPTIEME REUNION INTERINSTITUTIONS (RII)	45 - 53
CLASSIFICATION DES METHODES D'ANALYSE DU CODEX	54 - 57
LIMITE DE DETERMINATION	58 - 62
CHOIX DE METHODES SIMPLES D'ANALYSE	63 - 66
CONFIRMATION DES METHODES D'ANALYSE DANS LES PROJETS DE NORMES ..	67 - 69
METHODES GENERALES D'ANALYSE POUR LES CONTAMINANTS	70 - 71
METHODES D'ANALYSE NECESSAIRES POUR LES NORMES CODEX	72 - 73
TRAVAUX FUTURS	74 - 76
AUTRES QUESTIONS	77 - 81
DATE ET LIEU DE LA PROCHAINE SESSION	82
ETAT D'AVANCEMENT DES TRAVAUX	page 16

ANNEXES

		<u>Page</u>
ANNEXE I	Liste des participants	17
ANNEXE II	Sommaire du projet de directives du Codex sur l'échantillonnage et les questions connexes ...	25
ANNEXE III	Méthode d'échantillonnage applicable au sel de qualité alimentaire pour les critères de composition	27
ANNEXE IV	Rapport d'un Groupe de travail <u>ad hoc</u> sur la confirmation des méthodes d'analyse	30
ANNEXE V	Recommandation internationale: Contenu net des préemballages	54
ANNEXE VI	Problèmes posés par la Classification des méthodes d'analyse spécifiées dans les normes du Codex Alimentarius	59
ANNEXE VII	Méthodes générales Codex pour les contaminants métalliques dans les denrées alimentaires	63
ANNEXE VIII	Rapport de la septième réunion interinstitutions (RII)	65

INTRODUCTION

1. A l'aimable invitation du Gouvernement de la Hongrie le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage a tenu sa seizième session à Budapest, du 14 au 19 novembre 1988. M. K. Sütö, Président du Comité national hongrois du Codex Alimentarius, Vice-président de l'Office hongrois de normalisation et Membre du Parlement a ouvert la session et souhaité la bienvenue aux participants de la part du Comité national hongrois de la FAO et du Comité national hongrois du Codex Alimentarius. Il a informé le Comité que le professeur R. Lásztity, pour cause de maladie, ne pouvait pas présider la session actuelle. Le Professeur P. Biacs a été désigné par le Gouvernement de la Hongrie pour exercer la fonction de Président à la seizième session du Comité. M. Sütö a exprimé l'opinion que le travail effectué par la Commission du Codex pendant les 25 ans écoulés a prouvé que les fondateurs avaient eu raison d'entreprendre un programme de normalisation des produits alimentaires au niveau international. Cela a été également mis en évidence par l'augmentation du nombre des Etats-Membres de la Commission qui dépasse maintenant 130. Le nombre des organisations internationales participant aux travaux de la Commission a augmenté aussi. Le travail effectué dans le domaine de l'analyse et de l'échantillonnage joue un rôle essentiel puisqu'il conduit à l'adoption sur le plan international de méthodes conformes aux normes du Codex.

2. Le Comité a exprimé son regret au sujet de l'état de santé du professeur Lásztity auquel il a souhaité un rétablissement rapide.

3. La session a été présidée par M. P. Biacs, Professeur à l'Université d'Horticulture et des Industries Alimentaires, membre du Parlement et Directeur général de l'Institut central de recherche alimentaire de Budapest.

4. Etaient présents à la session les délégués de 26 pays ainsi que les observateurs de 6 organisations internationales. On trouvera à l'Annexe I du présent rapport la liste des participants parmi lesquels figurent les membres du Secrétariat technique hongrois ainsi que des fonctionnaires du Programme mixte FAO/OMS sur les Normes alimentaires.

ADOPTION DE L'ORDRE DU JOUR (point 2 de l'ordre du jour)

5. Le Comité a adopté son ordre du jour provisoire sans y apporter de modification. Il a décidé toutefois d'examiner les méthodes d'analyse et d'échantillonnage pour le sel avant la fin de la troisième journée de la session.

6. En vue de permettre à tous les délégués d'étudier les documents de travail, le Comité est convenu que l'après-midi du premier jour de la session serait entièrement consacrée aux réunions des groupes de travail. Il a décidé d'autre part de créer un groupe de travail sur l'analyse qui sera chargé d'examiner les documents de travail et autres documents utiles en vue de la confirmation des méthodes d'analyse citées dans les normes Codex. Les délégations des pays suivants ont indiqué qu'elles seraient intéressées à participer aux travaux du groupe de travail: Australie, Autriche, Canada, Chine, Cuba, Danemark, Espagne, Etats-Unis, Finlande, Hongrie, Norvège, Pays-Bas, Pologne, République fédérale d'Allemagne, Royaume-Uni, Suède, Suisse et Tchécoslovaquie; les observateurs du CEES, de l'IFG, de l'ISO et de l'OIV ont fait de même. Le Comité a également décidé de créer un groupe de travail sur l'échantillonnage qui devra considérer particulièrement la question du but et de l'état actuel des procédures d'échantillonnage du Codex et formuler des suggestions, à examiner en session plénière, sur la façon de procéder à l'échantillonnage dans le cadre du Codex. Plusieurs délégations se sont déclarées prêtes à participer aux discussions sur l'échantillonnage. D'autres délégations ont été invitées à participer également aux travaux. Il a été convenu que les groupes de travail choisiraient eux-mêmes leurs Présidents et leurs Rapporteurs.

NOMINATION DES RAPPORTEURS (point 3 de l'ordre du jour)

7. Le Comité a désigné les délégués de la France (Mme N. Blaize) et des Etats-Unis (M. W. Dubbert) comme Rapporteurs de la session.

QUESTIONS INTERESSANT LE COMITE (point 4 de l'ordre du jour)

8. Le Comité a été saisi du document de travail CX/MAS 88/2 qui se rapporte à des questions l'intéressant découlant de la dix-septième session de la Commission et de diverses autres réunions du Codex. Le Comité en a pris note et a décidé de discuter en détail sous les points appropriés de l'ordre du jour la plupart des questions mentionnées dans le document, comme celui-ci le suggère.

9. En ce qui concerne la question des méthodes d'analyse pour les aflatoxines qu'élabore le Comité du Codex sur les additifs alimentaires et contaminants, l'attention du Comité a été appelée sur le fait qu'il gagnerait du temps s'il acceptait de revoir le document CX/FAC 88/18-Add 1. Le Comité a demandé au groupe de travail sur l'analyse d'examiner la question de savoir si le document pourrait être revu dans un délai aussi bref.

10. Le Comité a été informé que la Commission ne jugeait pas nécessaire que les méthodes d'analyse et d'échantillonnage élaborées par le Comité du Codex sur les résidus de produits pharmaceutiques vétérinaires dans les aliments soient confirmées par le Comité. Il a noté également que les méthodes d'analyse pour les résidus de pesticides, les méthodes microbiologiques et les méthodes d'analyse citées dans les spécifications du Codex pour les additifs alimentaires n'avaient pas besoin d'être confirmées par le Comité. Les délégations du Royaume-Uni et des Pays-Bas se sont demandé pourquoi ces méthodes n'auraient pas à être confirmées. Il a été noté que des séances plus fréquentes du Comité ou de son groupe de travail sur la confirmation pourraient être nécessaires si un nombre accru de méthodes d'analyse était soumis au CCMAS pour confirmation, mais qu'il ne serait pas possible de réunir ledit groupe de travail parce qu'il faudrait alors suivre toutes les règles du Codex relatives aux réunions. Il a été souligné que les méthodes d'analyse pour les résidus de pesticides et les résidus de produits pharmaceutiques vétérinaires ainsi que les méthodes microbiologiques ressortissant de domaines spécialisés, ce qui pourrait expliquer pourquoi elles n'ont pas été soumises au Comité pour confirmation.

11. Pour ce qui est de la question de mettre à jour les références aux méthodes d'analyse et d'échantillonnage du Codex et d'inclure les références à des méthodes identiques publiées par des organisations autres que celles auxquelles les méthodes du Codex se réfèrent, il a été suggéré que des listes des méthodes du Codex donnant toutes les références appropriées soient établies et publiées à l'intention des laboratoires. Le soin de mettre à jour les références et de communiquer celles-ci au Secrétariat du Codex incombe à l'organisation concernée. L'utilisation à cette fin de la "Swedish Food Laboratory Newsletter" et du Bulletin de l'AOAC "Referee" a été également envisagée.

12. La délégation des Pays-Bas a déclaré qu'une étude interlaboratoires sur la détection du cuivre, du fer et du nickel dans les graisses et les huiles a été effectuée sous les auspices de l'UICPA. Le rapport sur cette étude a été mis à la disposition du Comité.

NATURE ET OBJET DES METHODES CODEX D'ECHANTILLONNAGE (point 5 de l'ordre du jour)

13. Le Comité a été saisi du document CX/MAS 88/3 sur la nature et l'objet des méthodes d'échantillonnage du Codex préparé par le Secrétariat. Le document analysait la tâche des Comités du Codex en matière d'élaboration des plans d'échantillonnage et diverses recommandations se rapportant à l'échantillonnage sur la base des Principes généraux pour l'élaboration ou le choix des procédures d'échantillonnage du Codex (Manuel de Procédure de la Commission du Codex Alimentarius, 6ème édition). Le Secrétariat avait conclu que les Principes généraux exigeaient la mise au point de procédures d'échantillonnage détaillées pour l'application des diverses normes du Codex et que, si l'on considère l'ensemble de celles-ci, la tâche à accomplir pourrait être très lourde. La question de savoir si les méthodes d'échantillonnage du Codex devraient être conseillées ou obligatoires (c'est-à-dire soumises ou non à "acceptation" par les

Gouvernements) n'était pas tout à fait claire. Le Secrétariat était d'avis que le CCMAS devait examiner cette question et déterminer les cas dans lesquels des procédures internationalement acceptées devraient être appliquées aux livraisons de produits alimentaires faisant l'objet d'un commerce international.

14. M. R. Wood (Royaume-Uni), Président du groupe de travail sur l'échantillonnage, a fait rapport sur les conclusions des discussions informelles sur l'échantillonnage (voir paragraphe 6). Le groupe de travail avait estimé qu'il serait préférable de formuler des recommandations sur l'échantillonnage dans un seul document du Codex, plutôt que d'aborder le problème de l'échantillonnage norme par norme, c'est-à-dire produit par produit. Un tel document du Codex devrait comprendre des recommandations techniques, administratives et autres appropriées visant à faciliter l'interprétation des critères de conformité avec les normes du Codex. Il serait peut-être souhaitable de rééditer un questionnaire demandant des informations sur la façon dont l'échantillonnage avait été abordé dans les différents pays.

15. La délégation des Pays-Bas a demandé pourquoi les procédures d'échantillonnage qui doivent être élaborées par le Comité du Codex sur les résidus de produits pharmaceutiques vétérinaires dans les aliments n'auraient pas à être confirmées par le Comité. La délégation des Etats-Unis a fait observer qu'une telle procédure exigerait l'inclusion d'experts appropriés dans les délégations participant aux sessions de la CCMAS.

16. Le Comité a discuté de l'approche de l'échantillonnage adoptée par la Commission pour les résidus de pesticides dans les aliments. Il a noté qu'il s'agissait là d'une approche pratique et il a défini les critères de conformité qui peuvent ressortir de l'examen de l'échantillon analytique. L'opinion a été exprimée qu'une telle approche légale, même si elle est pratique, a ses désavantages parce qu'elle ne tient pas compte de l'hétérogénéité du lot. Il a été également noté que l'approche de l'échantillonnage pour les résidus de pesticides ne prévoit pas de mesures visant à défendre les intérêts des exportateurs dans les cas de litige. La délégation de la Suisse a indiqué qu'un plan plus élaboré serait appliqué dans son pays en cas de désaccord concernant les résultats de l'analyse. La délégation des Etats-Unis a exprimé l'opinion que la méthode d'échantillonnage du Codex pour les résidus de pesticides constituait une approche trop simple dans laquelle l'échantillon, par définition, représentait le lot, et elle a ajouté que tout problème concernant les résultats ne pouvait se rapporter qu'à des erreurs d'analyse. Il importait de concilier de telles approches pratiques de l'échantillonnage avec des plans d'échantillonnage faisant appel à des critères statistiques complexes. Plusieurs délégations ont estimé que le Codex devait développer des plans d'échantillonnage prévoyant deux niveaux d'inspection.

17. Le Comité a estimé qu'il conviendrait d'établir un document du Codex unique sur l'échantillonnage plutôt que d'introduire des dispositions concernant l'échantillonnage dans chaque norme particulière du Codex. Il a invité le groupe de travail à poursuivre l'examen de cette question en vue de l'élaboration de recommandations quant au contenu et à la portée d'un document du Codex intitulé "directives sur l'échantillonnage et les questions apparentées" (voir également paragraphe 23).

DIRECTIVES SUR L'ECHANTILLONNAGE - EXAMEN DES NORMES CODEX CONCERNANT L'ECHANTILLONNAGE
(points 6 et 7 de l'ordre du jour)

18. Le Comité a été saisi des documents CX/MAS 88/4 et 88/5 préparés par le groupe de travail intersessions sur l'échantillonnage. Le document sur les conclusions de la session avait été revu par le Secrétariat et présenté sous la forme de deux documents séparés. Le Président du groupe de travail, M. R. Wood, a exprimé l'opinion qu'il aurait été préférable de présenter les conclusions du groupe de travail dans un seul document préparé par le groupe de travail lui-même. D'autre part, il s'est déclaré déçu de ce que les Comités du Codex n'aient pas fait grand chose pour donner suite aux instructions concernant l'échantillonnage.

19. La délégation de la Suisse a exprimé l'opinion que tout chevauchement d'efforts devrait être évité dans l'élaboration des directives du Codex sur l'échantillonnage. Elle a appelé particulièrement l'attention sur le Manuel que préparait la FAO sur le contrôle de la qualité des aliments. Il a été noté que le Manuel de la FAO N° 9 "Introduction à l'échantillonnage des aliments" serait publié sous peu. Ce Manuel traiterait principalement de l'obtention des échantillons et d'autres aspects de la question tels que celui de la taille de l'échantillon à prendre pour certains produits alimentaires. Il ne traiterait toutefois pas la question des critères d'acceptation des lots. Toutes indications figurant dans le Manuel de la FAO dont l'examen par le Comité paraîtrait utile pourraient éventuellement être incluses dans le projet de directives du Codex sur l'échantillonnage.

20. Au sujet des informations qui pourraient être incluses dans le projet de directives du Codex sur l'échantillonnage, le Comité a été d'avis que les directives ne devraient pas contenir d'indications qui peuvent être facilement trouvées dans des textes déjà publiés ou dans le Manuel de la FAO. Les directives du Codex devraient plutôt porter sur des questions au sujet desquelles des recommandations acceptées sur le plan international sont requises. Elles devraient comprendre également les recommandations d'ordre technique concernant l'échantillonnage qui figurent dans les instructions sur l'échantillonnage établies à l'intention des Comités du Codex (CX/MAS 1-1987). En particulier, les directives proposées devraient indiquer les critères d'acceptation des lots qui doivent répondre aux dispositions des normes Codex pour lesquelles il y a lieu de procéder à une analyse. C'est également dans les Directives du Codex sur l'échantillonnage que devraient figurer les instructions spécifiques sur l'échantillonnage élaborées par les Comités du Codex.

21. Le Comité a examiné en détail les recommandations relatives au contenu des directives du Codex sur l'échantillonnage formulées par le groupe de travail sur l'échantillonnage qui s'était réuni pendant la session (voir paragraphe 20). La sommaire retenu par le Comité pour le projet de directives du Codex figure à l'Annexe II. Il a été reconnu qu'il serait préférable de traiter la question de l'échantillonnage dans un seul document consultatif auquel pourraient renvoyer des références introduites dans les diverses normes du Codex. Le Comité est arrivé à cette conclusion en raison a) du manque de cohérence de l'approche de l'échantillonnage par les Comités du Codex, b) de l'absence de réponse à l'invitation adressée aux Comités du Codex d'examiner la question de l'échantillonnage à la lumière des instructions du Codex sur l'échantillonnage et c) du fait que la plupart des dispositions des normes du Codex, et en particulier de celles qui concernent la composition des produits et ses caractéristiques, exigent une approche commune des questions d'échantillonnage et d'acceptation des lots.

22. Le Comité a reconnu que dans certains cas, spécialement lorsqu'il s'agit d'attributs tels que défauts d'apparence ou problèmes spéciaux d'ordre sanitaire (par exemple aflatoxines dans les denrées alimentaires, spécifications microbiologiques des produits finis, etc.), les Comités du Codex s'occupant du sujet seraient les plus compétents en la matière et devraient être responsables de la mise au point de procédures d'échantillonnage et de critères d'acceptation des lots destinés à être incorporés dans les directives du Codex sur l'échantillonnage.

23. Le Comité a demandé à la Commission d'étudier l'approche proposée ci-dessus qui impliquerait l'élaboration d'un seul document du Codex à caractère consultatif dans lequel figureraient des apports du Comité des produits et d'autres Comités du Codex. Au cas où la Commission déciderait de se conformer aux propositions du Comité, il serait nécessaire de préparer un premier projet du document et de le faire circuler en vue de recueillir des commentaires. Le Comité s'est déclaré prêt à étudier un tel document du Codex sur l'échantillonnage à la lumière des commentaires qui pourraient être recueillis (voir Annexe II). Diverses délégations, dont celles des Etats-Unis, de la Hongrie et du Royaume-Uni se sont déclarées disposées à participer à l'élaboration du document sur l'échantillonnage.

ECHANTILLONNAGE POUR LA DETERMINATION DU CONTENU NET (point 8 de l'ordre du jour)

24. Le Comité a été saisi d'un court document de travail (CX/MAS 88/6) contenant des informations sur l'état d'avancement du projet de recommandation internationale de l'OIML sur l'échantillonnage pour la détermination du contenu net des préemballages. Il était également saisi des plans d'échantillonnage de l'OIML adoptés à la 8ème Conférence internationale de Métrologie légale tenue à Sidney en octobre 1988. Le délégué des Etats-Unis (M. A. Rainosek) a fourni au Comité une description des caractéristiques statistiques des plans d'échantillonnage par variables figurant dans le document de l'OIML. Le Comité est convenu de n'examiner que les plans par variables, et non pas les plans par attributs, puisque la norme générale du Codex sur l'étiquetage a spécifié que l'application des dispositions relatives au contenu net devait se fonder sur la définition selon laquelle "le contenu net moyen des unités du lot doit être égal ou supérieur au contenu déclaré".

25. Le Comité a noté que la recommandation de l'OIML comprend deux Protocoles d'échantillonnage visant à déterminer la conformité avec le contenu net déclaré: a) des plans d'échantillonnage par attributs pour la détermination du pourcentage des unités non conformes dans un lot et b) des plans d'échantillonnage par variables pour la détermination de la valeur moyenne du lot. M. Rainosek a expliqué que les plans d'échantillonnage par variables contiennent des spécifications statistiques qui offrent une protection suffisante au producteur et au consommateur contre des décisions incorrectes concernant la destination du lot. Ces plans ont été apparemment choisis en vue d'un échantillonnage non destructif. Les lots inférieurs à 150 emballages n'ont pas été pris en considération. Comme les plans visent à l'établissement de statistiques générales, il sont applicables aux aliments préemballés, quel que soit le contenu de l'emballage. La taille d'échantillon donnée pour des lots contenant plus de 4000 emballages offre une protection encore plus grande au consommateur, ce qui est considéré comme conforme aux conventions internationales. Toutefois la recommandation de l'OIML prévoit la possibilité de scinder les grands lots en lots plus petits si cela paraît souhaitable.

26. La question de savoir comment contrôler des lots contenant moins de 150 emballages a été soulevée. Il a été noté que l'on pourrait soit effectuer un échantillonnage à 100%, soit modifier la recommandation de l'OIML en fixant une limite inférieure pour la taille du lot. Le délégué de la France a appelé l'attention sur la section 2.3 "Effets du stockage" et a demandé comment un changement apporté par le stockage pourrait être identifié dans l'évaluation du contenu net. Au cours de la discussion, il a été également demandé comment les plans d'échantillonnage pourraient admettre un surremplissage qui pourrait être important dans le cas de certains types de produits. Le Comité a noté que les plans d'échantillonnage de l'OIML ne s'appliquaient qu'aux valeurs inférieures à la quantité minimale. La question de savoir pourquoi un plan d'échantillonnage par attributs ne pouvait pas être utilisé a été soulevée. Le Comité a noté qu'un tel plan serait certainement utilisable mais que la norme générale sur l'étiquetage se rapportait spécifiquement à "la moyenne" et exigeait donc un plan par variables.

27. Le Comité a noté que la norme générale du Codex sur l'étiquetage ne spécifiait pas une moyenne ou un autre type de stratégie d'échantillonnage pour le poids égoutté et que la détermination de cette caractéristique impliquait donc un échantillonnage destructif. Le Comité a reconnu qu'il convenait d'élaborer un plan d'échantillonnage pour le poids égoutté et que les plans par variables recommandés par l'OIML pourraient ne pas être applicables en raison du fait que les taux d'échantillonnage sont relativement élevés. En ce qui concerne la question de l'échantillonnage destructif, la délégation de la France a indiqué qu'un certain nombre d'emballages, tels que les bouteilles, exigent un échantillonnage destructif car de tels emballages ne peuvent pas être considérés comme ayant un poids uniforme.

28. Le Comité a également noté que l'échantillonnage pour le poids net variait d'un pays à l'autre et qu'il existait plusieurs approches statistiques valables pour contrôler

la conformité aux spécifications relatives au contenu net. Le Comité a estimé que dans ces conditions il serait nécessaire d'obtenir des commentaires des gouvernements et des organisations internationales au sujet des plans d'échantillonnage de l'OIML avant de finaliser ceux-ci et de les confirmer en les présentant comme une recommandation du Codex.

29. Le Comité a considéré que les plans d'échantillonnage de l'OIML constituaient une bonne base pour la discussion du contrôle du contenu net des lots faisant l'objet d'un commerce international. Il convenait donc de soumettre les plans d'échantillonnage de l'OIML à la Commission en demandant à celle-ci d'obtenir à leur sujet les commentaires des gouvernements et des organisations internationales par une procédure appropriée (voir Annexe V). Il faudrait obtenir aussi l'avis du Comité du Codex sur l'étiquetage des aliments et des Comités du Codex sur les produits compétents en la matière. Le Secrétariat devrait aussi obtenir les réponses des institutions intéressées, sur des questions spécifiques telles que celles du poids échantillonné, du contrôle des seules valeurs inférieures à la quantité nominale des plans d'échantillonnage de l'OIML, etc. Le Comité a reconnu aussi que si la Commission décidait de procéder à l'élaboration des plans d'échantillonnage pour le contenu net, c'est au CCMAS qu'il conviendrait de confier le soin d'examiner ces plans d'échantillonnage. Le Comité a demandé à la délégation des Etats-Unis (M. Rainosek) de faire fonction de rapporteur sur cette question et d'étudier les commentaires et informations éventuels en vue de présenter un rapport à la prochaine session du Comité.

CONFIRMATION DES METHODES D'ECHANTILLONNAGE CITEES DANS LES NORMES CODEX (point 9 de l'ordre du jour)

30. Le Comité a été saisi du document CX/MAS 88/7 contenant un projet révisé de plan d'échantillonnage pour le sel de qualité alimentaire ainsi que des documents de travail CX/MAS 88/8 et CX/MAS 88/8 Add. 1 qui résument les plans d'échantillonnage exigeant la confirmation du Comité.

Plans d'échantillonnage pour le sel de qualité alimentaire

31. Le document de travail sur le sel de qualité alimentaire a été présenté par M. J.M. Rafols du CEES. Celui-ci a informé le Comité que les plans d'échantillonnage révisés nécessitaient encore des améliorations rédactionnelles, particulièrement dans la version française. De plus, la question du nombre d'échantillons pour laboratoires à analyser (voir section 7.1) devait encore être examinée parce qu'il était apparu qu'un nombre moindre d'analyses pourrait être effectué.

32. Après avoir examiné la question en détail, le Comité a été d'avis que les plans d'échantillonnage devraient être revus par un groupe de rédaction composé de personnes familiarisées avec les méthodes d'échantillonnage pour le sel. Les délégations des Etats-Unis, de la Pologne et de la France ainsi que le représentant du CEES ont été invités à examiner les plans d'échantillonnage.

33. Sur la recommandation du groupe de rédaction, le Comité a approuvé les amendements au plan d'échantillonnage pour le sel indiqués ci-après. Il a décidé aussi d'apporter des changements rédactionnels aux paragraphes 3 à 5 pour les adapter auxdits amendements.

- a) Il a été convenu que le paragraphe 3 (d) de l'introduction du document CX/MAS 88/7 serait modifié par la suppression des 4 dernières lignes du texte commençant par "Comme les quantités...".
- b) Section 6 Procédure - Dans la section 6.1.2 le mot "périodique" a été supprimé dans le titre, aussi bien que dans le texte.
- c) Le texte de la section 6.3.2 a été remplacé par le texte suivant: "Un ou plusieurs échantillons mélangés en vrac, chacun composé d'une partie des prélèvements tirés du lot, forment l'échantillon de laboratoire". Il a été

noté que "l'échantillon de laboratoire" correspondrait à "l'échantillon mélangé en vrac" décrit et présenté dans le document CX/MAS 1-1987, Annexe IV, page 19, paragraphe 4.

- d) La section 6.3.3. a été supprimée et remplacée par le texte suivant: "Au moins deux prises d'essai de l'échantillon de laboratoire sont analysées". Le Comité a été d'avis que l'indication n=2 ou n=3 à la place de l'indication n=5 figurant actuellement dans le document n'aurait pas d'effet adverse sur la signification de la méthode ou sur sa précision. Il a été noté également que la pratique courante était d'utiliser seulement deux prises d'essai pour reproduire les analyses de laboratoire.
- e) Concernant l'Annexe, qui comportait des exemples d'échantillons de taille minimum, le Comité a décidé de la supprimer et d'inclure dans le texte la référence suivante aux instructions du Codex sur l'échantillonnage (CX/MAS 1-1987 Annexe V, Tableau 3): "Le nombre d'articles à inspecter doit être le nombre spécifié pour la taille du lot spécifique au niveau d'inspection No. 2, figurant dans le tableau 3, CX/MAS 1-1987 Annexe V".

34. Le Comité a confirmé le plan d'échantillonnage pour le sel de qualité alimentaire avec ses modifications (voir Annexe III), en vue de la détermination des facteurs essentiels de composition et de qualité du sel, conformément à la Section 3 de la Norme. Il est convenu que dans une étape ultérieure le plan d'échantillonnage pourrait être incorporé dans une publication générale du Codex sur l'échantillonnage. Il a été noté que le CEES pourrait également souhaiter publier le plan d'échantillonnage après son adoption par la Commission du Codex Alimentarius.

Plans d'échantillonnage inclus dans les projets de normes Codex

35. La délégation du Royaume-Uni s'est inquiétée du fait que les Comités du Codex s'occupant de produits n'avaient pas fait grand chose pour revoir les plans d'échantillonnage inclus ou à inclure dans les normes Codex sur la base des Instructions relatives à l'échantillonnage. Le Comité a estimé qu'il était nécessaire de considérer l'échantillonnage dans les normes Codex et dans les projets de normes sur la base des Instructions et il a demandé au Secrétariat de prendre les dispositions nécessaires.

Pistaches non décortiquées et dattes

36. Le Comité a noté que la procédure d'échantillonnage recommandée par le Comité s'occupant des produits ne prévoyait pas de dispositions concernant les critères d'acceptation des lots ni de recommandations concernant la taille de l'échantillon par rapport aux lots. Il a été remarqué qu'il faudrait disposer d'informations sur l'aflatoxine produisant des moisissures dans les noix de pistaches pour pouvoir dire si un lot est acceptable ou non. Le Comité n'a pas confirmé les méthodes d'échantillonnage proposées et il a invité le Comité s'occupant des produits à reconsidérer la question à la lumière des Instructions relatives à l'échantillonnage.

Matières protéiques végétales, produits à base de protéine de soja, gluten de blé

37. Le Comité a noté que le Comité s'occupant des produits n'avait pas tenu compte des instructions d'échantillonnage et que les méthodes ISO (2170-1980, Echantillonnage des produits moulus) contenaient des instructions détaillées sur le prélèvement d'échantillons et la dimension de ceux-ci, mais ne contenaient pas d'indications quant aux critères d'acceptation du lot. Le Comité a décidé de confirmer la procédure d'échantillonnage de l'ISO à titre provisoire en attendant la révision de la question de l'échantillonnage par le Comité s'occupant des produits et par le CCMAS.

Normes et projets de normes élaborés par le Comité de coordination pour l'Afrique

38. En prenant note des observations formulées au sujet des matières protéiques végétales (voir paragraphe 37), le Comité a ajourné la confirmation des procédures

d'échantillonnage de l'ISO et de l'ICC incluses dans ces normes. Le Secrétariat a été invité à porter les conclusions du Comité concernant l'échantillonnage à l'intention du Comité de coordination pour l'Afrique.

Filets de poisson et calmars surgelés, ailerons de requin séchés

39. Le Comité a noté que les normes contiennent des références au plan d'échantillonnage par attributs du Codex (CAC/RM 42-1969) pour la détection des défauts d'apparence et la vérification du contenu net. Il a également noté que dans le cas des calmars surgelés, le plan d'échantillonnage élaboré pour des blocs surgelés de poisson a été recommandé également pour les blocs destinés à subir un traitement ultérieur. Compte tenu du fait que les normes en question concernent les premières étapes de la procédure du Codex et que la question de l'échantillonnage sera revue aussi bien par le Comité s'occupant des produits que par le CCMAS, le Comité a décidé de n'approuver les plans d'échantillonnage qu'à titre provisoire.

Projet de normes pour certains légumes secs, la farine de sorgho et le sorgho en grains, la farine et la semoule de blé dur, la farine de blé, le maïs, la farine de maïs complète et le gruau de maïs dégermé

40. Le Comité a noté que le Comité s'occupant des produits avait recommandé que les méthodes d'échantillonnage figurant dans les normes soient confirmées à titre provisoire. Le Comité a accepté cette proposition. Il a noté que les diverses références incluses dans les projets de normes correspondaient principalement à des méthodes d'échantillonnage et à des recommandations concernant les dimensions des échantillons mais n'étaient pas conformes aux recommandations comprises dans les Instructions relatives à l'échantillonnage. Par exemple aucune recommandation n'avait été formulée concernant les critères d'acceptation des lots. Le Comité s'occupant des produits a été invité à poursuivre l'examen de cette question.

Echantillonnage pour la détermination des aflatoxines dans les céréales, les légumes secs et les légumineuses

41. Le Comité a noté que le Comité s'occupant des produits avait examiné la question de l'échantillonnage pour la détermination des aflatoxines à la demande du Comité du Codex sur les additifs alimentaires et les contaminants (CCFAC) et avait recommandé une approche simple et pratique fondée sur la moyenne du lot déterminée à l'aide d'un échantillon composite prélevé au hasard. Il a été noté toutefois qu'une telle approche exigerait un changement de la valeur du niveau proposé dans les directives du CCFAC concernant les aflatoxines. Le Comité s'est félicité de cet effort concerté visant à arriver à des solutions pratiques en matière d'échantillonnage mais il a noté aussi que des informations supplémentaires sur la distribution des aflatoxines dans les céréales, les légumes secs et les légumineuses seraient requises pour l'élaboration d'un plan d'échantillonnage statistique. Le Comité a conclu que l'approche pratique intérimaire suggérée par le Comité s'occupant des produits pourrait être confirmée à titre provisoire mais que la question appelait des observations supplémentaires.

Huile de soja

42. Le Comité s'est félicité des efforts déployés par le Comité s'occupant des produits pour appliquer les instructions concernant l'échantillonnage. Il a noté d'autre part qu'un plan d'échantillonnage spécifique pour le contenu net (voir paragraphes 24 à 29) était en préparation. Il a noté aussi qu'il faudrait poursuivre l'examen de la question de l'acceptation des lots pour les additifs alimentaires et de celle du développement des directives du Codex sur l'échantillonnage (voir paragraphes 18 à 23). Le Comité a décidé en conséquence de confirmer à titre provisoire la méthode d'échantillonnage proposée pour l'huile de soja et il a invité le Comité s'occupant des produits à suivre cette question.

Contaminants de l'environnement

43. Le Comité a noté que le CCFAC avait suggéré que la procédure d'échantillonnage élaborée pour les résidus de pesticides (CAC/PR 5-1988) pourrait également être appliquée pour le plomb, le cadmium et le mercure. Il a noté aussi que cette approche correspondait à une procédure d'échantillonnage comportant l'analyse d'un échantillon en vrac mélangé (voir les instructions concernant l'échantillonnage, Annexe IV, B). Selon la délégation du Royaume-Uni, l'hétérogénéité de la répartition des contaminants de l'environnement dans les aliments pourrait interdire l'utilisation d'un plan d'échantillonnage aussi simple. La délégation des Etats-Unis a fait remarquer au Comité que l'on connaissait relativement bien la distribution des résidus résultant de l'application de pesticides, mais que l'on manquait d'information sur la distribution des contaminants de l'environnement dans les aliments. Il faudrait être mieux informé pour se faire une opinion quant à la possibilité d'appliquer la méthode d'échantillonnage proposée par le CCFAC. La délégation de la Hongrie n'a pas partagé ces vues et elle a exprimé l'avis que, compte tenu des données relatives aussi bien à la toxicologie qu'à l'homogénéité, on pouvait adopter une approche basée sur l'utilisation d'échantillons composites en ce qui concerne les contaminants de l'environnement en question. La délégation des Pays-Bas a indiqué que la distribution des contaminants de l'environnement dans les aliments (distribution asymétrique) ne permettait pas l'application d'une procédure simple d'échantillonnage. La délégation du Danemark a fait observer que le niveau du mercure dans les poissons dépendait de la taille de ceux-ci et qu'il était difficile, de ce fait, de fixer des limites et de recommander des méthodes d'échantillonnage. La délégation de l'Australie a indiqué qu'il pourrait être nécessaire de poursuivre l'étude de la question de la distribution hétérogène des contaminants dans un produit.

44. Le Comité a considéré qu'il ne serait pas possible de formuler un avis précis sur la possibilité d'appliquer aux contaminants de l'environnement une méthode simple d'échantillonnage comme on l'a proposé pour les résidus de pesticides sans connaître la distribution des contaminants en question dans les aliments. Le CCFAC a été invité à approfondir cette question en considérant entre autres les parties des produits d'origine animale et végétale auxquelles s'appliquent les niveaux indiqués dans les directives.

RAPPORT DE LA SEPTIEME REUNION INTERINSTITUTIONS (RII) (point 10 de l'ordre du jour)

45. Le Comité a été saisi du rapport de la septième réunion inter-institutions (document de séance No 1). Le rapport a été présenté par le Secrétaire de la RII, M. K.G. Lingner (ISO). Dans son rapport, M. Lingner a appelé l'attention sur les décisions de la RII et a relevé que de bons progrès avaient été réalisés par les organisations internationales en ce qui concerne la suite à donner aux demandes du Codex concernant le développement ou la mise à l'épreuve des méthodes d'analyse. En ce qui concerne l'échantillonnage, la RII a noté que de nouvelles observations du CCMAS étaient attendues à ce sujet et il a décidé en conséquence de ne pas prendre de nouvelles décisions. Des progrès importants ont été réalisés dans l'harmonisation du protocole relatif à une mise à l'épreuve concertée des méthodes. M. Lingner a exprimé l'opinion qu'il serait essentiel d'inclure le rapport de la RII dans le rapport du CCMAS et il a demandé au Secrétariat du Codex d'en examiner la possibilité.

46. Il a été unanimement reconnu qu'il serait très souhaitable d'annexer le rapport de la RII au rapport du CCMAS, comme on l'avait fait dans le passé et conformément à la demande formulée par le Secrétaire de la RII et appuyée par le Président de celle-ci, M. G. Castan (ISO).

47. Un membre de la délégation de l'ISO à la RII (M. Ruig, Pays-Bas) a renseigné le Comité sur l'utilisation, à la place de méthodes méticuleusement décrites intérieurement, d'une nouvelle approche pour la validation des méthodes (fondée sur l'utilisation de critères permettant de déceler la présence d'une substance à doser dans une matrice). Il a informé le Comité que le recours à de tels critères visant à déterminer la présence

d'une substance à doser avait été spécifié pour de nombreuses méthodes d'analyse et que ces critères avaient été indiqués dans un projet de document de la CEE (VI/1541/88EN) intitulé "Critères pour les méthodes de référence en vue de l'analyse des résidus".

48. Au sujet du paragraphe 10 du rapport de la RII, le représentant de l'AOAC a fait savoir au Comité qu'une nouvelle réunion du groupe de travail de l'UICPA sur l'harmonisation aurait lieu à Washington, D.C. (Etats-Unis) du 17 au 20 avril 1989 et qu'elle aurait pour thème l'harmonisation des schémas de qualité dans l'analyse chimique ainsi que l'adoption et la présentation des méthodes d'analyse normalisées à la suite d'études interlaboratoires (voir paragraphe 52).

49. Le Comité a reconnu qu'il était nécessaire de déterminer les priorités et les exigences du Codex en matière de méthodes d'analyse et que cette tâche pourrait être assumée par le CCMAS avec l'assistance du Secrétariat (voir paragraphe 27 du rapport de la RII).

50. Concernant la question du rôle des organisations internationales dans l'élaboration de méthodes d'échantillonnage pour les produits alimentaires, le Comité a estimé qu'il serait mieux à même de déterminer ce rôle à l'issue des discussions sur les procédures d'échantillonnage du Codex (voir paragraphe 29 du rapport de la RII).

51. Le Secrétariat a informé le Comité que la méthode générale d'incinération proposée par la délégation de l'URSS à la dernière session du Comité avait été renvoyée à la RII pour que celle-ci l'examine à nouveau, cela parce que de l'avis du Secrétariat, la mise au point d'une procédure générale d'incinération devrait être confiée à une organisation internationale plutôt qu'au CCMAS. La délégation des Etats-Unis a indiqué qu'en consultation avec le délégué de l'URSS, une nouvelle version de la méthode générale destinée à être publiée dans le JAOAC avait été préparée. Les observations qui pourraient être présentées au sujet de la méthode générale d'incinération pourraient être examinées par un groupe de travail du CCMAS au cours de la prochaine session de celui-ci. Une note d'information appropriée devra être insérée dans le Bulletin de l'AOAC "Referee" ainsi que dans la "Swedish Food Laboratory Newsletter". Le Comité a approuvé cette suggestion. Le délégué de l'URSS l'a approuvée également, d'autant plus qu'il ne voyait pas bien à quel essai interlaboratoires on pourrait soumettre une telle procédure générale d'incinération (voir paragraphes 32 à 35 du rapport de la RII).

52. Le Comité a noté que selon l'avis du Secrétariat du Codex exprimé à la RII, il y aurait intérêt à ce que les différentes organisations internationales s'entendent pour mettre au point une méthode de définition applicable à une caractéristique donnée d'une denrée alimentaire déterminée (voir paragraphe 60 du rapport de la RII). Il a noté également qu'étant donné le grand nombre de méthodes requises pour l'analyse des additifs alimentaires dans les aliments, les priorités devraient être définies et une collaboration étroite devrait s'instaurer entre les organisations internationales en vue de la mise à l'épreuve de telles méthodes (voir paragraphe 65 du rapport de la RII).

53. Le Comité a remercié la RII ainsi que son Président M. Castan et son Secrétaire M. Lingner pour leur précieuse contribution aux travaux de la Commission du Codex Alimentarius dans le domaine de l'échantillonnage et de l'analyse. Il a noté que la RII continuerait à se réunir avant les sessions du CCMAS. Le rapport de la RII figure à l'Annexe VIII du présent rapport.

CLASSIFICATION DES METHODES D'ANALYSE DU CODEX (point 11 de l'ordre du jour)

54. Le Comité a été saisi d'un document de travail préparé par la délégation du Royaume-Uni (CX/MAS 88/9) sur les problèmes concernant la classification des méthodes du Codex en "méthodes-critères", "méthodes de référence" et "méthodes de remplacement approuvées". Le document donnait des exemples montrant que la classification des méthodes du Codex paraissait parfois illogique et que dans certains cas il était difficile d'interpréter les principes généraux pour l'établissement des méthodes d'analyse du Codex. Ainsi, on ne voyait pas clairement si le dosage des protéines par

l'utilisation d'un facteur convenu et la détermination de l'azote devaient être considérés comme des méthodes du type I ou du type II. La classification correcte des méthodes du Codex était considérée comme essentielle en vue de l'obligation qu'ont les gouvernements d'accepter les normes du Codex se référant à de telles méthodes.

55. La délégation de l'URSS a remarqué qu'en principe, les méthodes du Codex devraient être classifiées sur la base des données métrologiques se rapportant à leur efficacité. Certaines délégations ont exprimé l'avis que l'on attachait trop d'importance à la classification des méthodes du Codex. D'autres ont estimé qu'à des fins de classification, des directives claires devraient être données au Comité du Codex en particulier. Au sujet de la nécessité de soumettre à des études interlaboratoires des méthodes "anciennes" classifiées comme appartenant au type IV, le représentant de l'IFG a indiqué qu'il serait possible de procéder à quelques-uns des tests supplémentaires requis. Le Comité a noté que l'utilisation des "kits" d'essais commerciaux pourrait causer des difficultés si elle était entérinée par le Codex puisque la composition des "kits" pouvait varier, ou si les "kits" devenaient plus difficiles à obtenir pour des raisons commerciales.

56. La délégation des Etats-Unis a remarqué que d'une façon générale, la classification des méthodes se poursuivait de façon satisfaisante, mais que quelques directives pourraient jouer un rôle utile en permettant qu'elle se fasse de façon rationnelle. La délégation des Etats-Unis s'est inquiétée d'autre part du fait que les pays n'avaient pas le temps d'étudier en détail le document préparé par le Royaume-Uni et elle a suggéré que l'on distribue ce document en vue de recueillir des commentaires. La délégation du Canada a remarqué que la différence entre les méthodes du type I et du type II était plus apparente que réelle, puisque les deux méthodes sont des méthodes reconnues par le Codex et destinées à être utilisées en cas de litige.

57. Le Comité a décidé que l'on enverrait le document préparé par le Royaume-Uni (voir Annexe VI) aux gouvernements en vue de recueillir leurs observations et que la question de la classification ainsi que celle du concept des méthodes simples devraient être réexaminés à la prochaine session. La délégation du Royaume-Uni a accepté d'examiner les observations présentées et de préparer une série de directives concises en vue de la classification des méthodes d'analyse du Codex.

LIMITE DE DETERMINATION (point 12 de l'ordre du jour)

58. Le Comité a été saisi d'un document sur la question de la définition de la "limite de détermination" (CX/MAS 88/10), préparé par la Hongrie. Présenté par M. A. Zsigmond, Secrétaire technique hongrois, ce document résumait les discussions sur la question qui avait eu lieu aux sessions antérieures du Comité et rappelait qu'à la quinzième session, la délégation de l'URSS avait proposé qu'une définition nouvelle et plus appropriée soit trouvée pour assortir d'un ordre de grandeur la notion de limite de détermination.

59. En réponse à une question posée par la délégation des Pays-Bas, le Secrétariat a expliqué que la documentation scientifique présentée par les délégations de l'URSS et de la Tchécoslovaquie à la dernière session n'avaient pas été distribuée aux Gouvernements en vue de recueillir leurs commentaires comme l'avait demandé le Comité. Le Secrétariat avait renoncé à distribuer cette documentation parce qu'il était apparu qu'il serait plus indiqué de la soumettre à des organisations internationales intéressées telles que l'UICPA, l'AQAC ou l'ISO. C'est pour cette raison que la RII avait été invitée à examiner la question (voir paragraphe 81, rapport de la 7ème réunion inter-institutions). Le Secrétariat a fait remarquer d'autre part que le CCMAS jugerait probablement plus intéressant de prendre connaissance des résultats d'essais interlaboratoires qui montrent les limites de performance de la méthode que de discuter des moyens par lesquels les limites de détermination ou de détection pourraient être définies en termes mathématiques précis.

60. La délégation de la Tchécoslovaquie a suggéré que le problème en question soit soumis à l'examen de l'ISO TC 69. Le représentant de l'ISO a déclaré que le TC 69 SC 6 aurait un mandat trop général pour pouvoir utilement se pencher sur cette question.

61. La délégation des Etats-Unis a informé le Comité que la nouvelle définition de la limite de détermination se rapportant à la sécurité proposée serait soumise au JAOAC pour que celui-ci la publie sous la forme d'un document scientifique préparé par le Professeur I. Skurihin (URSS).

62. Le Comité a estimé qu'il serait plus indiqué de soumettre la question à l'UICPA et il a invité le Secrétariat à réunir tous les documents et matériaux scientifiques précédemment soumis au Comité et à les transmettre à l'UICPA en demandant que celui-ci les examine. Le Comité a exprimé le désir d'être tenu au courant de l'évolution de la question.

CHOIX DE METHODES SIMPLES D'ANALYSE (point 13 de l'ordre du jour)

63. Le Comité a été saisi d'un document de travail (CX/MAS 88/11) préparé par le Secrétariat du Codex à la demande du Comité et de la Commission. Le document examinait les moyens par lesquels on pourrait aider les pays en développement à choisir des méthodes d'analyse "simples".

64. Le Comité a noté que le Comité du Codex sur les résidus de pesticides avait défini des méthodes "simples" en se référant à certains types d'instruments, de réactifs, etc. Les délégations des Pays-Bas et de Cuba ont exprimé l'avis que les déterminations par chromatographie en phase liquide à haute performance (HPLC) n'étaient pas le reflet du recours à une méthode simple. La délégation du Royaume-Uni s'est demandé si c'était la tâche du Codex de proposer des méthodes d'analyse simples et elle a remarqué d'autre part qu'il ne paraissait pas indiqué de confier au Comité, comme le suggérait le Secrétariat, le soin de préparer une liste d'appareillage, de produits, etc., pouvant être utilisés dans les laboratoires des pays en développement, d'autant plus que l'on pouvait peut-être déjà trouver ce genre d'information dans d'autres documents de la FAO. La délégation de l'Australie a informé le Comité qu'un groupe de l'OMS s'occupant des stupéfiants avait établi une liste de produits chimiques et d'appareillage de laboratoire dans le genre de celle dont il venait d'être question, et qu'il s'agissait d'un matériel qui pourrait être utilisable pour l'analyse des aliments.

65. La délégation de Cuba a salué avec satisfaction la parution d'un document qui traite d'un problème auquel beaucoup de pays en développement sont confrontés et dont on discute depuis de nombreuses années. Elle a suggéré que ce document soit communiqué aux Gouvernements et que des mesures soient prises pour aider les laboratoires qui ne disposent que d'un équipement limité.

66. Le Comité a reconnu que la définition de méthodes d'analyse "simples" proposées par le Comité du Codex sur les résidus de pesticides ne s'appliquait peut-être pas aux méthodes d'analyse en général, notamment en ce qui concerne les déterminations par HPLC. Il a été décidé que les Comités du Codex, y compris les Comités de coordination, seraient invités à donner suite au document de travail préparé par le Secrétariat. Il a été reconnu d'autre part qu'une liste d'appareillage, de produits, etc., avec des spécifications minimales de pureté concernant les réactifs pour laboratoires serait utile aux pays en développement mais que le soin d'établir cette liste devrait être confié à la FAO plutôt qu'au CCMAS.

CONFIRMATION DES METHODES D'ANALYSE DANS LES PROJETS DE NORMES (point 14 de l'ordre du jour)

67. Le Comité a été saisi d'un document de travail portant sur les méthodes d'analyse devant être confirmées par lui, sur les informations fournies à ce sujet par le CEES et sur la détermination de la teneur totale en graisse et en jaune d'oeuf de la mayonnaise (CX/MAS 88/12 parties II et III, CX/MAS 88/12 Add.1) ainsi que du rapport du groupe de travail ad hoc sur l'analyse (document de séance 2). Le rapport du groupe de travail a été présenté par son Président, M. W. Horwitz (Etats-Unis). M. Horwitz a indiqué que le

groupe de travail avait étudié en détail les méthodes proposées y compris celles qui avaient été revues par les différents Comités du Codex chargés des produits. Il a souligné les points au sujet desquels le groupe de travail souhaite que l'on recueille un supplément d'information avant qu'une décision soit prise en matière de confirmation.

68. Le Comité a examiné les documents de travail et le rapport du groupe de travail. Au cours de la discussion, les remarques suivantes ont été formulées:

- a) En ce qui concerne la détermination du plomb dans les produits à base de cacao et dans les graisses et huiles comestibles, le représentant de l'UICPA a demandé qu'il soit mentionné dans le rapport qu'une méthode de détection du plomb dans les graisses et dans les huiles avait fait l'objet d'une étude interlaboratoires dont les résultats seraient publiés sous peu.
- b) Au sujet de la méthode de détermination de la perte occasionnée par le séchage citée dans certaines normes s'appliquant à divers éléments diététiques spéciaux, le représentant de l'IFG a suggéré que le Comité chargé des produits soit invité à considérer la possibilité de sécher dans le vide à une température de 70°C les produits à forte teneur en fructose.
- c) Un certain nombre de délégations ont été d'avis que la confirmation à titre provisoire, proposée par le groupe de travail, de la méthode de détermination des vitamines D et C dans des produits à base de graisse végétale déterminés soit remplacée par une confirmation sans réserve. Le Comité compétent devrait être invité à proposer des méthodes plus modernes qu'il pourrait examiner lors d'une prochaine session.
- d) La délégation de l'URSS a recommandé que le Comité invite les organisations internationales à envoyer, avant la prochaine session du CCMAS, des informations sur les résultats des investigations métrologiques concernant toutes les méthodes à confirmer.

69. Le Comité a adopté le rapport du groupe de travail sur l'analyse avec les modifications sus-mentionnées (voir Annexe IV). Le Comité a remercié M. Horwitz, Président du groupe de travail, et le Secrétariat pour leur précieuse contribution à l'évaluation des méthodes proposées par les Comités s'occupant des produits.

METHODES GENERALES D'ANALYSE POUR LES CONTAMINANTS (point 15 de l'ordre du jour)

70. Le Comité a noté que le document CX/MAS 88/13 n'était pas disponible mais que des informations avaient été reçues de la FIL au sujet de la détermination de la teneur en cuivre du lait et des produits laitiers (normes internationales de la FIL 76A:1980) par une méthode photométrique utilisant le dithiocarbamate diéthylique. Des informations ont été également reçues pendant la session (voir paragraphe 12) du représentant de l'IUCPA au sujet de la détermination du cuivre, du fer et du nickel dans les graisses et les huiles par l'utilisation de la méthode SAA dans un four au graphite. Il a été noté que ces méthodes n'étaient pas généralisées. La délégation de la Hongrie a informé le Comité que la méthode pour la détermination du cuivre, au sujet de laquelle des observations avaient été reçues (AOAC XIV, 1984, 25.066, méthode au carbamate), avait été confirmée en vue de son utilisation dans les pays du CAEM.

71. Le Comité a reconnu qu'il était temps de revoir les méthodes générales du Codex pour les contaminants et il a décidé de faire le nécessaire pour recueillir des observations au sujet des méthodes générales adoptées jusqu'à présent par la Commission et de la méthode de remplacement pour le cuivre proposée par l'URSS, ces diverses méthodes devant être revues à la prochaine session (voir Annexe VII).

METHODES D'ANALYSE NECESSAIRES POUR LES NORMES CODEX (point 16 de l'ordre du jour)

72. Le Comité a été informé que le document de travail CX/MAS 88/14 contenant une liste de méthodes d'analyse demandant à être mises au point ou validées avait été examiné

en détail par la RII (voir paragraphe 8). Le Secrétariat a expliqué que la liste de méthodes figurant dans ce document n'était pas exhaustive puisqu'elle ne comprenait pas les méthodes requises pour la détermination des contaminants, des additifs alimentaires et d'autres substances pouvant se trouver dans les aliments. Le Secrétariat a d'autre part exprimé l'avis qu'il appartenait au CCMAS et aux Comités intéressés du Codex d'indiquer exactement leurs desiderata en ce qui concerne les méthodes qui devraient être élaborées ou examinées par les organisations internationales. Il y aurait des priorités à déterminer, notamment en ce qui concerne le travail considérable qu'exigera la mise au point des méthodes d'analyse des additifs alimentaires dans les aliments.

73. Considérant que les méthodes d'analyse dont la liste figurait dans le document CX/MAS 88/14 avaient été examinées par le groupe de travail sur l'analyse, le Comité n'a pas jugé utile de les soumettre séparément à un nouvel examen. Il a estimé toutefois, comme le Secrétariat, que les Comités s'occupant de produits devaient être invités à indiquer leurs besoins en matière de méthodologie, en tenant compte de l'importance des dispositions ou des produits alimentaires considérés, de façon que le CCMAS soit en mesure d'inviter les organisations internationales à se pencher sur le problème des méthodes qui revêtent une importance pour la Commission du Codex Alimentarius. Le Président du Comité a exprimé l'avis que la détermination des micro-éléments et des vitamines constituait un problème prioritaire.

TRAVAUX FUTURS (point 17 de l'ordre du jour)

74. Le Comité a constaté que l'examen et la confirmation des méthodes d'analyse et d'échantillonnage ainsi que l'exécution des tâches spéciales se rapportant à l'échantillonnage et à l'analyse décrites ci-après constituaient pour lui un programme de travail suffisant.

75. Le Comité a été informé qu'un volume spécial du Codex Alimentarius pourrait être consacré aux questions relatives à l'analyse et que le Secrétariat espérait être en mesure de présenter un rapport à ce sujet à la prochaine session du Comité. Ce volume du Codex Alimentarius constituerait une récapitulation des matériaux relatifs à l'analyse figurant dans les publications et rapports du Codex ainsi que des méthodes générales déjà adoptées.

76. Le Comité a noté que les questions suivantes étaient à l'examen ou devraient être examinées dans l'avenir:

Echantillonnage

- Confirmation des dispositions relatives à l'échantillonnage dans les normes Codex
- Confirmation et examen des plans d'échantillonnage spécifiques élaborés par les Comités du Codex
- Plans d'échantillonnage pour le contenu net
- Plans d'échantillonnage pour les poids égouttés
- Directives Codex sur l'échantillonnage et les questions connexes
- Examen des questions concernant l'échantillonnage découlant de la RII.

Analyse

- Confirmation ou examen des méthodes d'analyse dans les normes Codex
- Elaboration ou examen des méthodes générales d'analyse du Codex pour les contaminants ainsi que d'autres méthodes générales, par exemple celles qui ont trait aux additifs alimentaires

- Méthodes générales d'incinération pour la détermination des contaminants constitués par des métaux lourds
- Problèmes d'analyse spécifiques soumis au Comité pour examen
- Examen des méthodes "simples" et choix de méthodes de remplacement approuvées (méthodes simples comprises)
- Directives pour la classification des méthodes Codex
- Questions découlant de la RII.

AUTRES QUESTIONS (point 18 de l'ordre du jour)

77. La délégation de Cuba a exprimé le désir que tous les efforts soient faits pour assurer la traduction de tous les documents et l'interprétation des débats en espagnol. De l'avis de la délégation de Cuba, cela contribuerait beaucoup à assurer une participation active et fructueuse des pays de langue espagnole aux travaux du Comité.

78. Après avoir pris connaissance d'une communication écrite de la délégation de Cuba et des déclarations de diverses délégations ainsi que du Secrétariat, le Comité a exprimé le désir que les documents de travail soient distribués bien avant les sessions du CCMAS afin que les Gouvernements aient amplement le temps d'étudier les documents techniques.

79. M. W.G. de Ruig (Pays-Bas) a présenté un document de séance (CX/MAS 88/19) sur l'"utilisation de critères dans le contrôle analytique" et un document provisoire de la CEE (VI/1541/88-EN) sur les "critères pour les méthodes d'analyse de référence pour les résidus". Ces deux documents constituent une nouvelle approche en matière de validation de méthodes analytiques. Le Comité a brièvement examiné l'approche proposée et a noté que le document présenté par M. de Ruig serait publié dans le "Journal of Chemometrics". Le Secrétariat a informé le Comité qu'à sa récente session, le Comité de coordination du Codex pour l'Europe avait également examiné les méthodes chimiométriques d'identification des denrées alimentaires et de détermination des ingrédients alimentaires. La délégation des Etats-Unis a exprimé l'avis que ces méthodes étaient intéressantes mais pas utilisables pour résoudre les problèmes de variabilité.

80. Le Comité a jugé intéressantes les nouvelles méthodes mentionnées au paragraphe 79 ci-dessus et a exprimé l'espoir que la communauté scientifique leur accorderait l'attention qui convient. Il a exprimé le désir d'être tenu au courant de l'évolution de la question.

81. La délégation de la Tchécoslovaquie a été d'avis que les unités de mesure et la terminologie adoptées sur le plan international devraient toujours être utilisées, quelle que soit la méthode employée.

DATE ET LIEU DE LA PROCHAINE SESSION (point 19 de l'ordre du jour)

82. , Le Comité a été informé que la Dix-septième session du CCMAS aura lieu à Budapest, probablement à la fin de l'année 1990.

ETAT D'AVANCEMENT DES TRAVAUX

<u>Sujet</u>	<u>Mesures à prendre par:</u>	<u>Cote du document (ALINORM 89/23)</u>
Directives pour l'échantillonnage	CCA Hongrie, Etats- Uni, Royaume-Uni Gouvernements CCMAS	par. 23, Annexe II
Echantillonnage pour le contenu net	CCA Gouvernements Etats-Unis CCMAS	par. 29, Annexe V
Plan d'échantillonnage pour le sel de qualité alimentaire	CCA III	par. 34, Annexe
Plans d'échantillonnage pour les normes Codex applicables à divers produits	CCPFV CCVP CC/AFRICA CCFFP CCCPL CCFO CCFAC	par. 36 par. 37 par. 38 par. 39 par. 40-41 par. 42 par. 43-44
Directives pour la classification des méthodes d'analyse du Codex et des méthodes d'analyse "simples"	Royaume-Uni Gouvernements CCMAS	par. 54-57, Annexe VI
Définition et choix de méthodes d'analyse "simples"	Comités du Codex	par. 63-66
Examen des méthodes générales d'analyse du Codex pour les contaminants	CCA Gouvernements CCMAS	par. 70-71, Annexe VII
Méthodes d'analyse nécessaires pour les normes Codex - Détermination des priorités	Secrétariat Comités du Codex CCMAS RII	par. 72-73

LIST OF PARTICIPANTS
LISTE DES PARTICIPANTS
LISTA DE PARTICIPANTES

Chairman: Dr. P. Biacs
Président: Professor, University of
Presidente: Horticulture and Food Industry
General Director, Central Research
Institute of Food Industry
Hermann Ottó út 15
1022 Budapest
Hungary

Secretary: A. Zsigmond
Secrétaire: Research Organizer
Secretario: Agricultural Biotechnology Center
P.O. Box 170
2101 Gödöllő
Hungary

MEMBER COUNTRIES
PAYS MEMBRES
PAISES MIEMBROS

AUSTRALIA
AUSTRALIE

C.J. Dahl
Government Analyst
Australian Government Analytical
Laboratories
P.O. Box 65
Belconnen, ACT 2616
Australia

AUSTRIA
AUTRICHE

H. Woidich
Professor
Lebensmittelversuchsanstalt
Blaasstr. 29
Wien, A-1190
Austria

BOTSWANA

T. Diteko
Principal Veterinary Officer
National Veterinary Laboratory
P/Bag 0035, Gaborone
Botswana

G.M. Nolovu
Food Scientist
National Veterinary Laboratory
P/Bag 0035
Gaborone
Botswana

CANADA

J.F. Lawrence
Research Scientist
Food Research Division
Health Protection Branch
Ottawa, Ontario KIA 0L2
Canada

C.J. Randall
Assistant Director
Laboratory Services Division
Agriculture Canada, Bldg 22, C.E.F.
Ottawa, Ontario, KIA 0C6
Canada

CHINA, PEOPLE'S REP. OF
CHINE, REP. POP. DE
CHINA, REP. POP. DE

Ying Hua Yang
Senior Engineer
No. 12, Jiang guo Men Wei Street
Beijing
China

CUBA

Mrs. L. Salgado
Médico Veterinario
Especialista en Central de la Calidol
Cubacentral
23 y P Vedado
Ministerio Comercio Exterior
La Habana, Cuba

Mrs. T. Serio
Licenciada Química
Especialista Principal - Ministerio de
la Industria Alimenticia
Calle Polar y Línea Ferrocarril
Cerro Ciudad Habana
Cuba

CZECHOSLOVAKIA
TCHECOSLOVAQUIE
CHECOSLOVAQUIA

J. Barvir
Dipl. Chemist
Czech Agricultural and Food Inspection
J. Plachty 16
151 18 Prague 5
Czechoslovakia

J. Kalas
Dipl. Chemist
Head of Central Laboratory Department
Slovak Agricultural and Food Inspection
Podjavorinskej 4
81549 Bratislava
Czechoslovakia

O. Procházková
Czech Agricultural and Food Inspection
Jindricha Plachty Street
Prague
Czechoslovakia

DENMARK
DANEMARK
DINAMARCA

G. Ellemann
Veterinarian
Inspection Service of Fish Products
Dr. Tvaergade 21
P.O. Box 9050
1022 Copenhagen
Denmark

B. Elsborg Jensen
National Food Agency
Moerkhoej Bygade 19
DK 2860 Soeborg
Denmark

FINLAND
FINLANDE
FINLANDIA

P.L. Penttila
Chief Inspector
National Board of Trade and Consumer Affairs
P.O. Box 5
SF-00531 Helsinki
Finland

J. Hirn
Professor
P.O. Box 368
SF-00101 Helsinki
Finland

H. Wallin
Research Scientist
Technical Research Centre of Finland
Food Research Laboratory
SF-02150 Espoo
Finland

FRANCE

Mrs. N. Blaize
DDCCRF
Ministère Consommation
13, rue St. Georges
75009 Paris
France

Mrs. B. Mandrou
Professor
Faculté de Pharmacie
34060 Montpellier Cedex
France

GERMANY, FED. REP. OF
ALLEMAGNE, REP. FED. D'
ALEMANIA, REP. FED. DE

W. Sanitz
Dipl. Ing., Food Technologist
Federal Health Office (BGA)
Bundesgesundheitsamt
Thielallee
1000 Berlin 33
Fed. Rep. of Germany

HUNGARY
HONGRIE
HUNGRIA

K. Sütö
President
Hungarian National Codex Committee
1450 Budapest 9, Pf. 24
Hungary

A. Glozik
Vice-President
Hungarian National Codex Committee
1051 Budapest, Kossuth tér 11
Hungary

J. Marosi
Vice-President
Hungarian National Codex Committee
1450 Budapest 9, Pf. 24
Hungary

F. Mohos
Executive Director
Chemical Engineer
Central Research Institute for Food
Industry
Hermann O. u. 15
1022 Budapest
Hungary

I. Oláh
Head of Department
Hungarian Office for Standardization
Ul181 út 25
1450 Budapest
Hungary

P. Molnár
Food Testing Institute
Mester u. 81
1095 Budapest
Hungary

A. Aczél
Head of Department
Szegedi Konzervgyár
Szeged
Hungary

K. Bezszilla
Senior Officer
Hungarian Office for Standardization
Ul181 út 25
1450 Budapest
Hungary

K. Bognár
Standards Officer
Hungarian Office for Standardization
Ul181 út 25
1450 Budapest
Hungary

Ms. I. Boros
Food Testing Institute
Mester u. 81
1095 Budapest
Hungary

B. Borszéki
Technical Adviser
Central Research Institute of Food
Industry
Hermann Ottó u. 15
1022 Budapest
Hungary

J. Domoki
Head of Department
National Institute of Food Hygiene and
Nutrition
Gyáli út 3/A
1097 Budapest
Hungary

M. Harkay
Chief Research Officer
University of Horticulture & Food Industry
Somlói u. 18
1118 Budapest
Hungary

HUNGARY (Cont.)

F. Kulcsár
Head, Department of Physics
Central Research Institute for Food
Industry
Budafoki u. 59
1111 Budapest
Hungary

V. Nagel
Engineer
Food Investigating Institute
P.O. Box 2
1581 Budapest 146
Hungary

V. Oláh
Veterinary Officer
Food Testing Institute
Mester u. 81
1095 Budapest
Hungary

E. Rácz
Head of Department
Ministry of Agriculture and Food
Budapest
Hungary

B. Sas
Head, Dept. of Toxicology
Food Investigating Institute
P.O. Box 2
1581 Budapest 146
Hungary

P. Szabó
Senior Officer of Standardization
Research Institute of Canning Industry
Budapest
Hungary

Ms. E. Szilágyi
Standards Officer
National Institute for Standardization
Ullői út 25
1450 Budapest
Hungary

Ms. M. Vámos
Expert
Central Food Research Institute
Hermann Ottó u. 15
1022 Budapest
Hungary

JAPAN
JAPON

S. Suzuki
Agricultural and Forest Products
Inspection Institute
4-4-7 Konan
Minato-Ku
108 Tokyo
Japan

KOREA, DEM. PEOPLE'S REP. OF
COREE, REP. POP. DEM. DE
COREA, REP. POP. DEM. DE

Kim Jong Su
Vice-Head
Foodstuff Institute
P.O. Box 901
Pyongyang
Democratic People's Republic of Korea

Choi Ji Yun
Fead
Foodstuff Institute Laboratory
P.O. Box 901
Pyongyang
Democratic People's Republic of Korea

KOREA, REPUBLIC OF
COREE, REPUBLIQUE DE
COREA, REPUBLICA DE

J.-K. LEE
Director, Government Officer
Ministry of Health and Social Affairs
Government Bldg., Joonang-Dong,
Kwachun-si
Kyounggi-Do
Republic of Korea

I.-S. SONG
Head Researcher
1022-6 Bangbae-Dong
Seocho-gu
Seoul
Republic of Korea

MOROCCO
MAROC
MARRUECOS

A. Dahmani
Engineer of Food Technology - D.R.F.
25 Avenue Alaouynes
Rabat
Morocco

M. Majdi
Engineer of Food Technology - D.R.F.
25 Avenue Alaouynes
Rabat
Morocco

NETHERLANDS
PAYS-BAS
PAISES BAJOS

J. Daenen
Food Inspection Service
Ministry of Welfare, Health and Culture
Florynruwe 111
Maastricht
The Netherlands

P.W. Hendrikse
Analytical Chemist
Unilever Research Laboratory
P.O. Box 114
3130 AC Vlaardingen
The Netherlands

W. de Koe
Food Standards Officer
Sir Winston Churchilleaan 362
2280 HK Ryjswijk
The Netherlands

W.G. de Ruig
State Institute for Quality Control
of Agricultural Products
P.O. Box 230
6721 HS Wageningen
The Netherlands

NORWAY
NORVEGE
NORUEGA

P.A. Rosness
Assistant Director General
Norwegian Food Control Authority
P.O. Box 8187 DEP
N-0034 Oslo 1
Norway

A. Vidnes
Adviser
Norwegian Food Control Authority
P.O. Box 8187 DEP
N-0034 Oslo 1

POLAND
POLOGNE
POLONIA

K. Cwiek
Mgr. Eng., Food Technologist
National Institute of Hygiene
Chocimska 24
00-791 Warsaw
Poland

K. Trawicka
Ministry of Foreign Trade
Poland Quality Inspection Office
laboratory
Czotgistow 8/12
Gdynia
Poland

S. Tyszkiewicz
Professor
Institute for Meat and Fat Industry
Rakowiecka 36
02-532 Warsaw
Poland

P. Wajda
Engineer
Ministry of Foreign Trade
Poland Quality Inspection Office
Laboratory
ul. Czotgistow 8/12
Gdynia
Poland

SPAIN
ESPAGNE
ESPANA

J.M. Vallejo
Ing. Agronomo
Ministerio de Agricultura, Pesca y
Alimentación
Dirección G. de Política Alimentaria
P. Infanta Isabel, 1
Madrid - 28014
Spain

SWEDEN
SUEDE
SUECIA

G. Fuchs
Ass. Professor
National Food Administration
P.O. Box 622
751 26 Uppsala
Sweden

B. Larsson
Senior Chemist
The Swedish National Food Administration
P.O. Box 622
751 26 Uppsala
Sweden

SWITZERLAND
SUISSE
SUIZA

R. Gerber
Chemist
Federal Office of Public Health
P.O. Box 2644
CH-3001 Bern
Switzerland

P. Rossier
Head of Codex Alimentarius Section
Haslerstrasse 16
CH-3000 Bern 14
Switzerland

P. Venetz
Ingénieur-chimiste
NESTEC SA
CH-1800 Vevey
Switzerland

THAILAND
THAILANDE
TAILANDIA

N. Thongtan
Director
Agricultural Chemistry Division
Department of Agriculture
Ministry of Agriculture and Cooperatives
Bangkhen
Bangkok 10900
Thailand

T. Hongsuwong
Chief Chemist
Office of Commodity Standards
Department of Foreign Trade
Ministry of Commerce
Bangkok 10200
Thailand

S. Srikongsri
Chemist
Biological Science Division
Dept. of Science Service
Ministry of Science, Technology and Energy
Rama VI Road
Bangkok 10400
Thailand

UNITED KINGDOM
ROYAUME-UNI
REINO UNIDO

R.S. Kirk
Laboratory of the Government Chemist
Queens Road, Teddington
Middlesex TW11 0LY
United Kingdom

C. Usher
Chemist
Unilever Research Laboratory
Colworth House
Sharnbrook, Bedfordshire
United Kingdom

R. Wood
Ministry of Agriculture, Fisheries & Food
65 Romney Street
London SW1P 3RD
United Kingdom

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

Ms. G.E.S. Cox
Chief Executive Officer
Cox and Cox Investments
12006 Auth Lane
Silver Spring, Maryland 20902
U.S.A.

G. Diachenko
Branch Chief
Division of Food Chemistry & Technology
Food and Drug Administration (HFF-413)
200 "C" Street, S.W. Washington DC 20204
U.S.A.

W.H. Dubbert
Asst. Deputy Administrator
USDA - Food Safety and Inspection Service
Washington DC 20250
U.S.A.

E. Elkins
Director, Chemistry Division
National Food Processors Association
1401 New York Av.
Washington DC 20005
U.S.A.

A. Gross
Manager/Chemist
200 de Forest Avenue
East Hanover NJ 07936
U.S.A.

W. Horwitz
Food and Drug Administration HFF-7
Washington, DC 20204
U.S.A.

Ms. I. Kamishlian
MGR Quality Assurance Lab.
The Coca-Cola Company
P.O. Drawer 1734
Atlanta GA 30301
U.S.A.

P. Khan
President, REGU-TECH Assoc. Inc.
158 West Boston, Post Road
Mamaronech NY 10543
U.S.A.

A.P. Rainosek
Professor of Statistics
University of South Alabama
Mobile Alabama 36688
U.S.A.

J. Springer
Director
Division of Mathematics
Food and Drug Administration
200 "C" Street, S.W. HFF-110
Washington DC 20204

UNION OF SOVIET SOCIALIST REPUBLICS
UNION DES REP'S SOC'S SOVIETIQUES
UNION DE REP'S SOC'S SOVIETICAS

I. Skurihin
Professor, Head of Laboratory of
Food Chemistry
Institute of Nutrition
Academy of Medical Science
Ustinsky proesd 2/14
Moscow 109 240
U.S.S.R.

INTERNATIONAL ORGANIZATIONS
ORGANISATIONS INTERNATIONALES
ORGANIZACIONES INTERNACIONALES

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL
CHEMISTS (AOAC)

W. Horwitz
1111 North 19th Street
Arlington VA 22209
U.S.A.

INTERNATIONAL CEREAL CHEMISTRY (ICC)

F. Orsi
Assistant Professor
Műegyetem rkp 3-4
1111 Budapest
Hungary

INTERNATIONAL GLUCOSE MANUFACTURERS
ASSOCIATION (IFG)

D.B. Whitehouse
Quality Assurance Manager
Cerestar SA/NV
Havenstraat 84
B-1800 Vilvoorde
Belgium

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR
STANDARDIZATION (ISO)

G. Castan
Delegué aux programmes prioritaires
AFNOR Tour Europe Cedex 7
92080 Paris la Defense
France

K.-G. Lingner
Technical Group Manager
Standards Development
ISO Central Secretariat
1, rue de Varembe
CH-1211 Geneva 20
Switzerland

Ms. E. Nagy
Secretary of ISO/TC34
Hungarian Office for Standardization
Ullői út 25
1093 Budapest
Hungary

H.W. Schipper
Head, Department of Agriculture and
Food Products
P.O. Box 5059
2600 GB Delft
The Netherlands

EUROPEAN COMMITTEE FOR THE STUDY OF SALT
(ECSS)

J.M. Rafols
Chemist
Unión Salinera de España, S.A.
Rambla Estudios 109-1
08002 Barcelona
Spain

INTERNATIONAL VINE AND WINE OFFICE (OIV)

Ms. B. Mandrou
Professeur
Faculté de Pharmacie
34060 Montpellier Cedex
France

FAO/CODEX SECRETARIAT
SECRETARIAT FAO/CODEX
SECRETARIA FAO/CODEX

L.G. Ladomery
Food Standards Officer
Joint FAO/WHO Food Standards Programme
FAO, Via delle Terme di Caracalla
00100 Rome
Italy

E. Casadei
Food Standards Officer
FAO, Via delle Terme di Caracalla
00100 Rome
Italy

HUNGARIAN SECRETARIAT
SECRETARIAT HONGROIS
SECRETARIA HUNGARO

I. Oláh
Secretary of the Hungarian Codex Committee
Hungarian Office for Standardization
P.O. Box 24
1450 Budapest 9
Hungary

SOMMAIRE DU PROJET DE DIRECTIVES DU CODEX SUR L'ECHANTILLONNAGE
ET LES QUESTIONS CONNEXES

1. Introduction
- 1.1 Objet et champ d'application
 - Manuel d'échantillonnage du Codex
 - Harmonisation entre les Comités
 - Recueil d'approches du Codex à l'égard de l'échantillonnage
- 1.2 Description du contenu
- 1.3 Historique de l'échantillonnage au Codex
- 1.4 Procédures d'acceptation du Codex, y compris les rapports entre l'acceptation des méthodes d'échantillonnage et les procédures d'échantillonnage
- 1.5 Principes généraux relatifs à l'échantillonnage et notes explicatives
2. Instructions relatives aux procédures d'échantillonnage

Cette section devrait comprendre un texte - assorti des modifications convenables - inspiré des Instructions d'échantillonnage CX/MAS 1-1987, comportant des définitions de termes, etc.
3. Considérations spéciales
- 3.1 Définition des expressions "lot", "lot d'inspection" et "livraison" et discussion de problèmes particuliers posés par l'identification des lots
- 3.2 Problèmes posés par la manutention d'une livraison composée de lots mélangés et disparates
- 3.3 Caractère hétérogène de la distribution de plusieurs contaminants dans un lot
- 3.4 Instructions concernant la levée de l'obligation de procéder à l'échantillonnage aléatoire des individus composant une expédition en vrac pour des raisons pratiques
- 3.5 Eclaircissements concernant le point d'échantillonnage
- 3.6 Procédures de rééchantillonnage à observer à la suite d'un litige portant sur les résultats d'une analyse
- 3.7 Considérations relatives à l'homogénéisation des individus en vue de la constitution d'un échantillon global mélangé

- 3.8 Organisation et références pour l'échantillonnage aléatoire d'un produit
- 3.9 Présentation et format normalisés des rapports d'échantillonnage, y compris la manière dont l'échantillon doit être manipulé et préparé, la fermeture et l'étiquetage de l'échantillon, la documentation qui doit l'accompagner et la mise à disposition d'un échantillon aux fins d'inspection permanente
- 3.10 Examen des résultats antérieurs obtenus auprès d'un établissement donné lorsqu'il y a lieu de procéder à un rééchantillonnage
4. Critères d'acceptation des lots
(Spécification du plan d'échantillonnage à utiliser du point de vue des diverses caractéristiques à vérifier, groupées de manière appropriée)
5. Procédures d'échantillonnage présentement décrites dans les normes Codex
6. Contenu net
7. Références
8. Index

Introduction

Le plan d'échantillonnage mis au point par le Comité du Codex sur les additifs alimentaires pour le sel est une procédure d'échantillonnage pratique: on peut y voir une méthode de type 4 (modifiée conformément à l'exemple du paragraphe 5 de l'Annexe IV des Instructions d'échantillonnage CX/MAS 1-1987), c'est-à-dire une procédure d'échantillonnage par variables pour la qualité moyenne: analyse de l'échantillon global mélangé. Les critères d'acceptation ne reposent que sur un seul résultat, la moyenne liée à l'étendue.

METHODE D'ECHANTILLONNAGE APPLICABLE AU SEL DE QUALITE ALIMENTAIRE POUR LES CRITERES DE COMPOSITION

1. OBJET

Il s'agit de la procédure d'échantillonnage à utiliser pour déterminer la composition afin d'évaluer la qualité alimentaire du chlorure de sodium (sel), conformément à la section 3 de la Norme Codex pour le sel de qualité alimentaire "Facteurs essentiels de composition et de qualité".

Les critères applicables pour l'acceptation ou le rejet d'un lot/livraison sur la base de l'échantillonnage, sont également indiqués.

2. CHAMP D'APPLICATION

Cette méthode est applicable pour l'échantillonnage de tous les types de sels, préemballés ou en vrac, destinés à être utilisés comme aliments.

3. PRINCIPE

Il s'agit d'une procédure d'échantillonnage par variables pour la qualité moyenne: analyse de l'échantillon global mélangé.

On tire un échantillon global mélangé et, pour s'assurer qu'il est représentatif du lot/livraison, on le réduit à un certain nombre d'échantillons de laboratoire, chacun composé d'une proportion des individus extraits du lot/livraison à analyser.

Le critère d'acceptation est le suivant: la moyenne des échantillons extraits du lot doit être conforme à la disposition de la norme.

4. DEFINITIONS

Les termes utilisés pour la présente méthode d'échantillonnage sont définis dans les "Instructions relatives aux méthodes d'échantillonnage Codex" (CX/MAS 1-1987).

5. MANUTENTION

Le matériel d'échantillonnage utilisé doit être adapté aux essais à effectuer (par exemple: sonde, matériaux chimiquement inertes, etc.). Les récipients utilisés pour recueillir les échantillons doivent être fabriqués en matériaux chimiquement inertes et doivent être hermétiques.

6. PROCEDURE

6.1 Le sondage peut être effectué par tirage au sort de l'échantillon ou par sondage périodique systématique. Le choix de la méthode à utiliser dépend de la nature du lot (par exemple: si les paquets sont numérotés dans l'ordre, le sondage systématique peut être indiqué).

6.1.1 Tirage au sort de l'échantillon

Prélever n individus du lot de manière à ce que chaque individu ait la même probabilité d'être sélectionné.

6.1.2 Sondage systématique périodique

Si tous les N individus du lot ont été rangés de manière systématique et peuvent être numérotés de 1 à N, un échantillon périodique systématique de n individus, soit un individu sur k, peut être obtenu comme suit:

- a) Déterminer la valeur de $k = N/n$ (si k n'est pas un nombre entier, arrondir au nombre entier le plus proche).
- b) Sur les k premiers individus du lot, tirer au sort un individu puis choisir chaque cas k ième individu.

6.2 Echantillon global

Quand le sel est en vrac, on le divise fictivement en individus; on considère qu'un lot d'une masse totale de m kg se compose de m/100 individus. Dans ce cas, il faut établir un plan d'échantillonnage stratifié correspondant à la dimension du lot et les points échantillons sont choisis dans toutes les strates en fonction de la taille de celles-ci.

Note: L'échantillonnage stratifié d'une population qui peut être divisée en plusieurs sous-populations (appelées strates) est effectué de manière à ce que des proportions déterminées de l'échantillon soient prélevées dans les différentes strates.

6.3 Constitution de l'échantillon

6.3.1 La taille et le nombre des individus constituant l'échantillon dépendent du type de sel et de la taille du lot. Le prélèvement élémentaire minimal sera, selon le cas:

- 250 g de produit,
- un paquet quand le sel est préemballé en paquets de 500 g ou de 1 kg.

Si l'on effectue plus d'un prélèvement élémentaire, ceux-ci doivent être répartis uniformément entre les individus formant le lot. Des exemples de tailles minimales d'échantillon figurent dans le document CX/MAS 1-1987, Annexe V, tableau 3, compte tenu du niveau d'inspection approprié; voir la Section 8.4 du présent document.

6.3.2 Un ou plusieurs échantillons globaux mélangés, composés chacun d'une proportion des individus tirés de lot, constituent les échantillons de laboratoire.

6.3.3 On analyse au moins deux prises d'essai de l'échantillon de laboratoire.

7. CRITERES D'ACCEPTATION

7.1 Calculer la moyenne des valeurs mesurées pour déterminer la caractéristique (% NaCl) dans les prises d'essai de l'échantillon de laboratoire, selon la formule suivante:

$$\bar{X} = \frac{\sum x}{n} \quad (n = 2, \text{ minimum})$$

7.2 Conformément à la disposition applicable à la caractéristique pertinente (% NaCl), un lot/livraison sera considéré comme acceptable si:

$$\bar{X} \geq \text{concentration minimale spécifiée pour la caractéristique}$$

8. RAPPORT D'ECHANTILLONNAGE

Le rapport d'échantillonnage doit contenir les informations suivantes:

- a) type et origine du sel,
- b) altérations de l'état du sel (par exemple: présence de corps étrangers),
- c) date de l'échantillonnage,
- d) numéro du lot/livraison,
- e) méthode d'emballage,
- f) masse totale du lot/livraison,
- g) nombre de paquets et masse unitaire, en spécifiant si la masse est nette ou brute,
- h) nombre d'individus échantillonnés,
- i) nombre, nature et situation initiale des prélèvements élémentaires,
- j) nombre, composition et masse des échantillons globaux,
- k) le cas échéant, méthode de réduction de l'échantillon global,
- l) nombre, composition et masse des échantillons de laboratoire et méthode par laquelle ils ont été obtenus et conservés,
- m) nom et signature des opérateurs qui ont effectué l'échantillonnage.

9. REFERENCE DE BASE

Document CX/MAS 1-1987

10. REMARQUE

L'"échantillon de laboratoire" est l'"échantillon global mélangé" décrit et représenté dans le document CX/MAS 1-1987, Annexe IV, page 19, étape 4.

ALINORM 89/23

ANNEXE IV

RAPPORT D'UN GROUPE DE TRAVAIL AD HOC SUR LA CONFIRMATION
DES METHODES D'ANALYSE

1. Les membres suivants ont constitué le Groupe de travail ad hoc sur la Confirmation des Méthodes d'analyse:

W. Horwitz	Etats-Unis d'Amérique
G. Diachenko	Etats-Unis d'Amérique
J.F. Lawrence	Canada
I. Skurihin	URSS
K. Trawicka	Pologne
I. Boros	Hongrie
M. Harkay	Hongrie
M. Vámos	Hongrie
B. Borszéki	Hongrie
A. Zsigmond	Hongrie
C. Dahl	Australie
J.M. Vallejo	Espagne
J. Daenen	Pays-Bas
B. Whitehouse	IFG
H. Wallin	Finlande
H. Woidich	Autriche
P. Venetz	Suisse
R. Gerber	Suisse
A. Vidnes	Norvège
G. Castan	ISO
E. Nagy	ISO
B. Mandrou	OIV
B. Larsson	Suède
B.E. Jensen	Danemark
C. Usher	Royaume-Uni
R. Kirk	Royaume-Uni
P. Hendrikse	Pays-Bas
E. Elkins	Etats-Unis d'Amérique
A. Gross	Etats-Unis d'Amérique
I. Kamishlian	Etats-Unis d'Amérique
W. Sanitz	République fédérale d'Allemagne
E. Casadei	Secrétariat FAO/OMS
D. Procházká	Tchéoslovaquie
J.-K. Lee	République de Corée
I.-S. Song	République de Corée
Ying Hua Yang	Chine (République populaire de)
T. Serio	Cuba
J.M. Rafols	CEES

2. Le Groupe de travail, présidé par M. W. Horwitz, avait à assurer les tâches ci-après:

- a) envisager la confirmation des méthodes d'analyse différées, CX/MAS 88/12-Partie I
- b) envisager la confirmation des méthodes d'analyse dans les Normes Codex, CX/MAS 88/12-Partie II
- c) envisager la confirmation des méthodes d'analyse contenues dans des Projets de Normes Codex et n'ayant pas été précédemment envisagées par le CCMAS, CX/MAS 88/12-Partie III
- d) révision des dispositions relatives aux méthodes d'analyse dans les Normes Codex pour les Sucres, CX/S 88/MAS et commentaires adressés par M. R. Wood, Royaume-Uni
- e) envisager la confirmation des méthodes d'analyse dans les Projets de Normes Codex - Détermination de la teneur en matière grasse totale et en jaune d'oeuf, CX/MAS 88/12-Add.1

3. Le statut des méthodes d'analyse à l'égard de la confirmation figure à l'Annexe I, Parties I, II et III.

4. Révision des Méthodes d'analyse pour les sucres

M. Wood, délégué du Royaume-Uni, a présenté au Groupe de travail le rapport du Secrétariat du Royaume-Uni du Comité du Codex sur les Sucres "Révision des dispositions relatives aux Méthodes d'analyse dans les Normes Codex pour les sucres", document CX/S 88/MAS. Il a indiqué que ce document a fait l'objet d'importants commentaires depuis qu'il a été communiqué aux gouvernements et aux organisations intéressées et que ces commentaires seront transmis à l'ICUMSA, à l'ISO et à IFG par le Secrétariat du Royaume-Uni. A la suite de l'examen du document CX/S 88/MAS, le Groupe de travail a décidé de recommander la confirmation temporaire des méthodes présentées dans ce document, en attendant l'examen auquel doivent procéder l'ICUMSA et l'ISO. Le Groupe de travail a également indiqué qu'il fallait que l'ISO et l'ICUMSA entreprennent des études interlaboratoires avant confirmation définitive du CCMAS, à l'égard des nombreuses méthodes qui n'ont pas encore été étudiées. La classification de la méthode de détermination du pouvoir rotatoire pour la Norme Codex pour le Sucre blanc (CODEX STAN 4-1981) a été modifiée: elle devient méthode du Type II; celle de la méthode de la perte à la dessiccation pour la Norme Codex pour le Fructose (CODEX STAN 102-1981) a été changée en Méthode du Type I. La délégation cubaine a exprimé le souhait que la procédure d'extension de la correction de température pour la détermination du pouvoir rotatoire pour le sucre blanc fasse référence au Rapport de la 19ème Session de l'ICUMSA, en 1986.

5. Confirmation des Méthodes d'analyse pour la teneur en matière grasse totale et en jaune d'oeuf

M. Wood, délégué du Royaume-Uni, a résumé le contenu du document CX/MAS 88/12-Add.1. Le Groupe de travail s'est engagé à recommander la confirmation des deux méthodes décrites dans ce document en tant que méthodes du Type I.

6. Examen des Méthodes d'analyse pour les aflatoxines (CX/FAC 88/18-Add.1)

Faute de temps, le Groupe de travail n'a pas discuté les méthodes d'analyse pour les aflatoxines. Il a suggéré que les documents préparés par le Secrétariat soient adressés aux gouvernements pour commentaires et que les méthodes d'analyse pour les aflatoxines soient discutées à la prochaine session.

7. Abréviations utilisées dans la présente Annexe

- C = confirmé
- CT = confirmé temporairement
- NC = non confirmé
- AC = à confirmer
- CD = confirmation différée

PARTIE I - REEXAMEN DE METHODES DONT LA CONFIRMATION AVAIT ETE DIFFEREE

PRODUIT	DISPOSITION	METHODE	TYPE	STATUT	NOTES
MANGUES EN CONSERVE (CODEX STAN 159-1987) ALINORM 87/20	Mesure de la densité du sirop 10-35° Brix Réfractométrie	AOAC (1984) 31.011; ou ISO 2173 (1978)	I	CT	<u>1/</u>
CHUTNEY DE MANGUE (CODEX STAN 160-1987) ALINORM 87/20	Extraits secs solubles (min. 50% m/m) Cendres totales (max. 5% m/m) Cendres insolu- bles dans HCL (max. 0,5% m/m)	AOAC (1984) 31.011; ou ISO 2173 (1978) ISO 763-1982 (Cendres insolubles dans l'acide chlorhydrique)	I	CT C	<u>1/</u>
MIEL (CODEX STAN 12-1981)	Teneur en hydroxyméthyl- furfural (max. 80 mg/kg)	ISO 7466-1986		NC	<u>2/</u>
FARINE DE SORCHO (à l'étape 5) ALINORM 87/29	Colorimétrie	Méthode colori- métrique faisant appel au colorimètre de Kent Jones et Martin		NC	<u>3/</u>
VINAIGRE (CODEX STAN 162-1987)	Alcool résiduel (max. 0,5% v/v, excepté 1% v/v dans le vin	AOAC (1984) 9.020- 9.022 (poids spéci- fique par pycnométrie)	II	NC	<u>4/</u>
		Méthode OIV, Recueil III des méthodes interna- tionales d'analyses du vin, 1969, A-2-16		NC	<u>4/</u>

Anhydride sulfureux (max. 70 mg/kg)	Méthode OIV (titrage iodométrique), Recueil des méthodes internationales d'analyses du vin, 1969, A-17.	II	NC	<u>5/</u>
Fer (Fe) (max. 10 mg/kg)	Méthode FIJU, N° 15, 1964, (méthode photométrique).	II	NC	<u>6/</u>
METHODE GENERALE RALE CODEX PROPOSEE (voir aussi ALINORM 89/23, Annexe VII)	Etain (max. 150-250 mg/kg) AOAC XIII (1984) 25.161-25.163 (méthode AAS)	III	NC	<u>7/</u>
BEURRES DE CACAO (CODEX STAN 86-1981)	Cuivre (max. 0,4 mg/kg) Colorimétrie (diéthyl-dithiocarbamate) AOAC (1984), 25.066-25.071	II	CT	<u>8/</u>
	Plomb (max. 0,5 mg/kg) Méthode de détermination colorimétrique à la dithizone après digestion complète, AOAC (1970) 25.053 (25.047-25.048)		NC	<u>9/</u>
CHOCOLAT (CODEX STAN 87-1981)	Cuivre (max. 15 mg/kg; 30 mg/kg) Colorimétrie (diéthyl-dithiocarbamate) AOAC (1984), 25.066-25.071	II	C	
	Plomb (max. 1 mg/kg; 2 mg/kg) Détermination colorimétrique à la dithizone, AOAC (1970) 25.053 (25.047-25.048)		NC	<u>9/</u>

POUDRES DE CACAO (CODEX STAN 105-1981)	Cuivre (max. 50 mg/kg)	Colorimétrie (Diéthyl- dithiocarbamate) AOAC (1984), 25.066- 25.071	II	C	
	Plomb (max. 2 mg/kg)	Détermination colori- métrique à la dithi- zone, AOAC (1970) 25.053 (25.047-25.048)	II	NC	<u>9/</u>
CONFISERI BEURRE DE CACAO (CODEX STAN 147-1985)	Teneur en beurre de cacao (min. 20% de la matière sèche)	AOAC (1980) 13.031- 13.033		CD	<u>10/</u>
NORME GENERALE POUR LES GRAIS- SES ET LES HUI- LES COMESTIBLES NON VISEES PAR DES NORMES INDI- VIDUELLES	Fer (max. 5 mg/kg; 1,5 mg/kg)	CAC/RM-1969 Détermina- tion de la teneur en fer	IV		<u>11/</u>
	Cuivre (max. 0,4 mg/kg; 0,1 mg/kg)	AOAC (1965) 24.023- 24.028	II	CT	<u>12/</u>
	Plomb (max. 0,1 mg/kg)	AOAC (1965) 24.053	II	NC	<u>9/</u>
HUILE DE COLZA COMESTIBLE A FAIBLE TENEUR EN ACIDE ERUCI- QUE (CODEX STAN 123-1981)	Composition en acides gras (max. 5% m/m des acides gras)	UICPA 7ème éd. 1984 2.311	II	CT	<u>13/</u>
ENSEMBLE DES NORMES CODEX POUR LES JUS DE FRUITS, LES CONCENTRES DE JUS ET LES	Ethanol (max. 3 g/kg)	Méthode FIJU N° 2 1968	II	NC	<u>14/</u>
	Hydroxyméthylfurfural	Méthode FIJU N° 12 1968	II	NC	<u>15/</u>
	Sel ajouté (dans le jus de tomate; pas de niveau maximum spécifié)	AOAC (1984) 32.034 Méthode FIJU N° 37, 1968	II III	C C	<u>16/</u>
NECTARS DE FRUITS CONSERVES EXCLUSI- VEMENT PAR DES PROCEDES PHYSIQUES	Plomb (max. 3 mg/kg)	AOAC (1980) 25.016- 26.067 Méthode FIJU N° 14, 1964 Méthode ISO 6633	II III III	C NC AC	<u>17/</u>

SEL DE QUALITE ALIMENTAIRE (CODEX STAN 150-1985)	Chlorure de sodium (min. 97% sur la base de l'extrait sec)	Méthode décrite dans la Norme	I	C	
	Matière insoluble	ISO 2479-1972	I	C	
	Sulfate	ISO 2480-1972	II	C	
	Halogénures	ISO 2481-1973	II	C	
	Calcium et magnésium	ISO 2482-1973	II	C	
	Potassium	CEES/ SC 183-1979 (méthode volumétrique) ou CEES/SC 184-1979 (Méthode AA)	II	C	
	Perte à la dessiccation	ISO-2483-1973	I	C	
	Cuivre (Cu) (max. 2 mg/kg)	CEES/SC 144-1977	II	C	
	Arsenic (max. 0,5 mg/kg)	CEES/SC 311-1982	II	C	
	Mercure (max. 0,1 mg/kg)	CEES/SC 312-1982	II	C	
	Plomb (max. 2 mg/kg)	CEES/SC 313-1982	II	C	
	Cadmium (max. 0,5 mg/kg)	CEES/SC 314-1982	II	C	
CONCENTRES DE TOMATES TRAITES (CODEX STAN 57-1981)	Impuretés minérales (max. 60 mg par kg de produit dilué à 8% de matière sèche)	AOAC (1984) 44.098	I	CT	<u>18/</u>
OLIVES DE TABLE (CODEX STAN 66-1981)	Acidité de la saumure (min. 0,4% m/m en acide lactique)	Méthode décrite dans la Norme	I	CT	<u>19/</u>
	pH de la saumure (max. 4,0-4,5)	Méthode décrite dans la Norme	II	CT	<u>19/</u>

RAISINS SECS (CODEX STAN 67-1981)	Anhydride sulfureux (max. 1500 mg/kg)	AOAC (1984) 20.126- 20.128	II	C	
ABRICOTS SECS (CODEX STAN 130-1981)	Anhydride sulfureux (max. 2000 mg/kg)	AOAC (1984) 20.126- 20.128	II	C	
BOUILLONS ET CONSOMMES (CODEX STAN 117-1981)	Chlorure de sodium (max. 12,5 g/l)	Méthode 214 de l'AIIBP Official Collection of Methods of Analysis, (mars 1975)		CD	<u>20/</u>
EAUX MINERALES NATURELLES (CODEX STAN 108-1981)	Extrait sec total dissous	Méthode décrite dans la Norme	I	CT	<u>21/</u>
	Matière organique totale	Méthode au permanganate "Handbuch der Lebens- mittelchemie" (Gesamtred; J. Schormuller), Volume VIII, Parties 1 et 2, Eaux et Air (S.W. Souci et K.E. Quentin) Springer- Verlag, 1969	I	CT	<u>21/</u>
GARI (CODEX STAN 151-1985)	Acidité (0,6 - 1% m/m sous forme d'acide lactique)	AOAC (1975), 14.064- 065;	I	C	<u>22/</u>
	Cellulose brute	ISO 5498 (1981)	I	NC	<u>23/</u>

Notes:

- 1/ Le Groupe de travail a noté que les méthodes citées ne sont pas identiques si une dilution s'impose pour la détermination des produits de couleur sombre. La Méthode de l'ISO a été confirmée temporairement en tant que méthode la plus générale en attendant que le Comité responsable du produit se soit saisi du point ci-dessus.
- 2/ Le Secrétariat est prié d'appeler l'attention de la Commission du Codex Alimentarius sur le fait qu'il existe une méthode de remplacement équivalente (AOAC (1984) 31.153 XV) qui ne met pas en oeuvre le réactif cancérigène utilisé dans la méthode citée et de déterminer s'il convient de communiquer cette information au Secrétariat du pays hôte du Comité du Codex sur les fruits et légumes traités en vue de faire une recommandation.
- 3/ Toujours en attente de données supplémentaires sur l'applicabilité de la méthode à la norme.
- 4/ Les informations réclamées au Comité de coordination pour l'Europe sur l'origine et la nature de l'alcool résiduaire n'ont pas été fournies. Le Groupe de travail a également noté qu'il existe des méthodes modernes de chromatographie en phase gazeuse et par voie enzymatique qui pourraient être envisagées.
- 5/ Le Groupe de travail a noté qu'une modification de la méthode classique de Monier Williams avait été récemment étudiée en collaboration dans le cadre de l'AOAC et que cette version ne comporte pas d'interférences des acides volatils dans le vinaigre et que, à ce titre, elle pourrait convenir.
- 6/ Statut maintenu; le remplacement par des méthodes interlaboratoires, suggéré par le Groupe de travail, n'a pas encore été envisagé par le Comité de Coordination pour l'Europe.
- 7/ Le Groupe de travail a recommandé de supprimer la méthode de référence et de la remplacer par une méthode améliorée pour l'étain dans les denrées alimentaires en conserve (AOAC, 1er Supplément 1985, 25.A01) en tant que méthode de Type III.
- 8/ Il convient que le Comité chargé de ces produits communique des données à l'appui sur les résultats fournis par la méthode avec les beurres de cacao au niveau spécifié de 0,4 mg/kg, étant donné que le Groupe de travail ne sait pas exactement si la méthode reste applicable à un niveau aussi bas. Le Groupe de travail recommande également que le Comité chargé de ces produits envisage d'adopter la procédure étudiée en collaboration par l'UICPA (AAS - four au graphite) en tant que méthode générale de Type III pour Cu, Fe et Ni dans les huiles et les graisses (Pure and Applied Chem., Vol. 60, N^o 6, pages 893-900, 1988).

- 9/ Le Groupe de travail estime que la méthode n'est pas fiable au niveau maximum spécifié dans la norme et a donc modifié son statut qui devient "non confirmé". M. Lawrence (Canada) cherchera à savoir s'il existe une méthode appropriée que l'on puisse recommander au Comité s'occupant des produits, tandis que l'on notait qu'une étude interlaboratoires concernant une méthode pour le plomb dans les graisses et les huiles a été menée à bien par l'UICPA:
- 10/ Maintien du présent statut en attendant la mise au point d'une méthodologie appropriée. Le Groupe de travail relève que des travaux sur les stéroïdes et, éventuellement, l'application d'une méthode faisant appel à la dispersion de la lumière ultraviolette pourraient contribuer à régler ce problème.
- 11/ Etant donné qu'elle n'a pas fait l'objet d'essais interlaboratoires, la méthode devrait figurer en tant que méthode de Type IV. Le Groupe de travail recommande également que le Comité s'occupant du produit envisage d'adopter la procédure étudiée en collaboration par l'UICPA (ASS - four au graphite) en tant que méthode générale de Type III pour Cu, Fe et Ni dans les huiles et les graisses (Pure and Applied Chemistry, Vol. 60, N° 6, pp. 893-900, 1988).
- 12/ Le Groupe de travail ne sachant pas précisément si la méthode s'applique au niveau spécifiés de 0,1 à 0,4 mg/kg, il conviendrait de réclamer des données à l'appui au Comité s'occupant du produit.
- 13/ M. Kirk se mettra en rapport avec le Secrétariat de l'UICPA pour obtenir les résultats d'études interlaboratoires nécessaires concernant la norme Codex 123-1981 pour l'acide érucique.
- 14/ Maintien du statut; cependant, le représentant de l'OIV a indiqué que cet organisme transmettra des données d'études interlaboratoires sur une méthode par chromatographie en phase gazeuse qu'il recommande. La FIJU est également priée de communiquer au Secrétariat le résultat de son étude interlaboratoires ainsi que sa recommandation relative à une méthodologie.
- 15/ La Commission du Codex ayant retiré la spécification relative à l'hydroxyméthylfurfural, il n'y a plus lieu d'intervenir.
- 16/ Le Groupe de travail a recommandé la confirmation de la recommandation du Comité du Codex sur les jus de fruits qui demandait d'utiliser la méthode générale Codex pour les chlorures (AOAC (1984) 32.034) en tant que méthode du Type II et la méthode FIJU N° 37-1968 en tant que méthode du Type III.
- 17/ La FIJU est priée de soumettre des données d'études interlaboratoires sur la méthode ISO 6633.

- 18/ Il conviendrait de réitérer au Comité s'occupant du produit la demande qui lui a été faite de fournir la base de sélection de cette méthode.
- 19/ Des études interlaboratoires sont nécessaires pour ces méthodes.
- 20/ Il conviendrait de réitérer au Comité s'occupant du produit la recommandation d'utiliser la méthode générale Codex pour les chlorures.
- 21/ Le statut a été maintenu compte tenu du fait que le Comité s'occupant du produit doit fournir des résultats d'études interlaboratoires.
- 22/ A la suite de la session du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage, la huitième session du Comité de coordination pour l'Afrique a précisé cette disposition en indiquant qu'elle visait l'acidité du produit plutôt que l'acidité des graisses extraites, comme déterminé par la méthode AOAC. En conséquence, la méthode AOAC a été retirée par le Comité de coordination.
- 23/ En instance de réexamen par les soins du Comité de coordination pour l'Afrique.

PARTIE II - Examen des méthodes d'analyse dans les Normes Codex élaborées par le Comité du Codex sur la Nutrition et les aliments diététiques ou de régime

METHODE/TITRE	REFERENCE DE LA NORME	METHODE	TYPE STATUT	NOTES
Silice (colloïdale), Silicate de calcium max. 1% m/m	CODEX STAN 53-1981 (succédanés du sel)	AOAC XIV, 1984, 35.054	IV	*
Iode	- " -	Pas nécessaire		
Matière grasse dans les aliments pour nourrissons contenant de l'amidon, de la viande ou des légumes (quantité déclarée sur l'étiquette)	CODEX STAN 73, 74-1981 53, 118-1981 (aliments destinés aux nourrissons et enfants en bas âge, aliments pauvres en sodium, aliments exempts de gluten)	CAC/RM 55-1976 (Vol. IX), extraction du n-Hexane	I	C
Matière grasse dans les aliments pour nourrissons ne contenant pas d'amidon, de viande ni de légumes (min. 3,3 g, max. 6 g/100Kcal)	CODEX STAN 72-1981 ALINORM 87/26, Annexe III (préparations pour nourrissons, préparations de suite)	Méthode B-2 du Code de principes concernant le lait et les produits laitiers CAC/M 1-1973, Vol. XVI du Codex Alimentarius		
Cendres	CODEX STAN 53, 72-74, 118-1981; ALINORM 87/26, Annexe III	AOAC XIV, 1984, 7.009	I	C

Protéines brutes	- " -	Méthode Kjeldhal pour l'azote total, texte figurant dans le Vol. IX du Codex Alimentarius	I	C	
Perte à la dessiccation	CODEX STAN 53, 72-74, 118-1381; ALINORM 87/26, Annexe III	AOAC XIV (1984) 7.003 Moisture Drying in Vacuo 95-100° C	I	CT	<u>1/</u>
Vitamine C (Acide L-ascorbique) (min. 8 mg/100 Kcal)	CODEX STAN 72-1981 ALINORM 87/26, Annexe III	AOAC XIV, 1984, 43.069-43.075 (microfluorométrie). AOAC XIV, 43.064-43.068 (dichloro-indophénol)	II	C	
Thiamine (Vitamine B ₁) (40 µg/100 kcal)	CODEX STAN 72-1981 ALINORM 87/26, Annexe III	AOAC XIV, 1984, 43.024-43.030 (méthode fluorométrique) (préparations pour nourrissons et préparations de suite)	II	C	
Riboflavine (Vitamine B ₂) (60 µg/100 kcal)	CODEX STAN 72-1981, ALINORM 87/26, Annexe III	AOAC XIV, 1984, 43.039-43.042 (méthode fluorométrique) (préparations pour nourrissons et préparations de suite)	II	C	
Nicotinamide pour les produits lactés (250 µg/100 kcal)	CODEX STAN 72-1981, ALINORM 87/26, Annexe III	AOAC XIV, 1984, 43.191-43.199 (Méthode titrimétrique/turbidimétrique) (préparations pour nourrissons et préparations de suite)	II	C	

METHODE / TITRE	REFERENCE DE LA NORME	METHODE	TYPE	STATUT	NOTES
Nicotinamide pour les produits non lactés (250 µg/100 kcal)	- " -	AOAC XIV, 1984, 43.048-43.050	II	C	
Vitamine B ₆ (35 µg/100 kcal)	- " -	AOAC XIV, 1984, 43.229-43.234	II	C	
Acide folique (4 µg/100 kcal)	CODEX STAN 72-1981 ALINORM 87/26, Annexe III (préparations pour nourrissons, prépa- rations de suite)	AOAC XIV, 1984, 43.183-43.190	II	C	
Acide pantothénique (300 µg/100 kcal)	- " -	AOAC XIV, 1984, 43.200-43.208	II	C	
Vitamine B ₁₂ (0,15 µg/100 kcal)	- " -	AOAC XIV, 1984, 43.175-43.182	II	C	
Chlorures (min. 55, max. 150 mg/ 100 kcal)	- " -	Méthode générale du Codex ALINORM 76/23, Annexe IV	II	C	
Capacité en eau des récipients	Ensemble des normes	CAC/RM 46-1972, Vol. II de la Commission du Codex Alimentarius	I	C	
Azote	CODEX STAN 118-1981 (Aliments exempts de gluten)	A choisir	-	-	<u>3/</u>

METHODE /TITRE	REFERENCE DE LA NORME	METHODE	TYPE	STATUT	NOTES
Calcium (min. 50 mg/100 kcal)	CODEX STAN 72-1981 ALINORM 87/26, Annexe III (préparations pour nourrissons, prépa- rations de suite)	AOAC XIV, 1984, 43.292-43.296	III	C	<u>4/</u>
Sodium (min. 20, max. 60 mg/ kcal)	- " -) FIL 119A/1987 ou) ISO 8070) (méthode équiva-)	II	C	
Potassium (min. 80, max. 200 mg/ kcal)	- " -) lente);) AOAC XIV, 1984,) 43.292-43.296	III	C	<u>4/</u>
Teneur en sodium Aliments très pauvres en sodium : max. 40/100 g Aliments pauvres en sodium : 120 mg/100 g Succédanés du sel	CODEX STAN 53-1981 (aliments pauvres en sodium et succédanés du sel)	AOAC XIV, 1984, 43.292-43.296; FIL 119A/1987 (proposé pour Na, K, Ca, Mg)		NC	<u>5/</u>
Teneur en potassium (non limitée)	CODEX STAN 53-1981 (succédanés du sel)	- " -			
Teneur en calcium (pas limitée)	- " -	AOAC (1984), 2.126-2.130			*
Teneur en magnésium (max. 20 % des cations K ⁺ , Ca ⁺⁺ et NH ₄ ⁺)	- " -	AOAC (1984) 2.126-2.130			*
Teneur en ammonium (max. 3 % m/m)	- " -	AOAC (1984) 2.065			*

METHODE/TITRE	REFERENCE DE LA NORME	METHODE	TYPE	STATUT	NOTES
Teneur en phosphore: (max. 4 % m/m)	- " -	AOAC (1984) 43.292-43.296			*
Coefficient d'efficacité protéique (CEP)	CODEX STAN 72-1981; ALINORM 87/26, Annexe III (préparations pour nourrissons, prépa- rations de suite)	AOAC XIV, 1984 43.253-43.257	I	C	<u>6/</u>
Vitamine A (min. 75, max. 150 µg/ 100 kcal sous forme de rétinol)	- " -	AOAC (1984) 43.A21	IV		<u>7/</u>
Vitamine D (min. 40, max. 80 u.i./ 100 kcal)	- " -	AOAC (1984) 43.236-43.249	IV		<u>7/</u>
Acide pantothénique (min. 300 µg/kcal)	- " -	USDA Handbook 97 ou "The Analyst" pour les aliments non enrichis : 89,1, 1964	IV		<u>7/</u>
Vitamine E (composés de l'α-tocophérol) 0,7 u.i./g d'acide linoléique ou par g d'acides gras poly- insaturé exprimé en acide linoléique	CODEX STAN 72-1981 ALINORM 87/26, Annexe III (préparations pour nourrissons, préparations de suite)	AOAC XIV, 1984, 43.128-43.137	IV		<u>10/</u>

METHODE /TITRE	REFERENCE DE LA NORME	METHODE	TYPE	STATUT	NOTES
Phosphore (min. 25 mg/100 kcal)	- " -	AOAC XIV, 1984, 22.040-22.042	II	C	<u>8/</u>
Cuivre (min. 60 µg/100 kcal)	- " -	AOAC XIV, 1984, 43.292-43.296			*
Manganèse (min. 5 µg/100 kcal)	- " -	AOAC XIV, 1984, 43.292-43-296			*
Zinc (min. 0,5 mg/100 kcal)	CODEX STAN 72-1981 ALINORM 87/26, Annexe III (préparations pour nourrissons, aliments de suite)	AOAC XIV, 1984, 43.292-43.296			*
Magnésium (min. 6 mg/100 kcal)	- " -	AOAC XIV, 1984, 43.292-43.296			*
Fer (0,15 mg/100 kcal)	- " -	AOAC XIV, 1984, 43.292-43.296			*
Choline (max. 3 % m/m)	CODEX STAN 53-1981 (succédanés du sel)	A élaborer			
Choline (min. 7 mg/100 kcal)	CODEX STAN 72-1981; ALINORM 87/26, Annexe III (préparations pour nourrissons, prépa- rations de suite)	En cours d'élaboration par les soins de FDA/IFC			

METHODE /TITRE	REFERENCE DE LA NORME	METHODE	TYPE	STATUT	NOTES
Linoléate (sous forme de glycérides) (min. 300 mg/100 kcal)	- " -	Méthodes standard UICPA pour l'analyse des graisses et des huiles (à paraître); et AOAC XIV, 14.019 puis 28.056-28.068, 14.019 puis 28.082- 28.085		AC	
Cellulose brute	CODEX STAN 53, 72-74, 118-1981; Annexe III (aliments pauvres en sodium, aliments exempts de gluten, aliments pour nour- rissons et enfants en bas âge)	Méthode enzymatique- gravimétrique de l'AOAC Version modifiée	I	AC	9/
Vitamine K ₁ (min. 4 µg/100 kcal)	CODEX STAN 72-1981 ALINORM 87/26, Annexe III (préparations pour nourrissons, prépa- rations de suite)	A élaborer			
Biotine (Vitamine H) (min. 1,5 µg/100 kcal)	- " -	A élaborer			
Iode (min. 5 µg/100 kcal)	- " -	A élaborer			

Notes:

- * Confirmation retirée.
- 1/ Le Comité s'occupant du produit devra tenir compte du fait que les produits à haute teneur en fructose exigent une dessiccation à 70°C sous vide, alors que les autres produits alimentaires peuvent normalement s'accommoder de 100°C sans vide.
- 2/ La Méthode ne devrait être utilisée que pour les jus de fruits et les comprimés vitaminés qui ne sont pas fortement colorés.
- 3/ Etant donné que des études interlaboratoires doivent être entreprises pour la mise au point d'une méthode ELISA de détermination des protéines du type gluten, le Comité chargé du produit pourrait être amené à envisager une méthode et une norme plus spécifiques.
- 4/ Le Groupe de travail a confirmé cette méthode comme méthode de Type III étant donné la relative rareté de l'appareillage nécessaire (plasma couplé inductivement).
- 5/ Le Groupe de travail recommande que le Comité chargé du produit envisage pour cela l'utilisation d'une méthode par sélectivité des ions (AOAC (1984) 43.271-43.274).
- 6/ Le Groupe de travail fait observer que deux méthodes de Type I doivent être identiques et que par conséquent la méthode AOAC XIV, 1984, 43.258-43.267 doit être supprimée en tant que méthode de Type I.
- 7/ Le Comité chargé du produit attend les résultats d'une étude interlaboratoires sur la matrice considérée.
- 8/ Le Groupe de travail a confirmé la méthode AOAC 43.B23-43.B28 (1986) étudiée en collaboration et l'a recommandée comme méthode de Type II au Comité chargé du produit.
- 9/ La référence à la version collective modifiée de la méthode enzymatique-gravimétrique de l'AOAC est Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg. 79, 57-68 (1988) et la référence à la méthode est Schweiz. Lebensmittelbuch Kap. 22, Méthode 22/8.2 (1987). Le Groupe de travail suggère également que le Comité responsable du produit utilise le terme cellulose plutôt que cellulose brute lorsqu'il se réfère à cette méthode.
- 10/ A étudier en collaboration par référence à la matrice.

PARTIE III - CONFIRMATION DE METHODES D'ANALYSE FIGURANT DANS DES PROJETS DE NORMES CODEX
NON PRECEDEMMENT ENVISAGES PAR LE CCMAS

PRODUIT	DESIGNATION	METHODE	TYPE	STATUT	NOTES
METHODE GENERALE CODEX PROPOSEE (voir aussi ALINORM 89/23, Annexe VII)	Etain (150-250 mg/kg)	Méthode NMKL à la quercétine . N° 115 (1985)	IV		<u>1/</u>
HUILE COMESTIBLE DE PEPINS DE RAISIN (CODEX STAN 127-1981)	Teneur en érythrodiol (min. 3 % de la teneur en bêta- sitostérol)	Méthode standard UICPA d'analyse des huiles, graisses et dérivés, 7 ^e Ed., 1987, 2.431	II	C	
PROJETS DE NORMES POUR LES PRODUITS SPECIFIES A BASE DE GRAISSE VEGETALE (à l'étape 8) (ALINORM 87/17, Annexe II) ET LES PRODUITS A BASE DE GRAISSE VEGETALE (à l'étape 8) (ALINORM 87/17, Annexe III)	Indice d'acide (min. 0,6 mg KOH/g) (max. 0,8 mg KOH/g)	UICPA, 6 ^e Ed., 1979 2.201 ou ISO 660	I	C	<u>2/</u>
	Teneur en peroxyde (max. 10 mg de peroxyde d'oxygène/kg)	UICPA, 6 ^e Ed., 1989, 2.501 - Méthode standard pour l'analyse des huiles, graisses et dérivés; ou ISO 3960 - (méthodes équivalentes)	I	C	
	Point de glisse- ment (31-44° C)	Méthode officielle AOCS cc 3-25 (1983)	I	AC	<u>3/</u>

PRODUIT	DISPOSITION	METHODE	TYPE	STATUT	NOTES
	Vitamine A µg rétinol (vit A - alcool) par kg de produit (pas de niveau indiqué)	AOAC (1984) 43.001-43.007	II	C	<u>4/</u>
	Vitamine D µg Vit. C/kg de produit (pas de niveau indiqué)	AOAC (1984) 43.236-43.249	II	C	<u>5/</u>
	Vitamine E mg de chaque tocophérol par kg de produit (pas de niveau indiqué)	Méthode UICPA (1981) (méthode standard de l' UICPA pour l'analyse des huiles, graisses et dérivés, 6 ^e Ed., 1 ^{er} supplément, Partie IV, 1981, 2.404)	II	C	<u>5/</u>
	Matière volatile (max. 0,2 % m/m)	Méthode de l' UICPA (1979) (Méthode standard de l' UICPA pour l'analyse des huiles, graisses et dérivés, 6 ^e Ed., 1979, 2.601 ou ISO 662-1980 (méthodes équivalentes)	I	C	<u>6/</u>
	Impuretés insolubles (max 0,05 % m/m)	Méthode l' UICPA (1979) (Méthodes standard de l' UICPA pour l'analyse des huiles, graisses et dérivés, 6 ^e Ed., 1979, 2.604 ou ISO 663-1981) (Méthodes équivalentes)	I	C	

PRODUIT	DISPOSITION	METHODE	TYPE	STATUT	NOTES
	Teneur en savon (max 0,005 % m/m)	Méthode FAO/OMS du Codex Alimentarius (Méthode FAO/OMS d'analyse pour les huiles et les graisses comestibles, CAC/RM 13-1969, déter- mination de la teneur en savon)	I	C	
	Fer (Fe) (max 1,5 mg/kg)	Méthode AOCS Ca 18-79	II	C	
	Cuivre (Cu) (max. 0,1 g/kg)	Méthode AOCS 18-79	II	C	<u>7/</u>
	Plomb (Pb) (max. 0,1 mg/kg)		II	AC	<u>7/</u>
	Arsenic (As) (max. 0,1 mg/kg)	AOAC, 1984, 14 ^e Ed., 25.048-25-049	II	C	
MARGARINE (CODEX STAN 32-1981)	Teneur en matières grasses laitières	CAC/RM 15-1969 Détermination de la matière grasse laitière	I	C	<u>8/</u>
MINARINE (CODEX STAN 135-1981)	Teneur en matières grasses laitières	CAC/RM 15-1969 Détermination de la matière grasse laitière	I	C	<u>8/</u>

PRODUIT	DISPOSITION	METHODE	TYPE	STATUT	NOTES
AVANT-PROJET DE NORME POUR LA FARINE ET LA SEMOULE DE BLE DUR (à l'étape 3) (ALINORM 87/29), Annexe V)	Humidité (max 15 %)	ISO 712-1985 (étuve) ou ICC 110/1 (méthode équivalente)	I	C	
	Taille des particules (granulométrie)	AOAC 14 ^e Ed., (1984) - Cereal Adjuncts - Sorting of Corn Grits, Sieving Method 10.162- 10.163)	I	C	
	Cendres : semoule (max. 0,8 % - 14 % poids humide, 0,93 % - poids sec)	AOAC 14 ^e Ed., 1984 - Cereal Foods - Direct Method, 14.006 (550° C to constant weight)	I	C	
	Cendres : farine de blé dur (max. 1,4 % - poids humide, 1,63 % - poids sec)	ISO 2171 - Céréales, légumes secs et dérivés	I	C	
	Taux d'acidité grasse	AACC 02-01A - Acidité grasse - Méthode générale	I	C	
	Protéines (N x 5,7) (min. 11 % (14 % - poids humide), 12,8 % (poids sec)	ICC 105/1 - Méthode pour la détermination des protéines brutes dans les céréales et produits céréaliers destinés à l'alimen- tation humaine et animale. Catalyseur sélénium/cuivre	II	C	

Notes:

- 1/ L'URSS pourrait entreprendre à l'avenir une étude interlaboratoires aux niveaux qui nous intéressent ici (150-250 mg/kg). L'étude interlaboratoires du MNKL a été conduite à des niveaux très inférieurs à ceux des normes qui nous intéressent, ce qui n'empêche que la méthode est disponible, même si elle n'est pas confirmée pour utilisation au niveau des 150-250 mg/kg.
- 2/ Le représentant de l'ISO a déclaré que la méthode ISO 660-1988 est identique à la méthode de l'UICPA.
- 3/ Le Groupe de travail recommande que le Comité chargé du produit réévalue la méthode proposée en comparaison de la procédure ISO 6321 récemment étudiée et qu'il formule une nouvelle recommandation indiquant la méthode jugée préférable.
- 4/ Le Secrétariat a été prié d'informer l'AOAC que le CCMAS a confirmé cette méthode et recommandé de supprimer la mention concernant la méthode par excédent jusqu'à ce que des méthodes de chromatographie liquide haute performance plus modernes aient été étudiées en collaboration.
- 5/ Des méthodes plus modernes devraient être examinées par le Comité chargé du produit une fois qu'elles auront fait l'objet d'essais en collaboration.
- 6/ Le Groupe de travail ne voit pas d'inconvénients à ce que la température de détermination des matières volatiles soit modifiée et qu'elle soit désormais de 103^oC.
- 7/ Le Groupe de travail recommande que le Comité chargé du produit se saisisse de la méthode UICPA/ISO pour Cu, Fe, Ni et Pb, récemment étudiée en collaboration (à paraître prochainement) et qu'il formule une nouvelle recommandation en vue d'une méthode de référence de Type II, étant donné que le Groupe de travail n'est pas certain que ces méthodes permettront réellement de déterminer le niveau de spécification.
- 8/ Le Groupe de travail recommande que le Comité chargé du produit révise et soumette à nouveau la méthode UICPA pour l'acide butyrique par la procédure normale. On a noté que la norme Codex ne couvre pas la teneur en matière grasse laitière et que le Comité devrait s'en occuper lors de sa révision. Il est à supposer que cette méthode est requise par la réglementation nationale.



RECOMMANDATION INTERNATIONALE

CONTENU NET des PRÉEMBALLAGES

1. Introduction

1.1. La présente Recommandation fixe les prescriptions métrologiques qui s'appliquent aux produits préemballés étiquetés, à contenu nominal constant, objets du commerce international. Elle propose en plus des plans d'échantillonnage qui peuvent être utilisés pour vérifier les contenus nets pour les produits dont la quantité est exprimée en unités de masse ou de volume.

Notes :

- a) pour d'autres grandeurs mesurables (longueur, surface, nombre...) des procédés analogues peuvent être envisagés, sans pourtant faire l'objet de la présente Recommandation.
- b) les tests statistiques décrits dans la présente Recommandation, bien que convenant au contrôle métrologique légal, ne sont pas aptes au contrôle de qualité de la fabrication.

1.2. Le terme "net" ou "contenu net" désigne la quantité de produit dans l'emballage, à l'exclusion de toute enveloppe ou autre objet emballé avec le produit. Dans la présente Recommandation, ce terme est symbolisé par Q_n .

1.3. Les prescriptions pour l'étiquetage des préemballages sont données dans la Recommandation Internationale de OIML N°.. "Etiquetage des préemballages".

1.4. Les termes de statistique sont utilisés conformément au vocabulaire ISO 3534.

2. Prescriptions métrologiques concernant les préemballages

Les prescriptions suivantes doivent être respectées au lieu de conditionnement ou, le cas échéant, au lieu d'importation, pour des produits prêts à la vente.

2.1. Contenu moyen

Le contenu net moyen des préemballages de tout lot soumis à l'inspection, doit être égal ou supérieur au contenu net déclaré sur l'emballage.

Si le contenu net moyen d'un lot est estimé par échantillonnage, les critères des points A.2.1 et A.3.1 doivent être satisfaits.

Note: Un "lot" est présumé comprendre suffisamment d'unités pour être représentatif de la fabrication. Par exemple, le plan d'échantillonnage indiqué dans l'Annexe B, point B.1, s'applique à un lot de 150 unités au minimum.

2.2. Contenu des préemballages individuels

La déclaration du contenu net doit clairement exprimer la quantité de produit censée être comprise dans le préemballage; des insuffisances par rapport à cette déclaration sont permises si elles sont dues aux fluctuations du processus de remplissage; cependant des préemballages présentant un manque dépassant une insuffisance tolérée T (voir B.1) seront considérés comme non conformes.

Si la présence de préemballages non conformes est contrôlée par échantillonnage, les critères des points A.2.2 et A.3.2 doivent être satisfaits.

2.3. Effets du stockage

Des dérives qui sont dues aux conditions normales de stockage et de distribution doivent être prises en considération par les autorités de contrôle dans l'appréciation du contenu moyen ainsi que des contenus des préemballages individuels.

3. Exactitude de mesure du contenu net

La détermination du contenu net doit se faire dans un intervalle d'incertitude de $\pm 0,2 T$.

4. Jugements sur les lots

Les Annexes contiennent des informations sur les tests statistiques. Le but est de permettre l'utilisation de différents plans d'échantillonnage tout en fournissant aux emballeurs des informations sur les limites à respecter.

ANNEXE A

TESTS STATISTIQUES Règles générales

A.1. Critères

Les tests auxquels les lots sont soumis doivent conduire à une décision d'acceptation ou de rejet de ces lots dépendant :

- du contenu net moyen μ des préemballages du lot,
- du pourcentage p de préemballages non conformes du lot (ceux qui présentent un contenu inférieur à $Q_n - T$).

Un lot est accepté lorsqu'il satisfait aux conditions posées pour chacun de ces deux paramètres.

A.2. Niveau de signification des tests

A.2.1. Pour la moyenne, le niveau de signification α_μ des tests doit être tel que

$$\alpha_\mu \leq 0.5 \% \text{ pour } \mu = Q_n$$

c'est-à-dire que la probabilité de rejeter un lot dont la moyenne de remplissage est $\mu = Q_n$ ne doit pas dépasser 0,5%, tant que la présence de préemballages non conformes dans ce lot n'influence pas ce résultat.

A.2.2. Pour le pourcentage de préemballages non conformes, le niveau de signification α_p des tests doit être tel que :

$$\alpha_p \leq 1 \% \text{ pour } p = 1 \%$$

c'est-à-dire que la probabilité de rejeter un lot contenant 1 % de préemballages non conformes ne doit pas dépasser 1 %, tant que la moyenne du lot n'influence pas ce résultat.

A.3. Risque de deuxième espèce

A.3.1. Pour la moyenne, les tests doivent permettre de déceler, dans au moins 90 % des cas, les lots dont le remplissage est inférieur à $(Q_n - 0,74 \sigma)$, où σ est l'écart-type des contenus nets des préemballages dans le lot.

A.3.2. Pour le pourcentage de préemballages non conformes, des lots contenant 16 % de préemballages non conformes doivent pouvoir être détectés dans au moins 90 % des cas.

A.4. Exemples de plans d'échantillonnage

L'Annexe B décrit au point B.1 un plan d'échantillonnage qui est une combinaison économique d'un test sur la moyenne et d'un plan d'échantillonnage simple par attributs, satisfaisant aux conditions exprimées aux points A.2 et A.3.

ANNEXE B

PLANS D'ECHANTILLONNAGE
Exemples recommandés

B.1. Plan d'échantillonnage OIML pour usages généraux

Ce plan s'applique aux produits préemballés dont le contenu est exprimé en unités de masse ou de volume pour des lots d'au moins 150 préemballages (sur une ligne de production un lot est défini comme la production d'une heure).

Echantillon : 32 préemballages

Critère d'acceptation pour la moyenne : $\bar{x} \geq Q_n - 0,485 s$

Critère d'acceptation pour le nombre de préemballages non conformes : au maximum 2 dans l'échantillon.

Le test sur la moyenne suit la norme ISO 2854 (Comparaison d'une moyenne à une valeur donnée) avec $t_{0,995}(31) / \sqrt{32} \approx 0,485$ (cas unilatéral).

Le test par attributs sur la proportion de préemballages non conformes correspond au plan d'échantillonnage simple, lettre-code G, de la norme ISO 2859, en contrôle normal.

Les insuffisances individuelles admissibles sont données dans le Tableau I ci-après.

Tableau I
Insuffisances individuelles admissibles

Contenu nominal Q_n g ou ml	Insuffisance tolérée T pourcent de Q_n g ou ml	
5 à 50	9	-
50 à 100	-	4,5
100 à 200	4,5	-
200 à 300	-	9
300 à 500	3	-
500 à 1 000	-	15
1 000 à 10 000	1,5	-
10 000 à 15 000	-	150
15 000 à 25 000	1,0	-

Ces valeurs de T doivent être arrondies au dixième de g ou ml supérieur pour Q_n inférieur ou égal à 1 000 g ou ml, et au g ou ml entier supérieur pour Q_n supérieur à 1 000 g ou ml.

B.2. Plan d'échantillonnage pour de grands lots

Les lots de plus de 4 000 préemballages peuvent parfois être divisés en parties traitées chacune selon B.1. Sinon, il peut être avantageux de prélever un échantillon plus important que celui du plan B.1. L'alternative proposée est :

Echantillon : 80 préemballages

Critère d'acceptation pour la moyenne : $\bar{x} \geq Q_n - 0,295 s$

Critères d'acceptation pour le nombre de préemballages non conformes : au maximum 5 dans l'échantillon

Le test sur la moyenne suit la norme ISO 2854 (comparaison d'une moyenne à une valeur donnée) avec $t_{0,995}(79) / \sqrt{80} = 0,295$ (cas unilatéral).

Le test par attributs sur la proportion de préemballages non conformes correspond au plan d'échantillonnage simple, lettre-code J, de la norme ISO 2859, en contrôle normal.

Les insuffisances tolérées (T) sont les mêmes que pour le plan OIML B.1.

- B.3. Quelques remarques générales sur l'échantillonnage
 - B.3.1. Les lots sont présumés homogènes sauf indication contraire.
 - B.3.2. Si le contrôle s'effectue sur la ligne de production, le lot doit comprendre tous les préemballages qui n'ont pas été éliminés par le propre système de contrôle de la production et qui sont produits dans un laps de temps déterminé qui est soit d'une heure, soit le temps nécessaire à la production de 10 000 unités, à la cadence habituelle de cette ligne de production. On prendra soin de ne permettre que les actions correctives habituelles sur la ligne en question.
 - B.3.3. Dans un entrepôt, le lot à prendre en considération doit tout d'abord être bien défini.
 - B.3.4. Si le lot comprend plus de 10 000 préemballages, il faut si possible le partager.
 - B.3.5. L'échantillonnage doit être effectué de telle façon que toutes les combinaisons d'unités dans le lot en question aient à priori les mêmes chances d'être choisies (Echantillonnage simple au hasard : ISO 3534, point 3.6).
 - B.3.6. L'échantillonnage simple au hasard selon B.3.5. peut toutefois ne pas être praticable dans un grand entrepôt. Dans ce cas, on peut avoir recours à une autre procédure de sondage acceptée par le détenteur du lot.

PROBLEMES POSES PAR LA CLASSIFICATION DES METHODES D'ANALYSE
SPECIFIEES DANS LES NORMES DU CODEX ALIMENTARIUS*

1. Arrière-plan

Lors de ses précédentes sessions, le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (CC/MAS) a précisé l'objet et la définition des méthodes d'analyse du Codex. Ses recommandations ont débouché sur les Principes généraux révisés pour l'élaboration des méthodes d'analyse du Codex qui figurent dans la sixième édition du Manuel de procédure et comprennent les définitions de quatre types de méthodes d'analyse, comme ci-après:

Type I - Méthodes - critères - méthodes qui définissent une valeur qu'il n'est possible d'obtenir qu'aux termes de la méthode en tant que telle et servant à des fins d'étalonnage.

Type II - Méthodes de référence - méthodes qui sont les seules méthodes de référence désignées lorsque les méthodes du Type I ne sont pas applicables. Ces méthodes, qui devraient être choisies parmi les méthodes du Type III, sont recommandées dans les cas de litiges et aux fins d'étalonnage.

Type III - Méthodes de remplacement approuvées - méthodes qui répondent aux critères définis par le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage aux fins de contrôle, d'inspection ou de réglementation.

Type IV - Méthodes provisoires - méthodes traditionnelles ou d'introduction récente mais pour lesquelles on n'a pas encore déterminé les critères exigés par le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage.

En 1985, la Commission du Codex Alimentarius (CCA) a décidé que les méthodes du Type I, dans la mesure où elles servent de critères, doivent être soumises à acceptation en même temps que les valeurs correspondantes ainsi définies dans les Normes. Il a également été décidé que les méthodes du Type II ne devraient être obligatoires que dans les cas de litige portant sur les résultats d'analyses, alors que les méthodes du Type III ne revêtent qu'un caractère consultatif, c'est-à-dire qu'elles sont recommandées comme convenant pour utilisation générale. Quant aux méthodes du Type IV, si elles sont mentionnées, elles restent provisoire tant qu'elles n'ont pas fait l'objet d'une évaluation complète et d'une confirmation par le CC/MAS en tant que méthodes de Type III.

Depuis lors, certains Comités du Codex s'occupant de produits ont revu la classification des méthodes figurant dans leurs Normes et, lors de sa session de 1986, le CC/MAS a mené à bien une révision complète de la classification des méthodes d'analyse du Codex dans le cadre de son programme de confirmation des méthodes, en s'aidant d'une liste complète dressée par l'Australie (voir ALINORM 87/23).

Toutefois, des difficultés et des divergences d'opinion ayant surgi lorsqu'il s'est agi de classer certaines méthodes du Codex, et notamment celles des Types I et II, le présent document a été élaboré en vue de passer en revue les définitions et de préciser certains points en discussion.

* Document CX/MAS 88/9 établi par le Royaume-Uni et distribué au cours de la seizième session du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage.

2. Qu'est-ce qu'une méthode de Type I et une méthode de Type II?

Selon la définition du Manuel de procédure, une méthode de Type I est une méthode-critère qui, lorsqu'elle est mise en oeuvre exactement selon le mode opératoire prescrit, fournit et définit la valeur ou l'attribut indiqué dans la Norme. Il en résulte que la Norme est entièrement tributaire de la méthode pour la valeur ou l'attribut considéré. Aucune autre méthode ne peut être utilisée. Il en résulte encore que les méthodes de Type I sont soit empiriques, lorsqu'elles mesurent des critères de qualité ou de composition chimiquement ou physiquement indéterminés, soit des méthodes d'analyse quantitatives extrêmement sélectives qui mesurent une propriété physique fondamentale ou un constituant chimique impossibles à obtenir par une autre méthode ou un autre calcul. En cas de litige concernant ces critères, la méthode de Type I prescrite doit servir également aux fins de référence ou d'arbitrage.

Seules les méthodes de Type II sont définies comme méthodes de référence, et sont destinées à être utilisées, suppose-t-on, lorsque le litige ne porte pas sur des critères obtenus par des méthodes du Type I. La définition des méthodes du Type II pourrait être plus précise à cet égard. Si une méthode de référence est une méthode retenue pour régler des litiges, ne s'ensuit-il pas qu'il s'agit aussi d'une méthode-critère? On définit également les méthodes du Type II comme étant des méthodes que l'on choisit, lorsque c'est possible, sur une liste de méthodes du Type III de remplacement comme se prêtant plus particulièrement à l'emploi en cas de litige. Ces facteurs impliquent que les méthodes du Type II (et III) ne sont pas des méthodes empiriques, mais des méthodes absolues qui définissent des valeurs ou des attributs chimiques ou physiques réels.

3. Etalonnage

Les définitions actuelles des méthodes du Type I et du Type II comprennent une expression indiquant qu'elles peuvent servir aux fins d'étalonnage. Toutefois, si une méthode de Type I est une méthode-critère unique ne comportant pas de substituts (et qui par conséquent doit être mise en oeuvre pour soumettre des denrées alimentaires et autres substances à des essais en fonction des critères figurant dans les normes Codex), à quelles fins d'étalonnage peut-elle être utilisée?

L'expression "aux fins d'étalonnage" peut-elle induire en erreur telle qu'elle est utilisée à la fois pour les méthodes du Type I et du Type II? Y a-t-il lieu de préciser?

4. Biais systématique

Si une méthode du Type I, lorsqu'elle est mise en oeuvre exactement dans les conditions prescrites, ne peut fournir de résultat erroné (étant donné qu'il s'agit d'une méthode-critère), s'ensuit-il qu'elle ne peut pas non plus présenter de biais ou d'erreur systématique? Cela peut être vrai dans le cas des méthodes empiriques, mais est-ce que cela s'applique aux méthodes non empiriques, dont certaines peuvent être de Type I seulement dans la mesure où le calcul fait appel à un facteur qui définit un critère?

Si une méthode du Type II destinée à un composant chimique particulier est telle qu'il ne puisse y avoir de biais systématique, peut-on la considérer comme une méthode du Type I?

5. Exemples de problèmes posés par les classifications

5.1 Perte à la dessiccation

Pour les méthodes du Type I, le Manuel de procédure fournit quatre exemples: le dénombrement des moisissures par la méthode de Howard, l'indice de Reichert-Meißl, la perte à la dessiccation et la détermination du sel dans la saumure par la densité. Les deux premières sont manifestement des méthodes empiriques, de même que la méthode du sel dans la saumure si l'on admet que la saumure n'est pas seulement une solution de chlorure de sodium dans l'eau. En revanche, la "perte à la dessiccation" n'est pas une méthode empirique, encore qu'elle le serait si le critère de la norme était la

teneur en humidité, laquelle n'est pas spécifiquement mesurée au moyen d'une technique de perte à la dessiccation. Les méthodes faisant appel à la perte à la dessiccation dans des conditions spécifiées de temps et de température sont largement utilisées pour les références nationales et internationales. De plus, des temps et des températures différents peuvent donner des résultats virtuellement identiques, ce qui semble en contradiction avec la définition d'une méthode du Type I.

5.2 Teneur en matières grasses

Il est bien connu que la composition et la quantité des graisses ou des huiles extraites d'une denrée alimentaire dépendent de la méthode d'extraction et des solvants utilisés. Cela est particulièrement vrai des denrées alimentaires qui sont relativement riches en phospholipides et autres lipides liés. Pourtant, certaines normes Codex énumèrent plusieurs méthodes d'extraction. Le Comité du Codex pour les méthodes d'analyse et d'échantillonnage a tenté de se conformer à la définition d'une méthode du Type I en recommandant la sélection pour la norme sur les glaces comestibles de la méthode de Rose Gottlieb comme méthode du Type I, et en déclassant la méthode de remplacement (Weibull) comme méthode du Type III, celle-ci étant destinée à être utilisée systématiquement avec étalonnage par rapport à la méthode de Rose Gottlieb. Cette recommandation est-elle réaliste ou viable? Si l'une des méthodes a besoin d'être étalonnée au moyen de l'autre, quelle est celle que l'on utilise pour définir la norme? Si l'une et l'autre méthodes ont été utilisées à l'origine pour observer la norme, comment, selon la définition, une seule d'entre elles peut-elle être la méthode de Type I? Si l'une et l'autre sont des méthodes empiriques du Type I, il n'est pas possible de les étalonner l'une par rapport à l'autre. Pourquoi déclasser la méthode la plus longue en méthode du Type II, recommandée pour les travaux de routine?

La méthode de Weibull est une méthode de référence ISO pour les lipides totaux. Peut-on, d'un point de vue scientifique, la considérer comme une méthode du Type II alors que la norme comporte un critère "matière grasse" et que la méthode y est citée?

5.3 Indice d'acide/Acides gras libres

Ces deux indices sont retenus comme critères dans la Norme Codex pour les huiles d'olive. L'un et l'autre sont déterminés par la même méthode et la même technique, mais le résultat du titrage est exprimé différemment. La teneur en acides gras libres est calculée empiriquement comme un seul acide gras (oléique) et serait par conséquent une méthode-critère du Type I. Le CC/MAS a également classé l'indice d'acidité comme méthode du Type I alors qu'il semble être une méthode absolue du Type II, qui détermine l'acidité en mg KOH/g.

Si un critère d'analyse peut être spécifié sous deux formes équivalentes, est-il bien logique de prévoir deux types de méthode différents? Faut-il distinguer entre les méthodes lorsqu'elles ne diffèrent que par un calcul ou la façon d'exprimer les résultats?

5.4 Teneur en chlorure de sodium ou en sel

Le Manuel de procédure donne pour exemple de méthode du Type II la méthode potentiométrique pour les halures et comme exemple de méthode de Type III les méthodes de Mohr et Volhard pour les chlorures. Ce sont à première vue de bons exemples, mais seulement si les normes Codex contiennent des critères d'analyse pour la teneur en chlorures. Or, de nombreuses normes spécifient un sel ou un chlorure de sodium qui est calculé d'après le résultat de la méthode de Type II ou III, en admettant par hypothèse que l'ensemble des chlorures contenus dans la denrée alimentaire proviennent du chlorure de sodium. Etant donné qu'il s'agit en fait d'une hypothèse empirique, les méthodes ne devraient-elles pas être classées comme Type I? Est-ce qu'on omet de tenir compte de la signification du calcul dans ces méthodes au motif qu'il sert à définir le résultat?

5.5 pH

Le CC/MAS a classé la mesure du pH comme méthode du Type I, sans doute parce que l'électrode en verre et l'étalonnage faisant appel à des solutions tampons sont spécifiés et qu'aucun autre mode opératoire n'est possible. Toutefois, en fait, la méthode mesure la concentration d'hydrogène, et les méthodes spectrophotométriques du Type II servant à la mesure des constituants chimiques font appel elles aussi à une spécification et à un étalonnage analogues. En quoi la mesure du pH se distingue-t-elle de la mesure de l'indice de réfraction, lequel est classé Type II?

5.6 Teneur en protéines/azote

Le CC/MAS a classé la méthode Kjeldahl, qui exprime le résultat en teneur en azote, comme méthode du Type II. Lorsque le résultat doit être exprimé en teneur en protéines, la même méthode est réputée être une méthode de Type I ou de Type II selon le facteur de conversion de l'azote qui est utilisé (Type II si c'est un facteur spécifique ou Type I si c'est un facteur général). Or, pour de nombreuses denrées alimentaires, le facteur général de 6,25 pour la conversion azote en protéines donne une estimation raisonnablement précise de la teneur en protéines. D'autre part, si la spécification exige une teneur en protéines qui "ne soit pas inférieure à x % (N x 6,25)", la méthode de Kjeldahl utilisée est-elle du Type I ou du Type II?

METHODES GENERALES CODEX POUR LES CONTAMINANTS METALLIQUES
DANS LES DENREES ALIMENTAIRES

Introduction

Les méthodes d'analyse énumérées ci-après ont été adoptées par la Commission du Codex Alimentarius en tant que méthodes générales, à l'exception de l'avant-projet de méthode de remplacement approuvée pour le cuivre, laquelle est à l'étape 3 de la procédure du Codex. Le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage a admis qu'il conviendrait de revoir les méthodes générales lors de la dix-septième session sur la base des commentaires et des informations reçus (voir par. 70-71).

Il convient de noter qu'une seule méthode de référence du Codex sera sélectionnée étant donné que ces méthodes sont soumises à l'acceptation des gouvernements en vue de leur utilisation en cas de litige. En revanche, un nombre quelconque de méthodes de remplacement du Codex peuvent être retenues.

Sont à consulter les documents suivants:

- a) Principes généraux pour l'élaboration des méthodes d'analyse du Codex (Manuel de procédure de la Commission du Codex Alimentarius, 6^{ème} Ed.);
- b) Informations requises par le CCMAS pour l'examen des méthodes d'analyse (ALINORM 85/23, Annexe II, Appendice 1).

METHODES GENERALES DU CODEX POUR LES CONTAMINANTS METALLIQUES DANS LES DENREES
ALIMENTAIRES

CUIVRE (Cu)

Méthode de référence du Codex (Type II)

AOAC XIII, 1980, 25.044-25.048 (méthode par absorption atomique)

Avant-projet de méthode de remplacement approuvée du Codex (Type III)
(à l'étape 3)

AOAC XIV, 1984, 25.066-25.071 (méthode au diéthylthiocarbamate) (étape 3)

ARSENIC (As)

Méthode de référence du Codex (Type II)

AOAC XIII, 1980, 25.012-25.013 (méthode au diéthylthiocarbamate d'argent)

Méthodes de remplacement approuvées du Codex (Type III)

- AOAC XIII, 1980, 25.010-25.011 (méthode colorimétrique au bleu de molybdène) (pour les teneurs non inférieures à 1 mg/kg)

- AOAC XIII, 1980, 1er Supplément, 25.A01-25.A05 (méthode par production d'hybride - absorption atomique) (à étalonner sur une méthode de référence si l'on utilise pas l'appareillage de Perkin Elmer).

CADMIUM (Cd)

Méthode de référence du Codex (Type II)

AOAC, XIII, 1980, 25.026-25.030 (Méthode par absorption atomique)

Méthode de remplacement approuvée du Codex (Type III)

AOAC XIII, 1980, 1er Supplément, 25.A01-25.A04 (méthode voltamétrique anodique) (pour les teneurs non inférieures à 0,1 mg/kg)

MERCURE (Hg)

Méthode de référence du Codex (Type II)

AOAC XIII, 1980, 25.110-25.116 (pour les poissons et les fruits de mer)

Méthode de remplacement approuvée du Codex (Type III)

Néant

PLOMB (Pb)

Méthode de référence du Codex (Type II)

AOAC XIII, 1980, 25.061-25.067 (jusqu'à 0,3 mg/kg)

Méthodes de remplacement approuvées du Codex (Type III)

AOAC XIII, 1980, 1er Supplément, 25.A03-25.A04 (Méthode anodique après digestion complète) (pour les teneurs n'excédant pas 1 mg/kg)

ZINC (Zn)

Méthode de référence du Codex (Type II)

AOAC XIII, 1980, 25.150-25.153 (Méthode par absorption atomique)

Méthode de remplacement approuvée du Codex (Type III)

AOAC XIII, 1980, 1er Supplément 25.A03-25.A05 (Méthode d'absorption atomique après digestion complète) (pour les teneurs n'excédant pas 15 mg/kg)

ETAIN (Sn)

Méthode de référence du Codex (Type II)

AOAC XIII, 1980 25.136-25.138 (aux teneurs de 10 mg/kg)

(Retrait proposé, voir ALINORM 89/23, Annexe IV, Partie I, note 7)

Méthode de remplacement approuvée du Codex (Type III)

AOAC, 1er Supplément, 1985, 25.A01

(Voir ALINORM 89/23, Annexe IV, Partie I, note 7 et Partie III, note 1).

RAPPORT DE LA SEPTIEME REUNION INTERINSTITUTIONS (RII)

Budapest, 10-11 novembre 1988

SOMMAIRE

	<u>Par.</u>
Composition actuelle de la RII	6
Mesures prises à la suite de la sixième RII	7
Amélioration de la collaboration internationale en matière de méthodes d'analyse pour les normes	11
Essais interlaboratoires des méthodes	17-27
Méthodes d'échantillonnage	28-31
Méthodes standard d'incinération	32-35
Rapports d'organisations internationales	
- Produits cacaotés	37-38
- Produits laitiers et glaces comestibles	39-42
- Graisses et huiles	43-44
- Aliments diététiques ou de régime	45-47
- Fruits et légumes traités	48
- Produits traités à base de viande et de chair de volaille	49
- Sucres et produits de l'hydrolyse de l'amidon	50-52
- Céréales, légumes secs et légumineuses	53-56
- Méthodes microbiologiques	57-60
- Eaux minérales	61
- Contaminants	62-63
- Additifs alimentaires	64-65
- Vins et spiritueux	66-69
Etiquetage nutritionnel	70-71
Nouvelle présentation de l'ordre du jour de la RII	71-72
Normalisation de la terminologie	73-76
Techniques de laboratoire déposées	77-80
Limite de détermination/détection	81-82
Date et lieu de la prochaine session	83-84

OUVERTURE DE LA REUNION

1. La réunion a été ouverte par M. K. Sütö, Vice-Président de l'Office hongrois de la Normalisation et Président du Comité national hongrois du Codex. M. Sütö a souhaité une chaleureuse bienvenue aux représentants des diverses organisations internationales (voir l'appendice 1) et a souligné l'importance de la normalisation internationale en tant que moyen de favoriser la coopération entre des nations différentes. Il a également évoqué le rôle de la réunion interinstitutions (RII) en tant qu'organisme consultatif contribuant au succès du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage.

2. M. Sütö a ensuite présenté Mme E. Nagy qui a succédé à M. K. Kismárton en tant que secrétaire de l'ISO/TC 34 "Produits alimentaires d'origine agricole", ainsi que Mme E. Karsay, nouvelle Secrétaire de l'ISO/TC 34/SC4 "Céréales et légumes secs".

ELECTION DU PRESIDENT

3. Sur proposition de M. Sütö, M. G. Castan, délégué aux Programmes prioritaires de l'AFNOR, a été élu Président.

4. Après avoir remercié de cette marque de confiance, M. G. Castan a appelé l'attention sur l'objectif de la RII qui consiste à aider le CCMAS dans ses efforts de normalisation de méthodes d'analyse et d'échantillonnage qui répondent aux besoins du Codex.

ADOPTION DE L'ORDRE DU JOUR

5. Le représentant de la FIL a proposé de prévoir un point supplémentaire de l'ordre du jour consacré aux travaux du Comité du Codex sur l'étiquetage des denrées alimentaires. La proposition a été acceptée et l'ordre du jour adopté, sous réserve de l'inclusion d'un nouveau point 10.17 "Autres activités intéressant la Réunion interinstitutions".

COMPOSITION ACTUELLE DE LA REUNION INTERINSTITUTIONS

6. La Réunion a noté avec regret que l'ARSO, l'OANM, le CCE, la FIJU et l'UISM n'avaient pas répondu à l'invitation qui leur avait été faite d'envoyer des représentants à la RII. Toutefois, étant donné l'intérêt que ces organisations pourraient porter aux travaux de la RII, il a été décidé de maintenir leurs adresses sur la liste des correspondants.

MESURES PRISES PAR LE SECRETARIAT DU CODEX EN FONCTION DES RESULTATS DE LA SIXIEME REUNION INTERINSTITUTIONS

7. Le Représentant du Secrétariat du Codex a informé la Réunion que le Secrétariat du Codex avait pris les mesures suivantes:

- le rapport de la sixième Réunion interinstitutions a été mis au point et publié avec le rapport de la quinzième session du CCMAS dont il constitue l'annexe IV (document ALINORM 87/23);
- des mesures concernant le CCMAS et la CCA ont été prises;
- un représentant de la CCA a participé à l'atelier de l'UICPA/AOAC/ISO sur l'harmonisation des études analytiques interlaboratoires qui s'est tenu à Genève les 4 et 5 mai 1987.

8. Le Représentant du Secrétariat du Codex a également appelé l'attention sur le document CX/MAS 88/14 qui sera examiné lors de la seizième session du CCMAS. Ce document contient une liste de méthodes d'analyse qui sont nécessaires pour les normes du Codex et qui doivent être élaborées et/ou validées. Certaines de ces méthodes font entièrement défaut, tandis que certaines autres devront être validées. Il appartiendra au CCMAS de déterminer s'il existe des méthodes appropriées.

9. En réponse à la suggestion du Représentant du Secrétariat du Codex, laissant entendre qu'il pourrait ne plus être possible à l'avenir de faire figurer le rapport de la RII en annexe au rapport du CCMAS, le Secrétaire a exprimé l'espoir que le Secrétariat du Codex resterait en mesure d'aider le Secrétariat de la RII à mettre au net la version définitive du rapport de la RII même si celui-ci doit être diffusé séparément.

10. La réunion a ensuite discuté la possibilité de tenir les futures réunions interinstitutions à l'issue des sessions du CCMAS. Toutefois, étant donné qu'une bonne partie des discussions des sessions du CCMAS ont trait aux travaux de la RII, il a été décidé de ne pas modifier la pratique actuelle qui consiste à tenir les réunions interinstitutions avant les sessions du CCMAS.

SUGGESTIONS VISANT A AMELIORER LA COOPERATION INTERNATIONALE DANS LE DOMAINE DES METHODES D'ANALYSE NORMALISEES

11. Les Représentants de la FIL et du NMKL ont noté avec satisfaction que les recommandations relatives à la coopération dans le domaine de l'échange d'informations sur les études interlaboratoires, adoptées lors des précédentes RII, ont été mises en oeuvre par plusieurs organisations. Toutefois, seuls l'AOAC, la FIL et le NMKL semblent échanger ce type d'informations de manière régulière.

12. Les participants à la Réunion ont admis qu'il existait entre diverses organisations des contacts bilatéraux qui ne sont pas nécessairement connus de l'ensemble des autres organisations concernées.

13. Le Représentant du Secrétariat du Codex a évoqué le rôle joué par la RII en tant que catalyseur susceptible d'encourager une coopération accrue entre les organisations concernées.

14. Le Représentant de l'ICUMSA a estimé que les informations devraient être rassemblées à l'échelon central et diffusées auprès de toutes les organisations intéressées. Cela suppose que l'information soit présentée conformément aux recommandations dont on est convenu au sein de la RII. Les représentants à la Réunion ont par conséquent accepté l'offre de l'AOAC de recueillir et de diffuser les informations sur les études interlaboratoires prévues ou mises en oeuvre par les organisations intéressées. Ces informations doivent être envoyées au Représentant européen de l'AOAC, à l'adresse suivante:

Mme Margreet Lauwaars
Langhoven 12
NL-6721 SG BENNEKOM
Pays-Bas

15. Le Secrétaire a été prié d'informer toutes les organisations intéressées de cette décision et de faire circuler les recommandations adoptées lors de la précédente RII en modifiant comme il convient le point f) de ces recommandations.

16. En ce qui concerne le point h) des recommandations, le Représentant du Secrétariat du Codex a souligné que la RII souhaitait être informée de toutes les études interlaboratoires. Il conviendrait d'inviter le CCMAS à indiquer les matrices ou les paramètres exacts des méthodes requises et à motiver précisément sa requête (c'est-à-dire méthode manquante, nouvelle méthode ou méthode à valider).

ESSAI INTERLABORATOIRES DES METHODES D'ANALYSE

17. Au titre de ce point de l'ordre du jour, la Réunion a pris connaissance des commentaires et des suggestions de diverses organisations concernées par les études analytiques interlaboratoires.

ETAT D'AVANCEMENT DES TRAVAUX DANS LE CADRE D'ISO/TC 69 "APPLICATIONS DES METHODES STATISTIQUES"

18. En l'absence de M. E. Nouat (ISO), le Secrétaire a rapidement résumé les travaux d'ISO/TC 69. Il a souligné l'importance du document ISO 5725:1986 "Précision des méthodes d'essai - Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai standard par des essais interlaboratoires" pour les travaux des comités de l'ISO et pour d'autres organisations. Cette norme est en cours de révision et sera remplacée le

moment venu par une nouvelle édition qui tiendra également compte des commentaires communiqués par d'autres organisations telles que l'AOAC, la FIL et l'UICPA.

19. Le Représentant de l'AOAC a signalé qu'ISO 5725:1986 est une norme large à spectre, essentiellement destinée à faire droit aux besoins des statisticiens et n'envisageant pas nécessairement les besoins pratiques du chimiste analytique chargé d'organiser des études interlaboratoires.

ETAT D'AVANCEMENT DES TRAVAUX COMMUNS DE L'AOAC, DE L'UICPA ET DE L'ISO EN VUE D'UN PROTOCOLE HARMONISE POUR LES ETUDES INTERLABORATOIRES

20. Le Représentant de l'AOAC a informé la Réunion qu'à la suite de l'atelier AOAC/UICPA/ISO qui s'est tenu à Genève en mai 1987, une édition définitive du protocole relatif au dispositif, à la conduite et à l'interprétation des études interlaboratoires a été publiée en juillet 1988. Il a invité les organisations intéressées à faire part de leurs observations avant le 1^{er} décembre 1988. Une autre réunion du groupe de travail sur l'harmonisation de l'UICPA aura lieu à Washington du 17 au 20 avril 1989 et sera consacrée à l'harmonisation des systèmes de qualité en analyse chimique et à l'adoption et à la présentation des méthodes d'analyse normalisées faisant appel aux études interlaboratoires.

21. Le Représentant de la FIL a indiqué que la norme FIL 135:1985 consacrée aux études interlaboratoires sera prochainement remplacée par une nouvelle édition tenant compte des résultats obtenus par le groupe sur l'harmonisation. Il a également informé la Réunion qu'un groupe d'experts de la FIL était en train de préparer un document sur le dispositif et l'organisation des études interlaboratoires relatives aux méthodes microbiologiques.

VALIDATION DES METHODES D'ANALYSE

22. Le représentant de l'ICUMSA a informé la Réunion des travaux entrepris au Royaume-Uni sur la validation des méthodes, travaux qui ont débouché sur la publication d'un projet de protocole. Ce projet de protocole peut s'appliquer aux études interlaboratoires qui ne donnent lieu à aucun résultat discret. Le groupe responsable s'intéresse également aux modes opératoires du contrôle de qualité. En outre, le groupe organise en coopération des expériences au cours desquelles chaque participant utilise sa propre méthode et non pas une méthode spécifique. Cette activité est intéressante étant donné les efforts actuellement déployés par la CEE en vue du marché intérieur de 1992.

23. A l'issue de la discussion qui a suivi, les représentants de toutes les organisations intéressées ont été invités à échanger les informations dont ils pourraient disposer à l'égard de la validation des méthodes. Il a également été fait allusion à la norme FIL 207:1986 sur l'utilisation des matériaux de référence et au catalogue du Bureau des matériaux de référence de la CEE. Le représentant de l'ISO a informé la réunion d'une

nouvelle approche à l'égard de la validation, à savoir l'application de critères destinés à prouver la présence d'une substance à doser dans une matrice au lieu de recourir à des méthodes décrites de façon méticuleuse. Ces critères ont été énoncés pour un ensemble de méthodes d'analyse et figurent dans un projet de document de la CEE (VI/1591/88-EW) sur les critères relatifs aux méthodes d'analyse de référence pour les résidus.

COOPERATION PRATIQUE EN MATIERE D'ESSAIS INTERLABORATOIRES

24. Le Représentant de la FIL a informé la Réunion de l'existence d'un document sur les études interlaboratoires élaboré par le Groupe conjoint d'experts FIL/ISO/AOAC. Il a indiqué que d'autres organisations souhaitant participer aux travaux seraient les bienvenues.

25. Le Représentant de l'AOAC a souligné l'importance du contrôle de qualité des méthodes lors de l'étude de méthodes faisant appel à un exemple pratique.

26. Les Représentants du NMKL et de l'IFG ont présenté les activités de leurs organisations. Dans le même contexte, il a été fait état des travaux d'ISO/TC 93 "Amidon (y compris les dérivés et les sous-produits)" sur les produits de l'hydrolyse de l'amidon.

27. Le Président a invité toutes les organisations à envoyer les informations éventuellement à leur disposition au Secrétariat de la RII afin que la coopération existante puisse être encore améliorée. Le Secrétariat du Codex a été invité à aider à recenser les priorités et à préciser les besoins réels de la CCA en ce qui concerne les méthodes appropriées.

METHODES D'ECHANTILLONNAGE POUR LES DENREES ALIMENTAIRES

28. Le Représentant du Secrétariat du Codex a informé les participants à la Réunion qu'une doctrine internationalement acceptable en matière d'échantillonnage restait encore à définir. C'est à la CCA qu'il appartient de décider ce qui serait nécessaire pour faciliter le commerce international des produits alimentaires. Il a également fait état des discussions du CCMAS sur les procédures administratives d'échantillonnage ainsi que sur un document relatif aux plans d'échantillonnage pour le contenu net, élaboré par l'OIML.

29. Le Représentant du Secrétariat du Codex a exprimé l'espoir que le CCMAS serait en mesure de préciser le rôle qui revient aux organisations internationales lorsqu'il s'agit de définir des directives internationalement acceptables en matière d'échantillonnage.

30. Le Représentant de l'ICUMSA a souligné différents aspects de l'échantillonnage, qu'il s'agisse des prélèvements, pour lesquels l'assistance de la RII pourrait être utile, ou de l'interprétation des résultats, qui est un problème de mise en vigueur davantage du ressort des pouvoirs publics. Selon lui, il appartient au CCMAS d'attirer l'attention sur les difficultés, c'est-à-dire le point de savoir si les procédures d'échantillonnage revêtent un caractère obligatoire. Toutefois, le CCMAS n'a pas à prendre lui-même l'initiative d'élaborer des procédures d'échantillonnage.

31. A l'issue du débat, on est convenu d'attendre les résultats de la session du CCMAS. Les participants ont estimé en effet qu'il serait prématuré de tirer des conclusions à ce stade.

PROPOSITION DE L'URSS AU CCMAS RELATIVE A DES METHODES NORMALISEES D'INCINERATION (MINERALISATION) DES PRODUITS ALIMENTAIRES PREALABLEMENT A LA DETERMINATION DES METAUX LOURDS

32. La Réunion était saisie de la proposition de l'URSS, transmise à la RII par le Secrétariat du Codex, et des commentaires de la FIL et du NMKL.

33. Le Représentant de l'AOAC a informé la Réunion des avantages que présenterait une méthode générale d'incinération susceptible d'être appliquée à une large gamme de produits alimentaires. La proposition de l'URSS sera prochainement transmise à l'AOAC en vue de son éventuelle publication dans le Journal de l'AOAC.

34. Les Représentants de la FIL et du NMKL ont informé la Réunion que leurs organisations étaient en train de travailler à des procédures générales d'incinération qui diffèrent légèrement de celles qui figurent dans la proposition de l'URSS. Le NMKL est en train d'organiser un essai interlaboratoire avec sa méthode dont le résultat sera disponible le moment venu.

35. Rappelant qu'aux termes de son mandat la RII n'est pas habilitée à choisir des méthodes, la Réunion est convenue de demander au Secrétariat du Codex de se renseigner sur les organisations que pourrait intéresser une étude approfondie de la proposition de l'URSS.

RAPPORTS D'ORGANISATIONS SPECIALISEES SUR LES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE REQUISES PAR LA CCA

36. Au titre de ce point de l'ordre du jour, des représentants de diverses organisations ont été invités à faire des exposés sur les activités de leurs organisations. Certaines de ces organisations ont fait parvenir des exposés écrits au Secrétariat, tandis que d'autres ont fait circuler leur exposé au cours de la Réunion. L'AOAC a transmis des communications sur presque tous les points de l'ordre du jour.

PRODUITS CACAOTES ET CHOCOLAT

37. Le Représentant de l'OICCC a présenté un rapport complet sur les activités de son organisation. Il a souligné l'étroite coopération qui s'est instaurée entre l'OICCC et l'AOAC. Certaines des méthodes élaborées par ISO/TC24/SC 9 "Microbiologie" et les normes de l'ISO sur les fèves de cacao intéressent particulièrement le Comité analytique de l'OICCC et sont citées dans les publications correspondantes de l'OICCC.

38. Le Représentant de l'OICCC a fait observer que la norme ISO 2292:1973 "Fèves de cacao - Echantillonnage" serait révisée et a offert les services de son organisation pour le travail de révision.

LAIT ET PRODUITS LAITIERS

39. Le Représentant de la FIL a informé la Réunion des travaux entrepris en commun par la FIL, l'ISO et l'AOAC sur les méthodes destinées au Code de principes FAO/OMS pour le lait et les produits laitiers et des travaux de la Commission E de la FIL. Il a suggéré que des organisations intéressées autres que la FIL, l'ISO ou l'AOAC participent à ces travaux et il a appelé notamment l'attention sur les méthodes de détermination de l'iode et de l'étain.

40. Le Représentant de l'AOAC a indiqué que son organisation a entrepris des travaux sur une méthode de Mojonnier modifiée pour la détermination de la teneur en matière grasse, question qui n'entre pas dans le cadre de la coopération entre la FIL, l'ISO et l'AOAC.

GLACES COMESTIBLES

41. Se référant aux travaux de la FIL, de l'ISO et de l'AOAC sur les glaces comestibles, le Représentant de la FIL a indiqué que quatre nouvelles méthodes ont été retenues, à savoir la matière sèche totale, le dénombrement des colonies et deux méthodes de détermination des matières grasses par gravimétrie.

42. En réponse à une question du Représentant du Secrétariat du Codex, le Représentant de la FIL a informé la Réunion que les travaux sur la révision de la norme Codex pour les glaces comestibles pouvaient commencer et que la méthode de Weibull-Berntrop pour la détermination de la teneur en matière grasse serait prochainement publiée.

GRAISSES ET HUILES

43. Le Représentant de l'UICPA a fait état de l'excellente coopération qui s'est instaurée entre la Commission des graisses et huiles de l'UICPA et ISO/TC34/SC11 "Graisses et huiles animales et végétales", et qui a débouché sur un grand nombre de méthodes techniquement identiques. La bonne coopération avec l'AOAC a également été évoquée.

44. La Réunion s'est également saisie de la question des références multiples dans les normes Codex à des méthodes identiques élaborées par différentes organisations. Conformément à l'usage actuel, les méthodes techniquement identiques élaborées par différentes organisations peuvent être citées dans les normes Codex en plus de la méthode recommandée. Toutefois, c'est à l'organisation concernée qu'il appartient de déclarer que sa propre méthode est techniquement identique.

ALIMENTS DIETETIQUES OU DE REGIME

45. La Réunion s'est intéressée aux méthodes requises par le Comité du Codex sur la nutrition et les aliments diététiques ou de régime, à partir d'un document établi par un groupe de travail de ce Comité du Codex. Elle a noté que diverses méthodes sont déjà disponibles à l'AOAC et à la FIL pour le calcium, le sodium, le potassium et le magnésium. Ces méthodes ont fait l'objet d'essais interlaboratoires, conformément aux dispositions du protocole de l'UICPA et de la future nouvelle édition d'ISO 5725.

JUS DE FRUITS

46. La Réunion a regretté que la FIJU n'ait ni répondu à l'invitation de participer à la RII, ni soumis d'exposé écrit sur ce point de l'ordre du jour.

47. Le Représentant de l'AOAC a appelé l'attention sur les méthodes de l'AOAC pour la détermination des acides quinique, malique et citrique dans le cocktail de jus de canneberges et le jus de pomme, méthodes qui ont été adoptées.

FRUITS ET LEGUMES TRAITES

48. Le Représentant du Secrétariat du Codex, qui se référait au document CX/MAS 88/14, a noté que l'on manquait encore de méthodes appropriées pour un certain nombre de produits intéressant le Comité du Codex sur les fruits et légumes traités.

PRODUITS TRAITES A BASE DE VIANDE ET DE CHAIR DE VOLAILLE

49. Le Représentant d'ISO/TC34/SC6 "Viande et produits carnés" a brièvement présenté les travaux de son Comité. Divers participants ont fait part de leur intérêt pour des méthodes permettant de déterminer les protéines non carnées, l'hydroxyproline, les polyphosphates, ainsi que pour un certain nombre de méthodes microbiologiques.

SUCRES

50. Le Représentant de l'ICUMSA a informé la Réunion des faits nouveaux récemment intervenus au sein de son organisation. Lors de la réunion de l'ICUMSA, en juin 1986, un nouveau groupe de travail a été créé pour passer en revue les méthodes existantes. Le groupe organisera des études interlaboratoires pour valider les méthodes conformément aux dispositions du Protocole de l'UICPA.

51. Le Représentant de l'IFG a noté la coopération qui s'est établie entre l'ICUMSA et l'IFG dans le domaine des produits de l'hydrolyse de l'amidon, domaine qui intéresse également ISO/TC93 et l'AOAC.

PRODUITS DE L'HYDROLYSE DE L'AMIDON

52. Au nom du Secrétariat de l'ISO/TC93, le Président a informé la Réunion que ce Comité venait d'être réactivé. L'AOAC et l'IFG participent activement à des travaux qui intéressent tout particulièrement le Comité du Codex sur les sucres ainsi que la CEE.

CEREALES, PRODUITS CEREALIERS, LEGUMES SECS ET LEGUMINEUSES

53. La Représentante de l'AICC a présenté les travaux de son organisation en faisant ressortir les bonnes relations de coopération existant avec ISO/TC34/SC4 "Céréales et légumes secs". Elle a indiqué qu'à l'avenir toutes les méthodes de l'AICC seraient validées conformément aux dispositions du Protocole de l'UICPA. Les organisations qui participent à la RII ont également été invitées à assister au prochain Symposium et Congrès de l'AICC.

54. Le Représentant d'ISO/TC34/SC4 a présenté un document sur les travaux actuels de ce comité.

55. Le Représentant de l'AOAC a informé la Réunion de certaines questions résultant de la récente session du Comité du Codex sur les céréales, les légumes secs et les légumineuses. Le Comité s'intéresse aux méthodes de détermination de l'acidité grasse de la farine de froment, de la teneur en tanin du sorgho, de la teneur en fer par la méthode AAS, de la teneur en protéines par une méthode aux infrarouges, etc.

56. Le Représentant du Secrétariat du Codex a informé la Réunion de la nécessité de disposer d'une méthode appropriée pour la détermination de la farine de froment dans la farine de blé dur. On sait qu'il existe une méthode italienne et une méthode française et la RII pourrait souhaiter envisager le problème de la publication de ces méthodes par une organisation intéressée.

MICROBIOLOGIE

57. Le Président a présenté un rapport sur les travaux d'ISO/TC34/SC9 "Microbiologie" et a fait observer que ce Comité élabore des méthodes microbiologiques générales qui pourraient être adaptées aux besoins particuliers de différents produits.

58. Les Représentants de l'AOAC et du NMKL ont évoqué certaines activités de l'organisation dans ce domaine. A cet égard, la nécessité de disposer d'une méthode pour la détection du *Brochothrix* a été évoquée. Ce contaminant peut être présent dans les produits carnés emballés sous vide.

59. La Réunion a également reconnu la nécessité de disposer de méthodes pour la détection et le dénombrement de *Listeria monocytogenes*. Un groupe d'experts ISF/ISO/AOAC a déjà procédé à des expériences avec une méthode applicable aux produits laitiers, tandis que le NMKL et l'ISO travaillent sur des méthodes d'application générale.

60. Le Représentant du Secrétariat du Codex a souligné l'importance de la collaboration entre les diverses organisations dans le cas des méthodes-critères (méthodes du Type I).

EAUX MINÉRALES

61. Le Secrétariat a indiqué que certaines des méthodes chimiques et microbiologiques normalisées par ISO/TC147 "Qualité de l'eau" présentaient un intérêt pour les travaux du Codex sur les eaux minérales. A cet égard, le Représentant du Secrétariat du Codex a également souligné la nécessité de disposer de méthodes pour la détection et la détermination des radio-nucléides dans les eaux minérales naturelles.

CONTAMINANTS

62. Le Représentant de l'AOAC a informé la Réunion de la création au sein de l'UICPA d'un nouveau groupe de travail chargé des mycotoxines, de l'analyse élémentaire par la méthode AAS et des médicaments vétérinaires (notamment en vue de faciliter le dédouanement des prélèvements tissulaires).

63. Le Représentant du Secrétariat du Codex a appelé l'attention sur les divers organes subsidiaires de la Commission du Codex Alimentarius qui s'intéressent aux contaminants, c'est-à-dire les Comités du Codex sur les additifs alimentaires et les contaminants, sur les résidus de pesticides, sur les médicaments vétérinaires ainsi que certains des comités s'occupant de produits.

ADDITIFS ALIMENTAIRES

64. La Réunion était saisie du document FIL E-363:1988 qui définit les priorités et les critères de sélection des méthodes.

65. Le Représentant du Secrétariat du Codex a confirmé que les méthodes requises devront être confirmées et validées par le CCMAS. Etant donné le grand nombre de méthodes dont on a besoin, il faudra fixer des priorités et instaurer une étroite collaboration entre les organisations intéressées.

VINS ET SPIRITUEUX

66. La Représentante de l'OIV a informé la Réunion que son organisation a entrepris des travaux sur des études interlaboratoires relatives à la détermination des sucres et des acides organiques par la chromatographie liquide haute performance. Un nouveau groupe de travail a été créé qui sera chargé de la détermination du carbamate d'éthyle. Ce groupe est en train d'étudier une méthode de chromatographie en phase gazeuse avec détection par spectrométrie de masse, ainsi qu'une méthode de chromatographie en phase liquide haute performance pour les teneurs extrêmement faibles (au niveau de 16 parties par milliard). Une nouvelle édition des méthodes d'analyse de l'OIV doit paraître sous peu.

67. Le Représentant de l'AOAC a fait part de son intérêt pour la détermination du carbamate d'éthyle et a proposé la coopération de son organisation à ce sujet.

68. Le Représentant de l'ICUMSA a appelé l'attention sur l'édition de 1982 des méthodes d'analyse de la CEE pour les vins qui tient compte de nombreuses méthodes existantes de l'OIV. A ce sujet, la méthode de détection de la chaptalisation des vins par résonance magnétique nucléaire est jugée particulièrement intéressante.

69. Le Représentant de l'AOAC a fait état d'un résumé des études inter-laboratoires entreprises par l'OIV. Ce résumé a été établi par M. Junge, de l'Office fédéral de la Santé de la République fédérale d'Allemagne et a été publié dans le Journal de l'AOAC.

AUTRES ACTIVITES INTERESSANT LA REUNION INTERINSTITUTIONS

70. Le Représentant de la FIL a présenté un document qui lui a été communiqué par le groupe de travail sur les méthodes d'analyse pour l'étiquetage nutritionnel du Comité du Codex sur l'étiquetage des denrées alimentaires, document qui résume la situation actuelle en ce qui concerne les méthodes d'analyse et d'échantillonnage dans ce domaine.

71. Etant donné que les méthodes d'analyse en vue de l'étiquetage nutritionnel peuvent intéresser divers produits, le représentant de la FIL, appuyé par le représentant de l'AOAC, a proposé que l'ordre du jour de la prochaine RII soit organisé différemment. Les points traitant de questions générales telles que la microbiologie, les contaminants et les additifs alimentaires, seraient regroupés et séparés des points traitant des différentes denrées alimentaires, sur lesquels les organisations spécialisées seront appelées à faire rapport.

72. La Réunion s'est rangée à cette proposition et a demandé au Secrétaire de modifier en conséquence l'ordre du jour de la prochaine RII.

NORMALISATION DE LA TERMINOLOGIE DANS LE DOMAINE DES METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE

73. Le Président a souligné l'importance que revêt une terminologie uniforme pour les travaux du CCMAS et a signalé les efforts déployés par différentes organisations en vue de se mettre d'accord sur un langage commun.

PROPOSITIONS DE L'AOAC EN VUE D'UNIFORMISER LA TERMINOLOGIE UTILISEE DANS LES ETUDES INTERLABORATOIRES

74. Le Représentant de l'AOAC a mentionné que certaines définitions ont été récemment modifiées à la suite de discussions intervenues lors des réunions de l'AOAC et de l'UICPA. Une version modifiée du document sur la terminologie sera communiquée en temps utile à toutes les organisations intéressées.

DOCUMENT COMPARATIF SUR LES DEFINITIONS STATISTIQUES

75. La Réunion était saisie du document comparatif sur les définitions élaboré par M. E. Nouat (ISO). Bien que ce document ait été adressé à toutes les organisations, aucun commentaire n'a été reçu.

76. Le Président a appelé l'attention sur le document ISO 3534:1977 "Statistiques - Vocabulaire et Symboles" en cours de révision par les soins d'ISO/TC69. La nouvelle édition sera diffusée en cahiers séparés et tiendra compte des commentaires et des suggestions communiqués par d'autres organisations.

QUESTIONS DIVERSES

77. Le Représentant de la FIL a présenté le document E-372:1988 de la FIL qui précise la politique actuelle et future de son organisation à l'égard des techniques de laboratoire déposées. Il est vraisemblable qu'en raison du développement rapide des techniques de laboratoire, les méthodes standard actuelles deviendront périmées, ce qui posera de nouveaux problèmes à ceux qui sont appelés à normaliser la méthodologie traditionnelle.

78. Le Représentant de l'AOAC a appelé l'attention sur un article publié dans The Referee sur l'emploi des nécessaires d'épreuves.

79. Le Représentant du Secrétariat du Codex a appelé l'attention sur les problèmes qui peuvent se poser en ce qui concerne l'acceptation par les gouvernements de normes Codex contenant des méthodes Codex du Type I ou II faisant appel à l'emploi de nécessaires d'épreuves. En effet, ces derniers peuvent être difficiles à se procurer ou peuvent être retirés pour des raisons commerciales.

80. la Réunion est convenue que cette question devrait faire l'objet d'un point distinct de l'ordre du jour à la prochaine RII.

81. Le Représentant du Secrétariat du Codex s'est alors référé à un document intitulé "Limites de détermination et limites de détection" élaboré par un expert hongrois. Il a estimé que ce document devrait être discuté par des membres de la communauté scientifique plutôt que par le CCMAS.

82. Les Représentants de l'AOAC et de l'ICUMSA ont fait part de leur intérêt pour le document établi par l'expert hongrois et ont proposé qu'il soit communiqué à la Royal Society of Chemistry du Royaume-Uni et à l'UICPA.

LIEU ET DATE DE LA PROCHAINE REUNION INTERSTITUTIONS

83. Il a été décidé que la prochaine Réunion interinstitutions se tiendrait à Budapest, en novembre 1990, avant la session de 1990 du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage.

84. Après avoir remercié tous les participants, le Secrétaire, l'interprète, le personnel de l'Office hongrois de Normalisation et tous ceux qui ont contribué au succès de la réunion, le Président a déclaré close la septième Réunion interinstitutions.

LISTE DES PARTICIPANTS

7ème réunion interinstitutions
Budapest (Hongrie), 10-11 novembre 1988

ORGANIZATION	NAME	PROFESSION and ADDRESS
ISO	Mr G Castan	Délégué aux Programmes Prioritaires, AFNOR - Tour EUROPE 92080 PARIS LA DEFENSE
ISO Secretary of IAM	Mr K-G Lingner	ISO Central Secretariat, 1 rue de Varembé CH 1211, Genève 20
ISO	Mrs E Nagy	ISO/TC 34 Secretariat Magyar Szabványügyi Hivatal
ISO	Mr H W Schipper	Dutch Standards Institute (NMI) P.O.Box 5059 2600 GB Delft - Netherlands
ISO	Mr W G de Ruig	State Institute for Quality Control of Agricultural Prod. (RIKILT), P.O.Box 230 6700 AE Wageningen - Netherlands
ISO	Ms E Karsay	Secretary of ISO/TC 34/SC 4 Magyar Szabványügyi Hivatal
ICC	Ms H Reigner	Executive Secretary
IDF	Mr E Hopkin	Deputy Secretary General Int. Dairy Federation 41 Sqr Vergote, B-1040 Brussels
IFG	Mr D B Whitehouse	Quality Assurance Manager Cerestar SA/NV, Havenstraat 84, B 1800 Vilvoorde
NMKL	Ms H Wallin	Secretary General, Technical Research Centre of Finland, Food Research Laboratory, SF-02150 ESO, Finland

LISTE DES PARTICIPANTS

7ème réunion interinstitutions
Budapest (Hongrie), 10-11 novembre 1988

ORGANIZATION	NAME	PROFESSION and ADDRESS
IOCCC	Mr H Vos	Populierenlaan, A NL-3235 LG Boschan Duin Analytical Committee: Dr E N Meursing
-----	-----	Toren Laan 7 NL-1551 BK Westzaan
CC/MAS	Mr B Borszéki	Central Food Research Institute II. Budapest, Herman O. u. 15. H-1091
CC/MAS	Ms M Vámos	Central Food Research Institute II. Budapest, Herman O. u. 15. H-1091
EOQC	Mr P Molnár	Institute of Food Control 1095 Budapest, Mester u. 81
MSZH	Mr I Oláh	Head of Department, Hungarian Office for Standardization IX. Budapest, Üllői u. 25.
IUPAC	Ms M Jeránek	Research Institute for Veget. Oils and Detergents, Director 1106, Budapest, Maglódi u. 56
ICUMSA/AOAC	Mr R Wood	Ministry of Agriculture, Fisheries and Food, 65 Romney Street, London, SW1P 3RD, UK
AOAC	Mr J F Lawrence	Food Research Division, Health Protection Branch, Ottawa, Ontario, Canada KIA 0L2
AOAC	Mr G. W Diachenko	Chief, Food Formulation Branch Food and Drug Administration (HRF-413), Center for Food Safety and Applied Nutrition, 200 C St. W.W. Washington, DC 20204

LISTE DES PARTICIPANTS

7ème réunion interinstitutions
Budapest (Hongrie), 10-11 novembre 1988

ORGANIZATION	NAME	PROFESSION and ADDRESS
AOAC	Ms G E S Cox	Chief Executive Officer Cox and Cox Investments 12006 Auth Lane Silver Spring, Maryland 20902
AOAC	Ms M Lauwaars	European Representative P.O.Box 153 6720 AD Eenekom The Netherlands
AOAC	Mr W Horwitz	Scientific Advisor HFF-7 Food and Drug Administration 200 C Street SW Washington, DC 20204, USA
FAO/WHO	Mr E Casadei	Food Standards Officer ESN / Codex Alimentarius via Terme di Caracalla 00100 Rome
FAO/WHO	Mr L G Ladomery	Food Standards Officer ESN / Codex Alimentarius via Terme di Caracella 00100 Rome
OIV	Ms B Mandrou	Professeur-Faculté de Pharmacie de Montpellier 34060 Montpellier Cedex France
Interpreter	Ms K Lomb	
	OBSERVERS	
	Mr. J.Daenen	Project leader Methods of Analysis for Food Control Services; Ministry of Health The Hague, Holland
	Mr.W.J.de Koe	Food Standards Officer Min.of Public Health Sir.Winston Churchillaan 362 2280 HK Ryswyk. The Netherlands