

## REFERENCE, OFFICIELLE, ROUTINE, RAPIDE... QUE CACHENT LES MOTS ?

Méthode de référence, méthode officielle, méthode de routine, méthode alternative, méthode rapide... Ces termes, nous les connaissons tous, mais les confondons parfois, et ce d'autant plus que certains concepts sont voisins.

### **Deux approches voisines : méthode de référence et méthode officielle**

La distinction entre les deux concepts dépend essentiellement du contexte dans lequel on se place. Le concept de méthode de référence relève du domaine du laboratoire, celui de méthode officielle du domaine légal et juridique.

### **METHODE DE REFERENCE**

La notion de méthodes de référence est parfois contestée mais reste néanmoins couramment admise. Ce sont :

- soit des méthodes "définition" ou "critère" qui, par définition et consensus international donnent "les valeurs vraies" (justes) des grandeurs à mesurer (elles correspondent aux méthodes de type I du Codex Alimentarius, cf ci-dessous), par exemple, l'azote Kjeldahl ou la flore totale par dénombrement sur PCA ;

- soit des méthodes de dosage de composés ou d'organismes chimiquement ou biologiquement définis, qui présentent les meilleurs critères analytiques parmi les méthodes disponibles (elles correspondent aux méthodes de type II du Codex).

Ce sont ces méthodes qu'on utilise en "référence", c'est-à-dire pour évaluer ou étalonner d'autres méthodes.

Pour être acceptées, les méthodes de référence doivent avoir fait (ou devront faire) l'objet d'une normalisation par un organisme spécialisé, national ou international. On dispose donc d'une description très détaillée de leur domaine d'application, des procédures à suivre et de leurs performances.

### **Plusieurs niveaux de normalisation coexistent**

#### **NIVEAU INTERNATIONAL**

On trouve plusieurs organismes non gouvernementaux qui sont :

- soit à caractère professionnel, travaillant sur un secteur donné (FIL : Fédération de l'Industrie Laitière, par exemple, pour l'industrie laitière) ;

- soit à caractère institutionnel couvrant l'ensemble des secteurs, mais pour un territoire géographique donné (ISO : International Organization for Standardization, AOAC : Association of Official Analytical Chemists...).

Les normes ISO s'appliquent, en principe, à l'ensemble des pays, mais sont en fait peu reprises par les Etats-Unis, le Japon et dans une moindre mesure par l'Allemagne.

Les normes AOAC couvrent essentiellement l'Amérique du Nord, où elles ont, de fait, un statut de méthodes officielles (cf ci-dessous).

Les normes CEN (Comité Européen de Normalisation) s'adressent à la Communauté Européenne.

Il y a, bien sûr, des points de rencontre entre ces différentes organisations. C'est ainsi que depuis une quinzaine d'années, des groupes d'experts FIL, ISO, AOAC collaborent à la mise en œuvre de nouvelles normes : plus de 50% des normes FIL actuelles –surtout les plus récentes– sont des normes conjointes FIL-ISO-AOAC. De même, le CEN et l'ISO se sont engagés à collaborer dans le but d'éviter les duplications de travaux. Dans le domaine des produits laitiers (pour lequel la commission du CEN est de création récente et n'a pas encore produit de norme), la tendance serait de reprendre intégralement les normes FIL quand elles existent.

Cependant, un certain nombre de méthodes n'ont été traitées et normalisées que par un seul organisme et ne sont pas reprises par les autres, par ex. :

- méthode Gerber, avec une norme ISO uniquement ;
- détection des neutralisants dans le lait en poudre : norme FIL uniquement.

#### **NIVEAU NATIONAL**

Au niveau national, chaque pays dispose d'un organisme de normalisation. En France, c'est l'AFNOR (Association Française de Normalisation) qui fait partie de l'ISO. Un grand nombre de normes AFNOR sont donc équivalentes ou identiques aux normes ISO (plus de 70% des normes de la classe V 04 concernant les produits laitiers). Cependant, il existe quelques normes AFNOR ne correspondant pas à des textes internationaux, par ex :

- détermination des teneurs en Na et K (V 04-355)
- détermination de la teneur en lactose (V 04-213)

### **METHODE OFFICIELLE**

#### **NIVEAU INTERNATIONAL**

La Commission (intergouvernementale) du Codex Alimentarius (FAO / OMS : Food and Agriculture Organization / Organisation Mondiale pour la Santé) définit très strictement les produits alimentaires. Pour ce faire, il lui faut aussi définir un certain nombre de méthodes d'analyses. (Le tout est ensuite répertorié dans l'ouvrage qui porte le nom de Codex Alimentarius).

Les méthodes d'analyse sont élaborées dans des commissions spécialisées ou reprises après étude parmi les méthodes publiées par les organismes cités ci-dessus. Les méthodes sont ensuite classées selon 4 catégories :

- type I et type II, c'est-à-dire méthodes "définition" ou "critère" et méthode de référence (cf "METHODE DE REFERENCE ci-dessus) ;

- type III : ce sont des méthodes dites "alternatives" – pouvant éventuellement remplacer celles des deux premiers types-, dont les critères analytiques sont suffisamment bons pour être utilisés en routine pour des contrôles réguliers, y compris à des fins réglementaires ;

- type IV : ce sont des méthodes dites "provisoires" aux performances analytiques encore mal connues.

Seules les méthodes de type I et II correspondent à des méthodes reconnues comme officielles au niveau international, c'est-à-dire qu'elles constituent des références officielles en cas de litige (au niveau de GATT –General Agreement on Tariffs and Trade, par exemple).

En fait, la quasi totalité des normes communes FIL-ISO-AOAC ont également été acceptées par la FAO et l'OMS.

#### NIVEAU EUROPEEN

Au niveau Européen, le Journal Officiel des Communautés Européennes a publié quelques méthodes d'analyses officielles (donc théoriquement obligatoires en cas de litige) : point de congélation, flore totale, activité phosphatase... Mais en fait, ces méthodes semblent être un compromis entre les normes de la FIL et des normes nationales et sont donc, pour l'heure, peu suivies. Cependant, la tendance probable sera de donner le statut de méthode officielle européenne aux normes européennes que doit élaborer le CEN... ce qui devrait ramener une certaine harmonie dans ce domaine.

#### NIVEAU NATIONAL

Dans certains pays les méthodes normalisées ont de fait un statut de méthode officielle (AOAC et Etats-Unis). Ce n'est pas tout à fait le cas en France, où une méthode officielle est une méthode élaborée et sélectionnée par la CG d'UMA (Commission Générale d'Harmonisation des Méthodes d'Analyse), puis publiée au Journal Officiel.

Des différences entre méthodes officielles et méthodes de référence normalisées sont possibles, et parfois justifiées – quand les domaines d'application sont légèrement différents, par exemple. Ainsi, pour la détermination de la matière grasse dans le lait, la méthode officielle est l'extraction éthéro-chlorhydrique (qui est applicable même aux laits altérés), qui a certes été normalisée par l'AFNOR, mais ne constitue pas la méthode de référence, ni au plan national, ni au plan international. De même, il y a des différences entre la norme AFNOR de détermination de la matière sèche dans le lait (V 04-367) et le texte du JO (Arrêté du 24.08.1983).

Cependant, depuis 1988, un accord existe entre la CG d'UMA et l'AFNOR pour éliminer les double-emplois. Celui-ci conduit à considérer les normes AFNOR comme méthodes officielles lorsqu'il n'y a pas encore de texte officiel sur le sujet.

Méthodes de référence et méthodes officielles sont donc des concepts voisins. Le choix éventuel entre l'un ou l'autre type de méthodes dépend essentiellement du contexte dans lequel on est placé :

- raisonne-t-on au niveau national ou international ?
- est-on en situation de litige ?

#### D'autres méthodes existent

Les méthodes évoquées ci-dessus sont le plus souvent de mise en œuvre très lourde, d'où le développement d'un ensemble de méthodes plus légères et plus rapides.

Ce sont des méthodes alternatives qui permettent d'analyser ou d'estimer pour une catégorie de produits donnés la même grandeur sur celle qui est mesurée par la méthode de référence correspondante. Mais elles présentent un ou plusieurs caractères de rapidité, facilité d'exécution, automatisation. Elles correspondent, approximativement, à toutes les méthodes regroupées dans les types III et IV du Codex Alimentarius.

Il s'agit :

- de méthodes manuelles normalisées, qui ont été automatisées ;
- de certaines méthodes spécifiques de dosage (Noir Amido, Gerber...) ;
- de méthodes instrumentales, avec généralement des instruments dévolus uniquement à l'industrie laitière (appareils IR, Bactoscan, Cobra...) ;
- d'autres méthodes commerciales : kits d'analyse... (en anglais "proprietary technique", "test kit method").

Dans ces deux derniers cas, le plus souvent, une partie, voire la totalité des réactifs et/ou de l'instrumentation est protégée par un brevet et ne peut être obtenue que par l'intermédiaire d'un fabricant donné.

#### METHODE DE ROUTINE

L'utilisation de certaines de ces méthodes en tant que méthode de routine est couramment admise car leurs critères analytiques ont été jugés suffisamment bons (type III du Codex). Elles sont alors souvent normalisées ou publiées au JO (avec indication qu'elles ne constituent pas des méthodes de référence).

En France, celles qui sont utilisées aux fins de paiement du lait le sont après autorisation de la Commission Scientifique et Technique du Ministère de l'Agriculture à la suite d'un processus d'étude que nous avons décrit dans notre numéro O.

Dans tous les cas, ces méthodes doivent être étalonnées par rapport aux méthodes de référence, relatives à l'emploi spécifique qui en est fait.

Un cas particulier de ces méthodes est constitué par les méthodes internes, utilisées en routine, à l'intérieur d'une entreprise ou d'un laboratoire. Elles devraient être sujettes à une validation interne déterminant leur répétabilité et leur justesse.

### **AUTRES METHODES COMMERCIALES**

La reconnaissance de leurs caractéristiques analytiques aux niveaux international et national suppose une démarche de validation plus ou moins poussée (donc une démarche volontaire et à titre onéreux de la part du fabricant).

Nous vous avons présenté les procédures de validation adoptées par l'AFNOR (dans notre numéro 0) et par l'AOAC (dans notre numéro 2).

Une validation ne donne cependant aucun caractère officiel à une méthode.

L'utilisation de ces méthodes se fait dans le cadre :

- de contrôle de matières premières ou de produits finis lors de transactions ;
- du contrôle qualité ;
- de différents contrôles réglementaires.

Elle doit toujours tenir compte de la justesse de la méthode commerciale par rapport à la méthode de référence.

### **CONCLUSION**

D'un point de vue pratique, que peut-on répondre à la question : "Quelle méthode choisir ?"

Dans le domaine des méthodes "alternatives", il est évidemment préférable de s'orienter vers des méthodes dont les performances ont déjà été établies : méthodes de routine, méthodes validées... tout en étant conscient de la nécessité d'étalonnages par rapport à la méthode de référence.

Il subsiste, à l'heure actuelle une certaine confusion entre les méthodes de référence et/ou les méthodes officielles. Cependant, la tendance actuelle étant à l'unification et à l'harmonisation, on peut penser que progressivement les deux notions n'en formeront plus qu'une et qu'il y aura de même un rapprochement entre les niveaux national et international (surtout lorsque le CEN sera devenu effectif dans le domaine des produits laitiers). Pour l'heure, sauf dans le cas particulier d'un litige au niveau administratif ou commercial (où seules les méthodes officielles ont valeur juridique), il semble préférable, lorsqu'on a le choix entre plusieurs textes (par ex, une norme française, un texte du JO France, une norme internationale...) de choisir la méthode dont le texte est le plus récent. C'est, en effet, a priori celui qui a le plus fait la synthèse des nouveautés et des difficultés rencontrées dans les laboratoires.