

Règlement grand-ducal du 14 avril 2003

1. modifiant le règlement grand-ducal du 9 novembre 2000 portant fixation de modes de prélèvement d'échantillons et de méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs maximales pour certains contaminants dans les denrées alimentaires, et
2. portant fixation des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse pour le contrôle officiel
 - a) des teneurs en ochratoxine des denrées alimentaires;
 - b) des dioxines et le dosage des PCB de type dioxine dans les denrées alimentaires; et
 - c) des résidus de pesticides sur et dans les produits d'origine végétale et animale.

Nous Henri, Grand-Duc de Luxembourg, Duc de Nassau;

Vu la loi modifiée du 25 septembre 1953 ayant pour objet la réorganisation du contrôle des denrées alimentaires, boissons et produits usuels;

Vu la directive 2002/26/CE de la Commission du 13 mars 2002 portant fixation des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en ochratoxine A dans certaines denrées alimentaires;

Vu la directive 2002/27/CE de la Commission du 13 mars 2002 modifiant la directive 98/53/CE portant fixation de modes de prélèvement d'échantillons et de méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs maximales pour certains contaminants dans les denrées alimentaires;

Vu la directive 2002/63/CE de la Commission du 11 juillet 2002 fixant des méthodes communautaires de prélèvement d'échantillons pour le contrôle officiel des résidus de pesticides sur et dans les produits d'origine végétale et animale et abrogeant la directive 79/700/CEE;

Vu la directive 2002/69/CE de la Commission du 26 juillet 2002 portant fixation des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des dioxines et le dosage des PCB de type dioxine dans les denrées alimentaires;

Vu l'avis de la Chambre de Commerce;

Vu l'avis de la Chambre des Métiers;

Vu l'article 2 (1) de la loi du 12 juillet 1996 portant réforme du Conseil d'Etat et considérant qu'il y a urgence;

Sur le rapport de Notre ministre de la Santé et de la Sécurité Sociale et de Notre ministre de l'Agriculture, de la Viticulture et du Développement rural et après délibération du Gouvernement en conseil;

Arrêtons:

Art. 1^{er}.-

Le règlement grand-ducal du 9 novembre 2000 portant fixation de modes de prélèvement d'échantillons et de méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs maximales pour certains contaminants dans les denrées alimentaires est modifié comme suit:

L'annexe I est modifié conformément à l'annexe I du présent règlement.

Art. 2.-

1. Les prélèvements d'échantillons en vue du contrôle officiel des teneurs en ochratoxine A des denrées alimentaires sont effectués conformément aux méthodes décrites à l'annexe II du présent règlement.
2. La préparation des échantillons et les méthodes d'analyse utilisées pour le contrôle officiel des teneurs en ochratoxine A des denrées alimentaires doivent être conformes aux critères décrits à l'annexe III du présent règlement.

Art. 3.-

1. Les dispositions du présent article s'appliquent au prélèvement d'échantillons de produits d'origine végétale ou animale afin de déterminer le niveau de résidus de pesticides aux fins du règlement grand-ducal modifié du 8 avril 2000 fixant les teneurs maximales pour les résidus de pesticides sur et dans les denrées alimentaires. Ces dispositions n'affectent pas la stratégie d'échantillonnage ni les niveaux et la fréquence des échantillonnages tels que prévus aux annexes III et IV du règlement grand-ducal du 11 septembre 1997 relatif aux mesures de contrôle à mettre en œuvre à l'égard de certaines substances et de leurs résidus dans les animaux vivants et leurs produits.
2. Les prélèvements d'échantillons visés au paragraphe 1^{er} doivent être conformes aux méthodes décrites à l'annexe IV du présent règlement.

Art. 4.-

1. Les prélèvements d'échantillons destinés au contrôle officiel des teneurs en dioxines et en furanes des denrées alimentaires et à la détermination des teneurs en PCB de type dioxine des denrées alimentaires doivent être effectués conformément aux méthodes décrites à l'annexe V du présent règlement.

2. La préparation des échantillons et les méthodes d'analyse utilisées pour le contrôle officiel des teneurs en dioxines et en furanes des denrées alimentaires et pour la détermination des teneurs en PCB de type dioxine des denrées alimentaires doivent être conformes aux critères décrits à l'annexe VI du présent règlement.

Art. 5.-

Les annexes du présent règlement en font partie intégrante.

Art. 6.-

Notre ministre de la Santé et Notre ministre de l'Agriculture, de la Viticulture et du Développement rural sont chargés, chacun en ce qui le concerne, de l'exécution du présent règlement qui sera publié au Mémorial avec ses annexes.

*Le Ministre de la Santé
et de la Sécurité Sociale,*
Carlo Wagner

*Le Ministre de l'Agriculture,
de la Viticulture et
du Développement rural,*
Fernand Boden

Château de Berg, le 14 avril 2003.
Henri

Dir. 79/700/CEE, 98/53/CE, 2002/26/CE, 2002/27/CE, 2002/63/CE, 2002/69/CE

ANNEXE I

A. L'annexe I est modifiée comme suit:

1) Le point 4.2 est remplacé par le texte suivant:

«4.2. Poids de l'échantillon élémentaire

Le poids de l'échantillon élémentaire est d'environ 300 grammes, à moins qu'il ne soit défini autrement au point 5 de la présente annexe et à l'exclusion des épices, pour lesquelles le poids de l'échantillon élémentaire est d'environ 100 grammes. Dans le cas des lots présentés dans des emballages pour la vente au détail, le poids de l'échantillon élémentaire dépend de celui de l'emballage.»

2) Le point 5.1 est modifié comme suit:

Le terme «, épices» est inséré dans le titre après les termes «fruits séchés».

3) Le tableau 2 figurant au point 5.1 est modifié comme suit:

Le produit «épices» est ajouté au tableau 2 comme suit:

Produit	Poids du lot (en tonnes)	Poids ou nombre de sous-lots	Nombre d'échantillons élémentaires	Échantillon global Poids (kg)
«Épices	≥ 15	25 tonnes	100	10
	< 15	—	10-100 (*)	1-10»

4) Le point 5.2 est modifié comme suit:

Le terme «épices» est ajouté, à la ligne, après le terme «céréales (lots ≥ 50 tonnes)».

5) La phrase suivante est ajoutée au point 5.2.1, quatrième tiret:

«Dans le cas des épices, le poids de l'échantillon global n'excède pas 10 kg et aucune division en sous-lots n'est donc nécessaire.»

6) Le point 5.2.2 est modifié comme suit:

Les termes «et épices» sont ajoutés après «d'autres traitements physiques» dans la phrase «Pour les arachides, les fruits à coque et les fruits séchés soumis à un traitement de triage ou à d'autres traitements physiques».

7) Le point 5.5.2.2 est rectifié comme suit:

Les termes «au point 5.2» sont remplacés par les termes «dans le tableau 2 du point 5.1».

8) Le point 6 suivant est ajouté:

«6. Prélèvement d'échantillons au stade du commerce de détail

L'échantillonnage de denrées alimentaires au stade du commerce de détail doit être effectué, dans la mesure du possible, conformément aux dispositions de prélèvement précitées. En cas d'impossibilité, d'autres modes de prélèvement efficaces au stade du commerce de détail peuvent être utilisés, à condition qu'ils garantissent une représentativité suffisante du lot échantillonné.»

B. L'annexe II est modifiée comme suit:

1) Le point 4.3 est rectifié comme suit:

Dans le tableau, colonne «Fourchette de concentration», «µg/L» doit chaque fois être remplacé par «µg/kg» et, à la ligne «Récupération-Aflatoxine M1», la fourchette de concentration «0,01-0,5 µg/L» doit être remplacée par «0,01-0,05 µg/kg».

ANNEXE II

MODES DE PRÉLÈVEMENT DES ÉCHANTILLONS POUR LE CONTRÔLE OFFICIEL DES TENEURS EN OCHRATOXINE A DE CERTAINES DENRÉES ALIMENTAIRES

1. **Objet et champ d'application**

Les échantillons destinés aux contrôles officiels des teneurs en ochratoxine A des denrées alimentaires sont prélevés conformément aux méthodes décrites ci-après. Les échantillons globaux ainsi obtenus sont considérés comme étant représentatifs des lots. Le respect des limites maximales fixées dans le règlement (CE) n° 466/2001 est établi sur la base des teneurs décelées dans les échantillons de laboratoire.

2. **Définitions**

Lot:	quantité identifiable d'une denrée alimentaire, livrée en une fois, pour laquelle il est établi par l'agent responsable qu'elle présente des caractéristiques communes, telles que l'origine, la variété, le type d'emballage, l'emballer, l'expéditeur ou le marquage.
Sous-lot:	partie désignée d'un grand lot, afin d'appliquer le mode de prélèvement à cette partie désignée. Chaque sous-lot doit être physiquement séparé et identifiable.
Échantillon élémentaire:	quantité de matière prélevée en un seul point du lot ou du sous-lot.
Échantillon global:	agrégation de tous les échantillons élémentaires prélevés sur le lot ou le sous-lot.

3. **Dispositions générales**

3.1. *Personnel*

Le prélèvement est effectué par une personne mandatée à cet effet, selon les prescriptions en vigueur dans l'État membre.

3.2. *Produit à échantillonner*

Chaque lot à analyser fait l'objet d'un échantillonnage séparé. Conformément aux dispositions spécifiques de la présente annexe, les grands lots doivent être subdivisés en sous-lots, à échantillonner séparément.

3.3. *Précautions à prendre*

Au cours de l'échantillonnage et de la préparation des échantillons, des précautions doivent être prises, afin d'éviter toute altération pouvant modifier la teneur en ochratoxine A ou affecter les analyses ou la représentativité de l'échantillon global.

3.4. *Échantillons élémentaires*

Dans la mesure du possible, les échantillons élémentaires doivent être prélevés en divers points répartis sur l'ensemble du lot ou sous-lot. Tout écart par rapport à cette règle doit être signalé dans le procès-verbal.

3.5. *Préparation de l'échantillon global*

L'échantillon global est obtenu en assemblant les échantillons élémentaires.

3.6. *Échantillons identiques*

Des échantillons identiques, destinés à des mesures exécutoires, au commerce (défense) et à des fins d'arbitrage, sont prélevés sur l'échantillon homogénéisé, pour autant que cette procédure n'aille pas à l'encontre de la législation des États membres en matière d'échantillonnage.

3.7. *Conditionnement et envoi des échantillons*

Chaque échantillon est placé dans un récipient propre, en matériau inerte, offrant une protection adéquate contre les risques de contamination et les dommages pouvant résulter du transport. Toutes les précautions nécessaires sont prises pour éviter toute modification de la composition de l'échantillon pouvant survenir au cours du transport ou du stockage.

3.8. *Fermeture et étiquetage des échantillons*

Chaque échantillon officiel est scellé sur le lieu de prélèvement et identifié selon les prescriptions en vigueur dans l'État membre.

Pour chaque prélèvement, un procès-verbal d'échantillonnage doit être établi, permettant d'identifier sans ambiguïté le lot échantillonné et reprenant la date et le lieu d'échantillonnage, ainsi que toute information supplémentaire pouvant être utile à l'analyste.

4. Dispositions spécifiques

4.1. Différents types de lots

Les denrées alimentaires peuvent être commercialisées en vrac, dans des conteneurs ou dans des emballages individuels (sacs, emballages de détail, etc.). Le mode d'échantillonnage peut être appliqué aux différentes formes sous lesquelles les produits sont mis sur le marché.

Sans préjudice des dispositions spécifiques prévues aux points 4.3, 4.4 et 4.5 de la présente annexe, la formule suivante peut être utilisée comme guide pour l'échantillonnage des lots commercialisés dans des emballages individuels (sacs, emballages de détail, etc.):

$$\text{Fréquence d'échantillonnage (n)} \quad n = \frac{\text{Poids du lot} \times \text{poids de l'échantillon élémentaire}}{\text{Poids de l'échantillon global} \times \text{poids d'un emballage individuel}}$$

— poids: à exprimer en kg

— fréquence d'échantillonnage: chaque prélèvement est réalisé tous les tantèmes sacs (les chiffres décimaux sont arrondis au nombre entier le plus proche).

4.2. Poids de l'échantillon élémentaire

Le poids de l'échantillon élémentaire est d'environ 100 grammes, à moins qu'il ne soit défini autrement dans la présente annexe. Dans le cas de lots présentés dans des emballages de détail, le poids de l'échantillon élémentaire dépend du poids de l'emballage de détail.

4.3. Résumé général du mode d'échantillonnage pour les céréales et les raisins secs

Tableau 1: Subdivision des lots en sous-lots en fonction du produit et du poids du lot

Produit	Poids du lot (en tonnes)	Poids des sous-lots ou nombre de sous-lots	Nombre d'échantillons élémentaires	Poids de l'échantillon global (en kg)
Céréales et produits céréaliers	≥ 1 500	500 tonnes	100	10
	> 300 et < 1 500	3 sous-lots	100	10
	≥ 50 et ≤ 300	100 tonnes	100	10
	< 50	—	10-100 ⁽¹⁾	1-10
Raisins secs (raisins secs de Corinthe, «raisins secs» et Sultanines)	≥ 15	15-30 tonnes	100	10
	< 15	—	10-100 ⁽²⁾	1-10

⁽¹⁾ Selon le poids du lot — voir tableau 2 de la présente annexe.

⁽²⁾ Selon le poids du lot — voir tableau 3 de la présente annexe.

4.4. Mode de prélèvement des échantillons pour les céréales et les produits céréaliers (lots ≥ 50 tonnes) et les raisins secs (lots ≥ 15 tonnes)

— À condition que les sous-lots puissent être séparés physiquement, chaque lot doit être subdivisé en sous-lots conformément au tableau 1. Étant donné que le poids d'un lot n'est pas toujours un multiple exact du poids des sous-lots, le poids des sous-lots peut dépasser le poids indiqué jusqu'à concurrence de 20 %.

— Chaque sous-lot doit faire l'objet d'un échantillonnage séparé.

— Nombre d'échantillons élémentaires: 100. Dans le cas de lots de céréales inférieurs à 50 tonnes et de lots de raisins secs inférieurs à 15 tonnes, voir point 4.5. Poids de l'échantillon global = 10 kg.

— S'il n'est pas possible d'appliquer le mode de prélèvement décrit ci-dessus en raison des pertes commerciales qu'entraînerait un dommage du lot (par exemple, à cause des formes d'emballage ou des moyens de transport), un autre mode de prélèvement peut être appliqué, à condition qu'il soit aussi représentatif que possible et qu'il soit décrit en détail et bien documenté.

4.5. Dispositions applicables au prélèvement d'échantillons de céréales et de produits céréaliers (lots < 50 tonnes) et de raisins secs (lots < 15 tonnes)

Pour des lots de céréales inférieurs à 50 tonnes et pour des lots de raisins secs inférieurs à 15 tonnes, le plan d'échantillonnage doit être utilisé avec de 10 à 100 échantillons élémentaires, suivant le poids du lot, formant un échantillon global de 1 à 10 kg.

Les chiffres du tableau suivant peuvent être utilisés pour déterminer le nombre d'échantillons élémentaires à prélever.

Tableau 2: Nombre d'échantillons élémentaires à prélever en fonction du poids du lot de céréales

Poids du lot (en tonnes)	Nombre d'échantillons élémentaires
≤ 1	10
$> 1 - \leq 3$	20
$> 3 - \leq 10$	40
$> 10 - \leq 20$	60
$> 20 - \leq 50$	100

Tableau 3: Nombre d'échantillons élémentaires à prélever en fonction du poids du lot de raisins secs

Poids du lot (en tonnes)	Nombre d'échantillons élémentaires
$\leq 0,1$	10
$> 0,1 - \leq 0,2$	15
$> 0,2 - \leq 0,5$	20
$> 0,5 - \leq 1,0$	30
$> 1,0 - \leq 2,0$	40
$> 2,0 - \leq 5,0$	60
$> 5,0 - \leq 10,0$	80
$> 10,0 - \leq 15,0$	100

4.6. Échantillonnage au stade du commerce de détail

Le prélèvement d'échantillons de denrées au stade du commerce de détail devrait avoir lieu, autant que possible, selon les dispositions qui précèdent. Lorsque ce n'est pas possible, d'autres modes efficaces de prélèvement au stade du commerce de détail peuvent être utilisés, à condition qu'ils garantissent une représentativité suffisante du lot échantillonné.

5. Acceptation d'un lot ou d'un sous-lot

- Acceptation si l'échantillon global est conforme à la limite maximale.
- Refus si l'échantillon global dépasse la limite maximale.

ANNEXE III

PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS ET CRITÈRES APPLICABLES AUX MÉTHODES D'ANALYSE POUR LE CONTRÔLE OFFICIEL DES TENEURS EN OCHRATOXINE A DE CERTAINES DENRÉES ALIMENTAIRES

1. Précautions

L'ochratoxine A étant distribuée de façon hétérogène, les échantillons doivent être préparés (et surtout homogénéisés) avec le plus grand soin.

La totalité du produit reçu dans le laboratoire doit être utilisée pour la préparation du produit à tester.

2. Traitement de l'échantillon reçu dans le laboratoire

L'échantillon global complet est broyé finement et soigneusement mélangé selon une méthode garantissant une homogénéisation complète.

3. Subdivision des échantillons pour des mesures exécutoires et des actions de défense

Les échantillons d'analyse destinés à des mesures exécutoires, au commerce (défense) ou à des fins d'arbitrage sont prélevés sur les échantillons de laboratoire homogénéisés, pour autant que cette procédure n'aille pas à l'encontre de la législation des États membres en matière d'échantillonnage.

4. Méthode d'analyse à utiliser par le laboratoire et modalités de contrôle du laboratoire

4.1. Définitions

Un certain nombre des définitions les plus courantes que les laboratoires seront invités à utiliser sont indiquées ci-après:

Les paramètres de fidélité les plus couramment cités sont la répétabilité et la reproductibilité.

r = répétabilité: valeur en dessous de laquelle on peut s'attendre à ce que la différence absolue entre les résultats de deux tests individuels, obtenus dans des conditions de répétabilité (c'est-à-dire même échantillon, même opérateur, même appareillage, même laboratoire et court intervalle de temps), se situe dans une limite donnée de probabilité (en principe 95 %); d'où $r = 2,8 \times s_r$.

s_r = écart-type, calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de répétabilité.

RSD_r = écart-type relatif, calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de répétabilité $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$, où \bar{x} représente la moyenne des résultats pour tous les laboratoires et échantillons.

R = reproductibilité: valeur en dessous de laquelle on peut s'attendre à ce que la différence absolue entre les résultats de tests individuels, obtenus dans des conditions de reproductibilité (c'est-à-dire pour un produit identique, obtenu par les opérateurs dans différents laboratoires utilisant la méthode de test normalisée), se situe dans une certaine limite de probabilité (en principe 95 %); d'où $R = 2,8 \times s_R$.

s_R = écart-type, calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de reproductibilité.

RSD_R = écart-type relatif, calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de reproductibilité $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$.

4.2. Exigences générales

Les méthodes d'analyse utilisées pour le contrôle des denrées alimentaires doivent satisfaire aux dispositions des points 1 et 2 de l'annexe de la directive 85/591/CEE concernant l'introduction de modes de prélèvement d'échantillons et de méthodes d'analyse communautaires pour le contrôle des denrées destinées à l'alimentation humaine.

4.3. Exigences spécifiques

Pour autant qu'aucune méthode spécifique ne soit prescrite au niveau communautaire pour la détermination des teneurs en ochratoxine A dans les denrées alimentaires, les laboratoires sont libres d'appliquer la méthode de leur choix, à condition qu'elle respecte les critères suivants:

Caractéristiques de performance pour l'ochratoxine A

Teneur µg/kg	Ochratoxine A		
	RSD _r (%)	RSD _R (%)	Récupération (%)
< 1	≤ 40	≤ 60	50 à 120
1-10	≤ 20	≤ 30	70 à 110

— Les limites de détection des méthodes utilisées ne sont pas indiquées, étant donné que les valeurs relatives à la fidélité sont données pour les concentrations présentant un intérêt.

— Les valeurs relatives à la fidélité sont calculées à partir de l'équation d'Horwitz:

$$RSD_R = 2^{(1-0,5 \log C)}$$

où:

— RSD_R représente l'écart type relatif, calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de reproductibilité $[(s_g/\bar{x}) \times 100]$,

— C est le taux de concentration (c'est-à-dire 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1 000 mg/kg).

Il s'agit là d'une équation générale relative à la fidélité qui a été jugée indépendante de l'analyte et de la matrice et dépendante uniquement de la concentration pour la plupart des méthodes d'analyse de routine.

4.4. Calcul du taux de récupération

Le résultat analytique est enregistré sous forme corrigée ou non au titre de la récupération. La façon d'enregistrer et le taux de récupération doivent être rapportés.

4.5. Normes de qualité applicables aux laboratoires

Les laboratoires doivent se conformer aux dispositions de la directive 93/99/CEE relative à des mesures additionnelles concernant le contrôle officiel des denrées alimentaires.

ANNEXE IV

MÉTHODES DE PRÉLÈVEMENT D'ÉCHANTILLONS SUR LES PRODUITS D'ORIGINE VÉGÉTALE ET ANIMALE EN VUE DE LA DÉTERMINATION DES NIVEAUX DE RÉSIDUS DE PESTICIDES POUR CONTRÔLER LE RESPECT DES LMR

1. OBJECTIF

Les échantillons destinés au contrôle officiel des niveaux de résidus de pesticides sur et dans les céréales, les fruits et les légumes sont prélevés conformément aux méthodes décrites ci-après.

Ces procédures d'échantillonnage doivent permettre d'obtenir un échantillon représentatif d'un lot à analyser pour déterminer si les limites maximales de résidus (LMR) de pesticides établies dans les annexes des directives 76/895/CEE, 86/362/CEE, 86/363/CEE et 90/642/CEE du Conseil et, en l'absence de LMR communautaires, d'autres LMR comme celles qui ont été fixées par la commission du *Codex Alimentarius* sont respectées. Les méthodes et procédures définies comprennent celles qui ont été recommandées par la commission du *Codex Alimentarius*.

2. PRINCIPES

Les LMR communautaires sont établies sur la base des données de bonnes pratiques agricoles, et les produits de base ainsi que les aliments qui en sont issus satisfaisant aux LMR sont censés être toxicologiquement admissibles.

La LMR pour un végétal, un œuf ou un produit laitier tient compte du niveau maximal pouvant être présent dans un échantillon composite obtenu à partir de multiples unités de produit traité, elle est censée représenter le taux moyen de résidus dans le lot. La LMR applicable à la viande et à la volaille tient compte du niveau maximal pouvant être présent dans les tissus d'animaux ou d'oiseaux individuels traités.

Par conséquent, les LMR applicables à la viande et à la volaille concernent un échantillon en vrac obtenu à partir d'un échantillon primaire unique, alors que les LMR applicables aux produits végétaux, aux œufs et aux produits laitiers concernent un échantillon en vrac composite obtenu à partir d'un nombre d'échantillons primaires compris entre 1 et 10.

3. DÉFINITION DES NOTIONS

Portion à analyser

Une quantité représentative du matériel prélevé sur l'échantillon à analyser, d'une taille permettant de mesurer la concentration en résidus.

Note: un dispositif de prélèvement d'échantillons peut être utilisé pour retirer la portion à analyser.

Échantillon à analyser

La matière préparée aux fins de l'analyse, à partir de l'échantillon de laboratoire, par séparation de la portion du produit à analyser⁽¹⁾ ⁽²⁾ puis mélangée, broyée, hachée menu, etc. pour prélever des portions à analyser avec le minimum d'erreurs d'échantillonnage.

Note: la préparation de l'échantillon à analyser doit refléter la procédure suivie pour établir les LMR et, par conséquent, la portion du produit à analyser peut comprendre des parties qui ne sont pas normalement consommées.

Échantillon en vrac

Pour les produits autres que la viande et la volaille, total combiné et soigneusement mélangé des échantillons primaires prélevés dans un lot. Pour la viande et la volaille, échantillons primaires considérés comme équivalant à l'échantillon en vrac.

Notes: a) Les échantillons primaires doivent fournir suffisamment de matière pour que tous les échantillons de laboratoire puissent être prélevés sur l'échantillon en vrac.

b) Lorsque des échantillons de laboratoire distincts sont préparés durant la collecte de l'échantillon/des échantillons primaires, l'échantillon en vrac est la somme théorique des échantillons de laboratoire au moment du prélèvement des échantillons dans le lot.

Échantillon de laboratoire

Échantillon envoyé au laboratoire ou reçu par ce dernier. Quantité représentative de matière prélevée dans l'échantillon en vrac.

Notes: a) Un échantillon de laboratoire peut être constitué par la totalité ou une partie de l'échantillon en vrac.

b) Les unités ne doivent être ni découpées ni brisées pour produire l'échantillon/les échantillons de laboratoire, sauf dans les cas où la subdivision des unités est spécifiée au tableau 3.

c) Des doubles des échantillons de laboratoire peuvent être préparés.

⁽¹⁾ Classification communautaire des denrées alimentaires: annexe I de la directive 86/362/CEE et annexe I de la directive 86/363/CEE, toutes les deux modifiées par la directive 93/57/CEE (JO L 211 du 23.8.1993, p. 1), et annexe de la directive 90/642/CEE, modifiée par la directive 95/38/CE (JO L 197 du 22.8.1995, p. 14).

⁽²⁾ Partie des produits à laquelle des limites maximales s'appliquent: annexe I de la directive 90/642/CEE, modifiée par la directive 93/58/CEE (JO L 211 du 23.8.1993, p. 6).

Lot

Quantité de matière à usage alimentaire livrée en une seule fois et ayant — du moins à la connaissance de la personne habilitée à l'échantillonnage — des caractéristiques uniformes telles que même origine, même producteur, même variété, même emballer, même type de conditionnement, même marque, même expéditeur, etc. Un lot suspect est un lot qui, pour une raison quelconque, est soupçonné de contenir un résidu en quantité excessive. Un lot non suspect est un lot pour lequel il n'y a pas de raison de penser qu'il contient des résidus en quantité excessive.

- Notes:
- a) Lorsqu'une livraison est composée de lots qui peuvent être identifiés comme provenant de différents cultivateurs, etc., chaque lot doit être considéré séparément.
 - b) Une livraison peut comprendre un ou plusieurs lots.
 - c) Lorsque la taille ou les limites de chaque lot d'une expédition ne sont pas clairement fixées, chaque wagon, camion ou cargaison d'une série peut être considéré comme un lot distinct.
 - d) Un lot peut être mélangé par des processus de calibrage ou de fabrication, par exemple.

Échantillon primaire

Une ou plusieurs unités prélevées en un seul endroit dans le lot.

- Notes:
- a) L'endroit du lot où l'échantillon primaire est prélevé devrait être choisi de préférence de façon totalement aléatoire; si cela n'est matériellement pas possible, l'endroit devrait être choisi de façon aléatoire dans les parties accessibles du lot.
 - b) Le nombre d'unités requises pour constituer un échantillon primaire est déterminé par la taille minimale et par le nombre des échantillons de laboratoire requis.
 - c) Pour les produits d'origine végétale, les œufs et les produits laitiers, lorsque plusieurs échantillons sont prélevés sur un lot, chaque échantillon primaire devrait contribuer dans une même proportion à l'échantillon en vrac.
 - d) Lorsque les unités sont de taille moyenne ou grande et que le mélange des échantillons en vrac ne permettrait pas d'obtenir des échantillons de laboratoire plus représentatif, ou que les unités (par exemple œufs, fruits à chair tendre) pourraient être endommagées par le mélange, elles peuvent être réparties de manière aléatoire entre les sous-échantillons de laboratoire au moment du prélèvement de l'échantillon/des échantillons primaires.
 - e) Lorsque les échantillons primaires sont prélevés à plusieurs reprises au cours du chargement ou du déchargement d'un lot, «l'endroit» du prélèvement est en fait un point dans le temps.
 - f) Les unités ne doivent être ni découpées ni brisées pour obtenir l'échantillon/les échantillons primaires, sauf si la subdivision des unités est spécifiée au tableau 3.

Échantillon

Une ou plusieurs unités sélectionnées dans une population d'unités ou une portion de matière sélectionnée dans une quantité plus importante. Dans le cadre de ces recommandations, un échantillon représentatif devrait représenter le lot, l'échantillon en vrac, l'animal, etc. sur le plan de la teneur en résidus de pesticides, et pas nécessairement par rapport à d'autres caractéristiques.

Échantillonnage

Procédure utilisée pour prélever et constituer un échantillon.

Dispositif d'échantillonnage

- i) Instrument tel que cuillère, louche, sonde, couteau ou fourchette utilisé pour prélever une unité d'un produit en vrac ou de paquets (tels que tonneaux, gros fromages) ou d'unités de viande ou de volaille qui sont trop grands pour être utilisés comme échantillons primaires.
- ii) Un instrument tel qu'un diviseur d'échantillons utilisé pour préparer un échantillon de laboratoire à partir d'un échantillon en vrac ou pour préparer une portion à analyser d'un échantillon d'analyse.

- Notes:
- a) Des dispositifs d'échantillonnage spécifiques sont décrits dans les normes ISO ⁽¹⁾ ⁽²⁾ ⁽³⁾ et FIL/IDF ⁽⁴⁾.
 - b) Pour les matériaux tels que les feuilles en vrac, la main de l'agent habilité à l'échantillonnage peut être considérée comme un dispositif d'échantillonnage.

⁽¹⁾ Organisation internationale de normalisation, 1979. Norme ISO 950: céréales — prélèvement d'échantillons (en grains).

⁽²⁾ Organisation internationale de normalisation, 1979. Norme ISO 951: légumineuses conditionnées — prélèvement d'échantillons.

⁽³⁾ Organisation internationale de normalisation, 1980. Norme ISO 1839: prélèvement d'échantillons — thé.

⁽⁴⁾ Fédération internationale de la laiterie, 1995. Norme FIL/IDF 50C: lait et produits laitiers — modes d'échantillonnage.

Agent habilité à l'échantillonnage

Une personne formée aux procédures d'échantillonnage et, le cas échéant, habilitée par les autorités compétentes à prélever des échantillons.

Note: l'agent habilité à l'échantillonnage est responsable de toutes les procédures, jusque et y compris la préparation, l'emballage et l'expédition de l'échantillon/des échantillons de laboratoire. Il doit être conscient que le respect le plus rigoureux des procédures d'échantillonnage spécifiées s'impose, il doit fournir une documentation complète pour les échantillons et il devrait collaborer étroitement avec le laboratoire.

Taille de l'échantillon

Le nombre d'unités, ou la quantité de matière, qui constitue l'échantillon.

Unité

La plus petite portion d'un lot qui doit être prélevée pour constituer la totalité ou une partie d'un échantillon primaire.

Note: les unités se définissent comme suit:

- fruits et légumes frais. Chaque fruit, légume ou grappe naturelle de ceux-ci (raisins, par exemple) constitue une unité, sauf s'ils sont de petite taille. Les unités de petits produits emballés peuvent être identifiées comme au point d). Lorsqu'un dispositif d'échantillonnage peut être utilisé sans endommager le matériel, il peut servir à constituer des unités. Les œufs et les fruits ou légumes frais ne peuvent être ni coupés ni brisés pour produire des unités;
- gros animaux ou parties ou organes de ceux-ci. Une portion, ou la totalité, d'une partie de l'organe spécifié constitue une unité. Les parties ou organes peuvent être coupés pour former des unités;
- petits animaux ou parties ou organes de ceux-ci. Chaque animal entier ou chaque partie d'organe complet peut constituer une unité. Si elles sont emballées, les unités peuvent être identifiées comme au point d). Lorsqu'un dispositif d'échantillonnage peut être utilisé sans affecter les résidus, il peut servir à constituer des unités;
- matériels emballés. Le conditionnement individuel le plus petit doit être considéré comme une unité. Lorsque les plus petits conditionnements sont encore très volumineux, ils doivent être échantillonnés comme des produits en vrac, comme au point e). Lorsque les plus petits conditionnements sont très petits, un lot de petits conditionnements peut constituer une unité;
- matériels en vrac et gros conditionnements (tels que tonneaux, fromages, etc.) qui sont individuellement trop volumineux pour constituer des échantillons primaires. Les unités sont constituées à l'aide d'un dispositif d'échantillonnage.

4. PROCÉDURES D'ÉCHANTILLONNAGE (7)

4.1. Précautions à prendre

Il convient d'éviter toute contamination ou détérioration des échantillons à tous les stades, étant donné que les résultats des analyses peuvent en être affectés. Chaque lot soumis au contrôle du respect des dispositions doit être échantillonné séparément.

4.2. Collecte d'échantillons primaires

Le nombre minimal d'échantillons primaires à prélever d'un lot figure au tableau 1, ou au tableau 2 dans le cas d'un lot de viande ou de volaille suspect. Chaque échantillon primaire devrait être prélevé à un endroit du lot choisi de manière aléatoire, dans la mesure du possible. Les échantillons primaires doivent être constitués de suffisamment de matière pour fournir l'échantillon/les échantillons de laboratoire à prélever du lot.

Note: les dispositifs nécessaires à l'échantillonnage des céréales (8), des légumineuses (9) et du thé (10) sont décrits dans les recommandations ISO; pour les produits laitiers (11) ils sont décrits par la FIL.

Tableau 1

Nombre minimal d'échantillons primaires à prélever d'un lot

	Nombre minimal d'échantillons primaires à prélever du lot
a) Viande et volaille	
Lot non suspect	1
Lot suspect	Déterminé conformément au tableau 2

(7) Il est possible d'adopter les recommandations ISO pour l'échantillonnage des céréales (voir note 3 de bas de page) ou d'autres produits expédiés en vrac, si nécessaire.

(8) Organisation internationale de normalisation, 1979. Norme ISO 950: céréales — prélèvement d'échantillons (en grains).

(9) Organisation internationale de normalisation, 1979. Norme ISO 951: légumineuses conditionnées — prélèvement d'échantillons.

(10) Organisation internationale de normalisation, 1980. Norme ISO 1839: prélèvement d'échantillons — thé.

(11) Fédération internationale de la laiterie, 1995. Norme FIL/IDF 50C: lait et produits laitiers — modes d'échantillonnage.

		Nombre minimal d'échantillons primaires à prélever du lot
b) Autres produits		
i) Produits, conditionnés ou en vrac, dont on peut penser qu'ils sont bien mélangés ou bien homogènes	1 (un lot peut être mélangé par des processus de calibrage ou de fabrication, par exemple)	
ii) Produits, conditionnés ou en vrac, qui peuvent ne pas être bien mélangés ou bien homogènes	Pour les produits constitués de grandes unités, s'agissant de produits alimentaires de base d'origine végétale uniquement, le nombre minimal d'échantillons primaires doit correspondre au nombre minimal d'unités exigées pour l'échantillon de laboratoire (tableau 4)	
Ou		
Poids du lot (en kg)		
< 50	3	
50-500	5	
> 500	10	
Ou		
Nombre de boîtes, de cartons ou d'autres récipients du lot		
1-25	1	
26-100	5	
> 100	10	

Tableau 2

Nombre d'échantillons primaires sélectionnés de manière aléatoire pour avoir la probabilité de trouver au moins un échantillon non conforme dans un lot de viande ou de volaille, pour une incidence donnée de résidus non conformes dans le lot

Incidence des résidus non conformes dans le lot %	Nombre minimal d'échantillons (n _i) nécessaires pour détecter un résidu non conforme avec une probabilité de:		
	90 %	95 %	99 %
90	1	—	2
80	—	2	3
70	2	3	4
60	3	4	5
50	4	5	7

Incidence des résidus non conformes dans le lot	Nombre minimal d'échantillons (n_1) nécessaires pour détecter un résidu non conforme avec une probabilité de:		
	5	6	9
40	5	6	9
35	6	7	11
30	7	9	13
25	9	11	17
20	11	14	21
15	15	19	29
10	22	29	44
5	45	59	90
1	231	299	459
0,5	460	598	919
0,1	2 301	2 995	4 603

Notes: a) Le tableau suppose un échantillonnage aléatoire.

b) Lorsque le nombre d'échantillons primaires indiqué dans le tableau 2 est supérieur d'environ 10 % au nombre d'unités contenues dans le lot total, le nombre d'échantillons primaires peut être inférieur et doit être calculé comme suit:

$$n = n_1 / ((1 + (n_1 - 1)) / N)$$

où

n = le nombre minimal d'échantillons primaires à prélever

n_1 = le nombre d'échantillons primaires figurant au tableau 2

N = le nombre d'unités pouvant donner un échantillon primaire dans le lot.

c) Lorsqu'un seul échantillon primaire est prélevé, la probabilité de détecter un échantillon non conforme est analogue à l'incidence des résidus non conformes.

d) Pour déterminer avec exactitude les probabilités ou d'autres possibilités de probabilité, ou une incidence différente des échantillons non conformes, le nombre d'échantillons à prélever peut se calculer au moyen de la formule suivante:

$$1 - p = (1 - i)^n$$

où p est la probabilité et i l'incidence des résidus non conformes présents dans le lot (tous deux exprimés en fractions et non en pourcentages) et où n est le nombre d'échantillons.

4.3. Préparation de l'échantillon en vrac

Les procédures concernant la viande et la volaille sont décrites au tableau 3. Chaque échantillon primaire est considéré comme un échantillon en vrac distinct.

Les procédures concernant les produits d'origine végétale, les œufs ou les produits laitiers sont décrites aux tableaux 4 et 5. Les échantillons primaires devraient être combinés et bien mélangés si possible pour constituer l'échantillon en vrac.

S'il n'est pas possible de procéder à un mélange pour constituer l'échantillon en vrac, on peut suivre la procédure suivante. Lorsque les unités peuvent être endommagées (les résidus pouvant ainsi être affectés) par les opérations de mélange ou de subdivision de l'échantillon en vrac ou lorsque de grandes unités ne peuvent être mélangées pour donner une distribution des résidus plus uniforme les unités devraient être réparties de manière aléatoire entre des échantillons de laboratoire subdivisés au moment du prélèvement des échantillons primaires. Dans ce cas, le résultat à utiliser devrait être la moyenne des résultats valables tirés de l'analyse des échantillons de laboratoire.

Tableau 3

Viande et volaille: description des échantillons primaires et taille minimale des échantillons de laboratoire

	Classification du produit (*)	Exemples	Nature de l'échantillon primaire à prélever	Taille minimale de chaque échantillon de laboratoire
Produits alimentaires primaires d'origine animale				
1.	Viandes de mammifères <i>Note:</i> pour le contrôle de conformité avec les LMR des pesticides liposolubles, les échantillons doivent être prélevés selon la section 2 visée ci-dessous			
1.1.	Gros mammifères, carcasse entière ou demi-carcasse, habituellement ≥ 10 kg	Bovins, ovins, porcins	Diaphragme entier ou partie du diaphragme, complété, le cas échéant, par le muscle cervical	0,5 kg
1.2.	Petits mammifères, carcasse entière	Lapins	Carcasse entière ou pattes de derrière	0,5 kg, unité débarrassée de la peau et des os
1.3.	Morceaux de viande de mammifères, individuels frais/réfrigérés/congelés, emballés ou non	Quartiers, côtes, steaks, épaules	Unité(s) entière(s) ou portion d'une unité importante	0,5 kg, unité débarrassée des os
1.4.	Morceaux de viande de mammifères, congelés en vrac	Quartiers, côtes	Soit une portion congelée prélevée dans un récipient, soit la totalité (ou des portions) de morceaux individuels	0,5 kg, unité débarrassée des os
2.	Graisses de mammifères, y compris la graisse de la carcasse <i>Note:</i> des échantillons de graisse prélevés comme décrit aux sections 2.1, 2.2 et 2.3 peuvent être utilisés pour déterminer la conformité de la graisse, ou du produit tout entier, avec les LMR correspondantes			
2.1.	Gros mammifères à l'abattage, carcasse entière ou demi-carcasse, habituellement ≥ 10 kg	Bovins, ovins, porcins	Graisse de rognons, graisse abdominale ou sous-cutanée prélevée sur un seul animal	0,5 kg
2.2.	Petits mammifères à l'abattage, carcasse entière ou demi-carcasse < 10 kg		Graisse abdominale ou sous-cutanée prélevée sur un ou plusieurs animaux	0,5 kg
2.3.	Morceaux de viande de mammifères	Pattes, steaks, côtes.	Soit graisse visible, prélevée sur une ou plusieurs unités, soit unité(s) entière(s) ou portions d'unité(s) entière(s), là où la graisse ne peut être détachée	0,5 kg 2 kg
2.4.	Tissu graisseux de mammifères en vrac		Unités prélevées avec un dispositif d'échantillonnage en 3 endroits au moins	0,5 kg
3.	Abats de mammifères			
3.1.	Foies de mammifères, frais/réfrigérés/congelés		Foie(s) entier(s), ou partie de foie	0,4 kg

	Classification du produit (*)	Exemples	Nature de l'échantillon primaire à prélever	Taille minimale de chaque échantillon de laboratoire
3.2.	Rognons de mammifères, frais/réfrigérés/congelés		Un ou les deux reins, prélevés sur un ou deux animaux	0,2 kg
3.3.	Cœurs de mammifères, frais/réfrigérés/congelés		Cœur(s) entier(s) ou portion du ventricule seulement si le cœur est gros	0,4 kg
3.4.	Autres abats de mammifères, frais/réfrigérés/congelés		Partie ou unité entière provenant d'un ou de plusieurs animaux ou coupe transversale prélevée sur le produit congelé en vrac	0,5 kg
Viandes de volaille				
4.	Note: pour le contrôle de conformité avec les LMR des pesticides liposolubles, les échantillons doivent être prélevés selon la section 5 visée ci-dessous			
4.1.	Carcasses de grands volatiles > 2 kg	Dinde, oie, coq, chapon et canard	Cuisses, pilons ou chair autre que le blanc	0,5 kg, unité débarassée de la peau et des os
4.2.	Carcasses de volatiles moyens, 500 g-2 kg	Poule, pintade, poulet	Cuisses, pilons ou chair autre que le blanc provenant d'au moins 3 volatiles	0,5 kg, unité débarassée de la peau et des os
4.3.	Carcasses de volatiles moyens, carcasse < 500 g	Caille, pigeon	Carcasses d'au moins 6 volatiles	0,2 kg de tissu musculaire
4.4.	Morceaux de volatiles, frais/réfrigérés/congelés, emballés pour la vente au détail ou en gros	Pattes, quartiers, poitrines et ailes	Unités emballées, ou morceaux individuels	0,5 kg unité débarassée de la peau et des os
Graisses de volaille, y compris la graisse de la carcasse				
5.	Note: des échantillons de graisse prélevés comme décrit aux sections 5.1 et 5.2 peuvent être utilisés pour déterminer la conformité de la graisse ou du produit tout entier avec les LMR correspondantes			
5.1.	Volatiles à l'abattage, carcasses entières ou parties de carcasse	Poulets, dindes	Unités de graisse abdominale prélevée sur au moins 3 volatiles	0,5 kg
5.2.	Morceaux de chair de volatiles	Pattes, blancs de volaille	Soit graisse visible, prélevée sur la (les) unité(s) soit unité(s) entière(s) ou portions d'unité(s) entière(s), lorsque la graisse n'est pas détachable	0,5 kg 2 kg
5.3.	Tissu graisseux en vrac de volatiles		Unités prélevées avec un dispositif d'échantillonnage en 3 endroits au moins	0,5 kg

	Classification du produit (*)	Exemples	Nature de l'échantillon primaire à prélever	Taille minimale de chaque échantillon de laboratoire
6.	Abats de volaille			
6.1.	Abats de volaille comestibles, à l'exception du foie gras d'oie ou de canard et de produits analogues de grande valeur		Unités prélevées sur au moins 6 volatiles, ou coupe transversale prélevée dans un récipient	0,2 kg
6.2.	Foie gras d'oie ou de canard et produits analogues de grande valeur		Unité prélevée sur un volatile ou sur un récipient	0,05 kg

Aliments transformés, d'origine animale

7.	<p>Produits alimentaires secondaires d'origine animale, viandes séchées</p> <p>Produits comestibles dérivés d'origine animale, graisses animales transformées, y compris les graisses fondues ou extraites</p> <p>Produits alimentaires manufacturés (à un seul ingrédient) d'origine animale, avec ou sans agent de conditionnement ou avec ou sans ingrédients secondaires tels qu'agents aromatisants, épices et condiments, et qui sont normalement préemballés et prêts à la consommation, avec ou sans cuisson</p> <p>Produits alimentaires manufacturés (à plusieurs ingrédients) d'origine animale, un aliment à plusieurs ingrédients composé d'ingrédients, à la fois d'origine animale et végétale, figurera dans cette rubrique si le ou les ingrédients d'origine animale prédominent</p>			
7.1.	Viande de mammifères ou de volaille hachée, cuite, mise en conserve, produits séchés, ou autrement traités, y compris les produits à ingrédients multiples	Jambon, saucisses, bœuf haché, pâté de volaille	Unités emballées, ou section transversale représentative prélevée dans un récipient, ou unité(s) (y compris, le cas échéant, jus), prélevée(s) à l'aide d'un dispositif d'échantillonnage	0,5 kg ou 2 kg si la teneur en graisse est < 5 %

(*) Classification communautaire des denrées alimentaires: annexe I de la directive 86/362/CEE et annexe I de la directive 86/363/CEE, toutes les deux modifiées par la directive 93/57/CEE (JO L 211 du 23.8.1993, p. 1), et annexe de la directive 90/642/CEE, modifiée par la directive 95/38/CE (JO L 197 du 22.8.1995, p. 14).

Tableau 4

Produits d'origine végétale: description des échantillons primaires et taille minimale des échantillons de laboratoire

	Classification du produit (*)	Exemples	Nature des échantillons primaires à prélever	Taille minimale de chaque échantillon de laboratoire
Produits alimentaires primaires d'origine végétale				
1.	Tous les fruits frais Tous les légumes frais, y compris pommes de terre et betteraves à sucre, à l'exclusion des plantes aromatiques			
1.1.	Produits frais de petite taille, poids unitaire < 25 g	Baies, pois, olives	Unités entières ou emballages ou unités prélevées à l'aide d'un dispositif d'échantillonnage	1 kg
1.2.	Produits frais de taille moyenne, poids unitaire de 25-250 g en général	Pommes, oranges	Unités entières	1 kg (au moins 10 unités)
1.3.	Produits frais, de grande taille, poids unitaire > 250 g en général	Choux, concombres, raisins (grappes)	Unités entières	2 kg (au moins 5 unités)

	Classification du produit ⁽¹⁾	Exemples	Nature des échantillons primaires à prélever	Taille minimale de chaque échantillon de laboratoire
2.	Légumineuses	Fèves, déshydratées; pois, déshydratés		1 kg
	Céréales	Riz, blé		1 kg
	Fruits à coques d'arbres	À l'exception des noix de coco		1 kg
		Noix de coco		5 unités
	Graines oléagineuses	Arachides		0,5 kg
	Graines pour boissons et confiseries	Grains de café		0,2 kg
3.	Fines herbes	Persil frais	Unités entières	0,5 kg
		Autres fines herbes, fraîches		0,2 kg
	<i>(pour les fines herbes séchées, voir la section 4 du présent tableau)</i>			
	Épices	Séchées	Unités entières ou unités prélevées avec un dispositif d'échantillonnage	0,1 kg

Aliments transformés d'origine végétale

4.	<p>Produits alimentaires secondaires d'origine végétale, fruits séchés, légumes, fines herbes, produits céréaliers moulus</p> <p>Produits dérivés d'origine végétale, thés, plantes pour infusions, huiles végétales, jus et produits divers, par exemple, olives transformées et mélasse d'agrumes</p> <p>Produits manufacturés (à un seul ingrédient), d'origine végétale, avec ou sans agent de conditionnement ou avec ou sans ingrédients secondaires, tels qu'agents aromatisants, épices et condiments, et qui sont normalement préemballés et prêts à la consommation avec ou sans cuisson</p> <p>Produits manufacturés (à plusieurs ingrédients) d'origine végétale, y compris les produits comprenant des ingrédients d'origine animale dans lesquels le ou les ingrédients d'origine végétale prédominent, pains et autres produits céréaliers cuits</p>			
4.1.	Produits à valeur unitaire élevée		Emballages ou unités prélevés à l'aide d'un dispositif d'échantillonnage	0,1 kg ⁽²⁾
4.2.	Produits solides à faible densité en vrac	Houblons, thé, plantes à infusion	Unités emballées ou unités prélevées à l'aide d'un dispositif d'échantillonnage	0,2 kg
4.3.	Autres produits solides	Pain, farine, fruit sec	Emballages ou autres unités entières ou unités prélevées à l'aide d'un dispositif d'échantillonnage	0,5 kg
4.4.	Produits liquides	Huiles végétales, jus	Unités emballées ou unités prélevées à l'aide d'un dispositif d'échantillonnage	0,5 l ou 0,5 kg

⁽¹⁾ Classification communautaire des denrées alimentaires: annexe I de la directive 86/362/CEE et annexe I de la directive 86/363/CEE, toutes les deux modifiées par la directive 93/57/CEE (JO L 211 du 23.8.1993, p. 1), et annexe de la directive 90/642/CEE, modifiée par la directive 95/38/CE (JO L 197 du 22.8.1995, p. 14).

⁽²⁾ Il est possible de prélever un échantillon de laboratoire plus petit, mais la raison de procéder ainsi doit être notée dans la fiche d'échantillonnage.

Tableau 5

Œufs et produits laitiers: description des échantillons primaires et taille minimale des échantillons de laboratoire

	Classification du produit (*)	Exemples	Nature des échantillons primaires à prélever	Taille minimale de chaque échantillon de laboratoire
Produits alimentaires primaires d'origine animale				
1.	Œufs de volailles			
1.1.	Œufs, à l'exception des œufs de caille et autres œufs de ce type		Œufs entiers	12 œufs de poule entiers, 6 œufs d'oie ou de cane entiers
1.2.	Œufs de caille et œufs de même type		Œufs entiers	24 œufs entiers
2.	Laits		Unités entières ou unités prélevées à l'aide d'un dispositif d'échantillonnage	0,5 l
Aliments transformés d'origine animale				
3.	<p>Aliments secondaires d'origine animale, produits laitiers secondaires tels que laits écrémés, laits condensés et laits en poudre</p> <p>Produits comestibles dérivés d'origine animale, graisses du lait, produits laitiers dérivés tels que beurres, <i>butteroils</i>, crèmes, crèmes en poudre, caséines, etc.</p> <p>Aliments manufacturés (à un seul ingrédient) d'origine animale, produits laitiers manufacturés tels que yoghourts, fromages</p> <p>Aliments manufacturés (à plusieurs ingrédients) d'origine animale, produits laitiers manufacturés (y compris les produits contenant des ingrédients d'origine végétale dans lesquels le ou les ingrédients d'origine animale prédominent, tels que produits à base de fromage fondu, préparations fromagères, yoghourts aromatisés, lait concentré sucré.</p>			
3.1.	Laits liquides, laits en poudre, laits et crèmes concentrés, crèmes glacées à base laitière, yaourts		Unité(s) emballée(s) ou unité(s) prélevée(s) à l'aide d'un dispositif d'échantillonnage	0,5 l (liquide) ou 0,5 kg (solide)
	<p>i) Les laits et crèmes évaporés en vrac doivent être soigneusement mélangés avant l'échantillonnage, les matières adhérent aux parois et au fond du récipient doivent être détachées et le tout doit être vigoureusement agité. Prélever 2 à 3 litres et agiter de nouveau, avant de prélever l'échantillon du laboratoire</p> <p>ii) Les laits en poudre en vrac doivent être échantillonnés de manière aseptique en enfonçant une sonde sèche au cœur de la poudre à une vitesse de pénétration constante</p> <p>iii) Les crèmes en vrac doivent être soigneusement mélangées avec une batte avant le prélèvement d'échantillons, mais en évitant le moussage, le fouettage et le barattage</p>			
3.2.	Beurre et huiles butyriques	Beurre, beurre de sérum, pâtes à tartiner, à faible teneur en matière grasse, contenant des graisses du beurre, huile butyrique anhydre, graisse du lait anhydre	Unités entières ou parties d'unité(s) emballée(s) ou unité(s) prélevée(s) à l'aide d'un dispositif d'échantillonnage	0,2 kg ou 0,2 l

	Classification du produit ⁽¹⁾	Exemples	Nature des échantillons primaires à prélever	Taille minimale de chaque échantillon de laboratoire
3.3.	Fromages, y compris fromages fondus			
	Poids unitaire de 0,3 kg ou plus		Unité(s) entière(s) ou unité(s) découpée(s) à l'aide d'un dispositif d'échantillonnage	0,5 kg
	Poids unitaire < 0,3 kg			0,3 kg
	Note: pour les fromages circulaires, prélever un morceau en faisant deux entailles à partir du centre du fromage. Pour les fromages rectangulaires, prélever un morceau en faisant deux entailles parallèles aux bords.			
3.4.	Produits à base d'œufs liquides, congelés ou séchés		Unité(s) prélevée(s) de manière aseptique à l'aide d'un dispositif d'échantillonnage	0,5 kg

⁽¹⁾ Classification communautaire des denrées alimentaires: annexe I de la directive 86/362/CEE et annexe I de la directive 86/363/CEE, toutes les deux modifiées par la directive 93/57/CEE (JO L 211 du 23.8.1993, p. 1), et annexe de la directive 90/642/CEE, modifiée par la directive 95/38/CE (JO L 197 du 22.8.1995, p. 14).

4.4. Préparation de l'échantillon de laboratoire

Lorsque le volume de l'échantillon en vrac est plus important que nécessaire pour un échantillon de laboratoire, il doit être divisé de façon à obtenir une portion représentative. Un procédé d'échantillonnage, la division en quatre, ou une autre méthode appropriée de réduction du volume peut être utilisé. Toutefois, les unités de produits végétaux frais et les œufs entiers ne doivent être ni coupés ni divisés. Le cas échéant, des doubles des échantillons de laboratoire doivent être prélevés à ce stade ou peuvent être préparés selon la procédure décrite ci-dessus. Les tailles minimales requises pour les échantillons de laboratoire sont indiquées aux tableaux 3, 4 et 5.

4.5. Fiche d'échantillonnage

L'agent habilité à l'échantillonnage doit noter la nature et l'origine du lot, le nom du propriétaire, du fournisseur ou du transporteur, la date et le lieu de l'échantillonnage et tout autre renseignement pouvant être utile. Tout écart par rapport à la méthode d'échantillonnage recommandée doit être consigné. Un exemplaire signé de la fiche doit accompagner chaque double d'échantillon de laboratoire et un exemplaire doit être conservé par l'agent habilité à l'échantillonnage. Un exemplaire de la fiche d'échantillonnage doit être remis au propriétaire du lot ou à son représentant, qu'il soit destiné ou non à recevoir un échantillon de laboratoire. Si les fiches d'échantillonnage sont établies par ordinateur, elles doivent être remises aux mêmes destinataires et un double vérifiable doit être conservé.

4.6. Conditionnement et envoi des échantillons de laboratoire

L'échantillon de laboratoire doit être placé dans un récipient propre et inerte, qui le protège correctement contre tout risque de contamination, de dommage ou de fuite. Le récipient doit être scellé, solidement étiqueté et la fiche d'accompagnement doit être jointe. Lorsqu'on utilise un code à barres, il est recommandé de fournir aussi les renseignements alphanumériques. L'échantillon doit être envoyé au laboratoire dès que possible. Toute détérioration en cours de transport doit être évitée, par exemple, les échantillons frais doivent être conservés au frais et les échantillons congelés doivent rester congelés. Les échantillons de viande et de volaille doivent être congelés avant l'expédition, à moins qu'ils ne soient transportés au laboratoire avant une éventuelle détérioration.

4.7. Préparation des échantillons à analyser

Il y a lieu d'attribuer à l'échantillon de laboratoire un code particulier qui, de même que la date de réception et la taille de l'échantillon, doit être mentionné sur la fiche d'échantillonnage. La portion du produit à analyser ⁽¹⁾ ⁽²⁾, c'est-à-dire l'échantillon à analyser, devrait être séparée dès que possible. Lorsque le niveau de résidus doit être calculé de façon à inclure des parties qui ne sont pas analysées ⁽¹²⁾, le poids des portions séparées doit être noté.

4.8. Préparation et stockage de la portion à analyser

L'échantillon destiné à l'analyse doit être fractionné, s'il y a lieu, et bien mélangé, pour permettre le prélèvement de portions représentatives aux fins de l'analyse. La taille de la portion soumise à l'analyse doit être fonction de la méthode d'analyse et de l'efficacité du mélange. Les méthodes utilisées pour le fractionnement et pour le mélange doivent être consignées et ne pas avoir d'incidence sur les résidus présents dans l'échantillon à analyser. Le cas échéant, l'échantillon à analyser doit être traité dans des conditions particulières, par exemple, à des températures

⁽¹⁾ Classification communautaire des denrées alimentaires: annexe I de la directive 86/362/CEE et annexe I de la directive 86/363/CEE, toutes les deux modifiées par la directive 93/57/CEE (JO L 211 du 23.8.1993, p. 1), et annexe de la directive 90/642/CEE, modifiée par la directive 95/38/CE (JO L 197 du 22.8.1995, p. 14).

⁽²⁾ Partie des produits à laquelle des limites maximales s'appliquent: annexe I de la directive 90/642/CEE, modifiée par la directive 93/58/CEE (JO L 211 du 23.8.1993, p. 6).

⁽¹²⁾ Par exemple, les noyaux des fruits à noyau ne sont pas analysés, mais la concentration en résidus est calculée en supposant que les noyaux sont inclus mais qu'ils ne contiennent pas de résidus. Voir note 2 de bas de page.

inférieures à zéro, afin de réduire au minimum les effets négatifs. Lorsque le traitement risque d'affecter les résidus et lorsqu'il n'existe pas de solution de rechange praticable, la portion à analyser peut consister en unités entières ou en parties d'unités entières. Si la portion à analyser consiste en un petit nombre d'unités ou de segments, il est vraisemblable qu'elle sera peu représentative de l'échantillon à analyser et un nombre suffisant de portions similaires doit être analysé de manière à indiquer le degré d'incertitude de la valeur moyenne. Si les portions destinées à l'analyse doivent être préalablement stockées, la méthode et la durée du stockage ne doivent pas affecter le niveau des résidus présents. Des portions supplémentaires doivent être prélevées, si nécessaire, en vue de l'analyse de duplication et de confirmation.

4.9. Représentations schématiques

Les représentations schématiques des procédures d'échantillonnage décrites ci-dessus figurent dans le document visé dans la note 8 de la page 30.

5. CRITÈRES DE CONFORMITÉ

Les résultats de l'analyse doivent être obtenus à partir d'un ou plusieurs échantillons de laboratoire prélevés sur un lot et se trouvant dans un état approprié pour l'analyse. Les résultats doivent être corroborés par des données de contrôle de qualité admissibles ⁽¹³⁾. Si un résidu dépasse une LMR, son identité doit être confirmée et sa concentration vérifiée par l'analyse d'une ou plusieurs portions d'analyse supplémentaires prélevées sur l'échantillon ou les échantillons de laboratoire originaux.

La LMR s'applique à l'échantillon en vrac.

Le lot est jugé conforme à une LMR donnée lorsque le ou les résultats de l'analyse ne dépassent pas cette LMR.

Si les résultats obtenus pour l'échantillon en vrac dépassent la LMR, la décision de rejeter le lot doit tenir compte:

- i) des résultats obtenus à partir d'un ou plusieurs échantillons de laboratoire selon le cas, et
- ii) de l'exactitude et de la précision de l'analyse, indiquées par les données relatives au contrôle de la qualité.

⁽¹³⁾ Procédures de contrôle de la qualité pour l'analyse des résidus de pesticides. Document SANCO/3103/2000. Les amendements peuvent être consultés sur le site Internet de la Commission.

ANNEXE V

MÉTHODES DE PRÉLÈVEMENT D'ÉCHANTILLONS POUR LE CONTRÔLE OFFICIEL DES TENEURS EN DIOXINES (PCDD/PCDF) ET POUR LE DOSAGE DES PCB DE TYPE DIOXINE DANS CERTAINES DENRÉES ALIMENTAIRES

1. **Objet et domaine d'application**

Les échantillons destinés au contrôle officiel des teneurs en dioxines (PCDD/PCDF) des denrées alimentaires ainsi qu'à la détermination des teneurs en PCB de type dioxine ⁽¹⁾ des denrées alimentaires sont à prélever conformément aux méthodes décrites ci-dessous. Les échantillons globaux ainsi obtenus sont considérés comme représentatifs des lots ou sous-lots sur lesquels ils sont prélevés. Le respect des teneurs maximales fixées dans le règlement (CE) n° 466/2001 portant fixation de teneurs maximales pour certains contaminants dans les denrées alimentaires, est établi sur la base des teneurs déterminées dans les échantillons de laboratoire.

2. **Définitions**

«Lot»: quantité identifiable d'une denrée alimentaire, livrée en une fois, pour laquelle il est établi par l'agent responsable qu'elle présente des caractéristiques communes, telles que l'origine, la variété, le type d'emballage, l'emballer, l'expéditeur ou le marquage. Dans le cas des poissons et des produits de la pêche, la taille de l'animal doit également être comparable.

«Sous-lot»: partie désignée d'un grand lot, afin d'appliquer le mode de prélèvement à cette partie désignée. Chaque sous-lot doit être physiquement séparé et identifiable.

«Échantillon élémentaire»: quantité de matière prélevée en un seul point du lot ou du sous-lot.

«Échantillon global»: agrégation de tous les échantillons élémentaires prélevés sur le lot ou le sous-lot.

«Échantillon de laboratoire»: partie ou quantité représentative de l'échantillon global destinée au laboratoire.

⁽¹⁾ Tableau de l'OMS TEF pour l'évaluation des risques pour les êtres humains, fondé sur les conclusions de la réunion de l'OMS tenue à Stockholm (Suède), du 15 au 18 juin 1997 [Van den Berg et al. (1998) Toxic Equivalency Factors (TEFs) for PCBs, PCDDs, PCDFs for Humans and for Wildlife. Environmental Health Perspectives, 106(12), 775].

Congénère	Valeur du TEF	Congénère	Valeur du TEF
Dibenzo-p-dioxines (PCDD)		PCB «de type dioxine» PCB non-ortho + PCB mono-ortho	
2,3,7,8-TCDD	1	PCB non-ortho	
1,2,3,7,8-PeCDD	1	PCB 77	0,0001
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB 81	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB 126	0,1
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1	PCB 169	0,01
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01		
OCDD	0,0001		
Dibenzofuranes (PCDF)		PCB mono-ortho	
2,3,7,8-TCDF	0,1	PCB 105	0,0001
1,2,3,7,8-PeCDF	0,05	PCB 114	0,0005
2,3,4,7,8-PeCDF	0,5	PCB 118	0,0001
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,1	PCB 123	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 156	0,0005
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,1	PCB 157	0,0005
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 167	0,00001
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,01	PCB 189	0,0001
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,01		
OCDF	0,0001		

Abréviations utilisées: T = tetra; Pe = penta; Hx = hexa; Hp = hepta; O = octa; CDD = chlorodibenzodioxine; CDF = chlorodibenzofurane; CB = chlorobiphényle.

3. Dispositions générales

3.1. Personnel

Le prélèvement doit être effectué par une personne qualifiée, mandatée à cet effet, selon les prescriptions de l'État membre.

3.2. Produit à échantillonner

Tout lot à analyser fait l'objet d'un échantillonnage séparé.

3.3. Précautions à prendre

Au cours de l'échantillonnage et de la préparation des échantillons de laboratoire, des précautions doivent être prises afin d'éviter toute altération susceptible de modifier la teneur en dioxines et en PCB de type dioxine, de perturber les analyses ou de compromettre la représentativité des échantillons globaux.

3.4. Échantillons élémentaires

Dans la mesure du possible, les échantillons élémentaires sont prélevés en divers points du lot ou sous-lot. Toute dérogation à cette règle est à signaler dans le procès-verbal prévu au point 3.8.

3.5. Préparation de l'échantillon global

L'échantillon global est obtenu en rassemblant tous les échantillons élémentaires. Il doit peser au moins 1 kilogramme (kg) à moins que ce ne soit pas possible, par exemple lorsqu'un seul emballage a été prélevé.

3.6. Subdivision de l'échantillon global en échantillons de laboratoire à des fins de contrôle, de recours et d'arbitrage

Les échantillons de laboratoire destinés à des fins de contrôle, de recours et d'arbitrage sont prélevés sur l'échantillon global homogénéisé à moins que cela ne soit contraire aux règles en matière d'échantillonnage en vigueur dans l'État membre. La taille des échantillons de laboratoire destinés aux mesures de contrôle doit être suffisante pour permettre au moins une double analyse.

3.7. Conditionnement et envoi des échantillons globaux et de laboratoire

Chaque échantillon global ou de laboratoire est placé dans un récipient propre, en matériau inerte, le protégeant convenablement contre tout facteur de contamination, toute perte de substance à analyser par adsorption sur la paroi interne du récipient et tout dommage pouvant résulter du transport. Toutes les précautions nécessaires doivent être prises pour éviter que la composition des échantillons globaux et de laboratoire ne se modifie au cours du transport ou du stockage.

3.8. Fermeture et étiquetage des échantillons globaux et de laboratoire

Chaque échantillon officiel est scellé sur le lieu de prélèvement et identifié selon les prescriptions en vigueur dans l'État membre. Pour chaque prélèvement, un procès-verbal d'échantillonnage doit être établi, permettant d'identifier sans ambiguïté le lot échantillonné et reprenant la date et le lieu d'échantillonnage, ainsi que toute information supplémentaire pouvant être utile à l'analyste.

4. Plans d'échantillonnage

La méthode de prélèvement appliquée doit garantir que l'échantillon global est représentatif du lot à contrôler.

Nombre d'échantillons élémentaires

Dans le cas du lait et des huiles, pour lesquels on peut présumer une répartition homogène des contaminants concernés au sein d'un lot donné, il est suffisant de prélever trois échantillons élémentaires par lot constituant l'échantillon global. Pour les autres produits, le nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever du lot est indiqué dans le tableau 1.

Le poids de l'échantillon global réunissant tous les échantillons élémentaires sera d'au moins 1 kg (voir point 3.5). Les échantillons élémentaires doivent avoir un poids semblable. Un échantillon élémentaire doit peser au moins 100 grammes. Le poids de l'échantillon élémentaire dépend de la taille des particules dans le lot. Toute dérogation à cette règle est à signaler dans le procès-verbal prévu au point 3.8. Conformément aux dispositions de la décision 97/747/CE de la Commission du 27 octobre 1997 fixant les niveaux et fréquences de prélèvements d'échantillons prévus par la directive 96/23/CE du Conseil en vue de la recherche de certaines substances et de leurs résidus dans certains produits animaux ⁽¹⁾, la taille de l'échantillon, pour les œufs de poule, est au moins de 12 œufs (pour des lots en vrac comme pour des lots se présentant en emballages distincts, voir tableaux 1 et 2).

⁽¹⁾ JO L 303 du 6.11.1997, p. 12.

TABLEAU 1

Nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever sur le lot

Poids du lot (à exprimer en kg)	Nombre d'échantillons élémentaires à prélever
< 50	3
50 à 500	5
> 500	10

Si le lot se présente en emballages distincts, le nombre d'emballages à prélever pour former l'échantillon global est indiqué dans le tableau 2.

TABLEAU 2

Nombre d'emballages (échantillons élémentaires) à prélever pour former l'échantillon global si le lot se compose d'emballages distincts

Nombre d'emballages ou d'unités compris dans le lot	Nombre d'emballages ou d'unités à prélever
1 à 25	1 emballage ou unité
26 à 100	5 % environ, au moins 2 emballages ou unités
> 100	5 % environ, un maximum de 10 emballages ou unités

5. Conformité du lot ou sous-lot aux spécifications

À des fins de contrôle, le laboratoire procède à une double analyse de l'échantillon de laboratoire si le résultat de la première analyse est inférieur ou supérieur de moins de 20 % à la teneur maximale, et calcule la moyenne des résultats. Le lot est accepté si le résultat de la première analyse est inférieur de plus de 20 % à la teneur maximale ou, lorsqu'une double analyse est nécessaire, si la moyenne ne dépasse pas la teneur maximale correspondante fixée dans le règlement (CE) n° 466/2001.

ANNEXE VI

PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS ET PRESCRIPTIONS RELATIVES AUX MÉTHODES D'ANALYSE UTILISÉES POUR LE CONTRÔLE OFFICIEL DES TENEURS EN DIOXINES (PCDD/PCDF) DE CERTAINES DENRÉES ALIMENTAIRES ET POUR LE DOSAGE DES PCB DE TYPE DIOXINE DANS CERTAINES DENRÉES ALIMENTAIRES

1. Objet et domaine d'application

Ces prescriptions s'appliquent aux analyses de denrées alimentaires effectuées aux fins du contrôle officiel des teneurs en dioxines [dibenzo-p-dioxines polychlorées (PCDD) et dibenzofuranes polychlorés (PCDF)] et du dosage des PCB de type dioxine.

Pour surveiller la présence de dioxines dans les denrées alimentaires, il est possible de mettre en œuvre une stratégie reposant sur une méthode de dépistage, afin de sélectionner les échantillons dont la teneur en dioxines et en PCB de type dioxine est, soit inférieure au niveau considéré, sans que l'écart dépasse 30 à 40 %, soit supérieure au niveau considéré. La teneur en dioxines des échantillons présentant des teneurs significatives doit être déterminée et/ou confirmée au moyen d'une méthode de confirmation.

Les méthodes de dépistage visent à détecter la présence de dioxines et de PCB de type dioxine au niveau considéré. Elles sont dotées d'une grande capacité de traitement d'échantillons, ce qui permet de passer au crible de nombreux échantillons en vue de détecter ceux qui pourraient s'avérer positifs. Elles sont spécialement conçues pour éviter les faux résultats négatifs.

Les méthodes de confirmation fournissent des informations complètes ou complémentaires permettant l'identification et la quantification univoque de dioxines et de PCB de type dioxine au niveau considéré.

2. Contexte

Du fait que les échantillons de l'environnement et les échantillons biologiques (y compris les échantillons de denrées alimentaires) contiennent en général des mélanges complexes de différents congénères de dioxines, le concept de facteurs d'équivalence toxique (TEF) a été créé pour faciliter l'évaluation des risques. Ces TEF ont été établis pour exprimer les concentrations de mélanges de PCDD et de PCDF substitués en 2,3,7,8 et, depuis peu, de certains PCB non-ortho et mono-ortho substitués ayant des propriétés semblables à celles des dioxines, en équivalents toxiques (TEQ) de la 2,3,7,8-TCDD (annexe I, note 1 de bas de page).

Les concentrations de chaque substance dans un échantillon donné sont multipliées par leurs TEF respectifs, puis elles sont additionnées de façon à obtenir la concentration totale en composés de type dioxine, exprimée en TEQ.

Pour le calcul de l'«estimation haute», on considère que la contribution au TEQ de chaque congénère non quantifié est égale à la limite de quantification.

Pour le calcul de l'«estimation basse», on considère que la contribution au TEQ de chaque congénère non quantifié est égale à zéro.

Pour le calcul de l'«estimation intermédiaire», on considère que la contribution au TEQ de chaque congénère non quantifié est égale à la moitié de la limite de quantification.

3. Prescriptions d'assurance qualité pour la préparation des échantillons

- Des mesures doivent être prises en vue d'éviter toute contamination croisée à chaque étape de la procédure d'échantillonnage et d'analyse.
- Les échantillons doivent être conservés et transportés dans des récipients en verre, en aluminium, en polypropylène ou en polyéthylène. Toute trace de poussière de papier doit être enlevée du contenant de l'échantillon. La verrerie doit être rincée à l'aide de solvants préalablement soumis à un contrôle de détection de dioxines.
- La conservation et le transport de l'échantillon doivent être effectués d'une façon telle que l'intégrité de l'échantillon de denrée alimentaire soit préservée.
- Si nécessaire, chaque échantillon de laboratoire doit être broyé finement et soigneusement mélangé, selon une méthode garantissant une homogénéisation complète [par exemple de façon à pouvoir passer au travers d'un tamis à mailles de 1 millimètre (mm)]; les échantillons doivent être séchés avant le broyage si leur teneur en eau est trop élevée.
- Un essai à blanc doit être réalisé, en effectuant l'ensemble de la procédure analytique avec pour seule différence l'absence de l'échantillon.

- Le poids de l'extrait doit être suffisamment élevé, de façon à répondre aux exigences de sensibilité.
- De nombreuses procédures spécifiques de préparation des échantillons peuvent être utilisées de manière satisfaisante pour les produits considérés. Les procédures doivent être validées selon des directives reconnues au plan international.

4. Prescriptions applicables aux laboratoires

- Les laboratoires doivent démontrer la validité de la méthode dans une certaine plage autour de la limite réglementaire, par exemple à des niveaux égaux à 0,5 fois, 1 fois et 2 fois ce niveau, avec un coefficient de variation acceptable pour les analyses répétées. Pour plus de précisions sur les critères de validité, se reporter au point 5.
- La limite de quantification pour une méthode de confirmation ne doit pas dépasser le cinquième du niveau considéré, pour garantir des coefficients de variation acceptables dans la plage susmentionnée.
- Des essais à blanc et des expériences avec enrichissement ou des analyses sur des échantillons de contrôle (si possible, des matériaux de référence certifiés) doivent être effectués régulièrement, dans le cadre des mesures d'assurance qualité internes.
- Des participations couronnées de succès à des études inter-laboratoires qui évaluent la compétence du laboratoire sont la meilleure façon de démontrer l'aptitude de ce dernier à effectuer des analyses spécifiques. Cependant, une participation réussie à une étude inter-laboratoire portant, par exemple, sur des échantillons de sols ou d'eaux usées, ne suffit pas à démontrer une compétence pour les échantillons de denrées alimentaires ou d'aliments des animaux, qui présentent des niveaux de contamination inférieurs. C'est pourquoi la participation continue à des études inter-laboratoires sur la détermination des teneurs en dioxine et en PCB de type dioxine des matrices d'aliments des animaux/de denrées alimentaires correspondantes est obligatoire.
- Conformément aux dispositions de la directive 93/99/CEE, les laboratoires doivent être accrédités par un organisme habilité qui se conforme au guide ISO/CEI 58, de manière à garantir qu'ils appliquent les procédures d'assurance qualité à leurs analyses. Les laboratoires doivent être agréés selon la norme ISO/CEI 17025:1999.

5. Prescriptions concernant les procédures d'analyse relatives aux dioxines et aux PCB de type dioxine

Prescriptions fondamentales de validité des procédures d'analyse:

- *Sensibilité élevée et faibles limites de détection.* En ce qui concerne les PCDD et les PCDF, les seuils de détection doivent être de l'ordre du picogramme de TEQ (10^{-12} g), étant donné la toxicité extrêmement élevée de ces composés. Il est connu que les PCB se présentent en quantités plus élevées que les PCDD ou PCDF. Pour la plupart des congénères du groupe des PCB, une sensibilité de l'ordre du nanogramme (10^{-9} g) est suffisante. Cependant, pour la mesure des congénères du groupe des PCB de type dioxine plus toxiques (en particulier les congénères non-ortho substitués), il convient d'atteindre la même sensibilité que pour les PCDD et les PCDF.
- *Grande sélectivité (spécificité).* Il est nécessaire de distinguer les PCDD, les PCDF et les PCB de type dioxine d'une multitude d'autres composés extraits simultanément de l'échantillon, susceptibles d'interférer, et qui sont présents dans des concentrations supérieures de plusieurs ordres de grandeur à celle des analytes à doser. Pour les méthodes de chromatographie en phase gazeuse/spectrométrie de masse (CG/SM), il est nécessaire de distinguer entre plusieurs congénères, notamment entre les congénères toxiques (c'est-à-dire les dix-sept PCDD et PCDF substitués en 2,3,7,8 et les PCB de type dioxine) et les autres congénères. Les bio-essais doivent permettre de déterminer sélectivement les valeurs de TEQ, en tant que somme de PCDD, PCDF et PCB de type dioxine.
- *Grande exactitude (justesse et fidélité).* L'essai doit fournir une estimation valide de la concentration réelle d'un échantillon. Une grande exactitude (exactitude de la mesure: degré de concordance entre le résultat de la mesure et la valeur réelle ou attribuée de la grandeur à mesurer) est nécessaire pour empêcher qu'un résultat d'analyse d'échantillon ne soit rejeté en raison du manque de fiabilité de l'estimation des TEQ. L'exactitude est une expression de la justesse (la différence entre la valeur moyenne mesurée pour un analyte dans un matériau certifié et sa valeur certifiée, exprimée en pourcentage de cette valeur) et de la fidélité (la fidélité est généralement calculée sous forme d'écart-type; elle englobe la répétabilité et la reproductibilité et indique le degré de concordance entre les résultats obtenus par application répétée du procédé expérimental dans des conditions déterminées).

Les méthodes de dépistage peuvent comprendre des bio-essais et des méthodes CG/SM, tandis que les méthodes de confirmation sont des méthodes de chromatographie en phase gazeuse à haute résolution/de spectrométrie de masse à haute résolution (CGHR/SMHR). Les critères suivants doivent être remplis pour la valeur totale en TEQ:

	Méthodes de dépistage	Méthodes de confirmation
Taux de faux négatifs	< 1 %	
Justesse		- 20 % à + 20 %
Coefficient de variation	< 30 %	< 15 %

6. Prescriptions spécifiques concernant les méthodes CG/SM utilisées à des fins de dépistage ou de confirmation

- Des étalons internes de PCDD/F substitués en 2,3,7,8 marqués au ^{13}C (et des étalons internes de PCB de type dioxine marqués au ^{13}C , si des PCB de type dioxine doivent être dosés) doivent être ajoutés au tout début de la méthode d'analyse, par exemple avant la phase d'extraction, afin de valider la procédure analytique. Au moins un congénère doit être ajouté pour chacun des groupes isomères tetra à octachlorés des PCDD/F (et au moins un congénère pour chaque groupe isomère des PCB de type dioxine, si des PCB de type dioxine doivent être dosés) (une autre méthode consiste à ajouter au moins un congénère pour chaque fonction d'enregistrement d'un isomère sélectionné par spectrométrie de masse utilisée pour le contrôle des PCDD/F et des PCB de type dioxine). Il est fortement recommandé, surtout pour les méthodes de confirmation, d'utiliser l'ensemble des dix-sept étalons internes de PCDD/F substitués en 2,3,7,8 marqués au ^{13}C ainsi que la totalité des douze étalons internes de PCB de type dioxine marqués au ^{13}C (si des PCB de type dioxine doivent être dosés).

Des facteurs de réponse relatifs doivent également être déterminés dans le cas des congénères pour lesquels aucun analogue marqué au ^{13}C n'est ajouté, en utilisant des solutions d'étalonnage appropriées.

- Pour les denrées alimentaires d'origine végétale et les denrées alimentaires d'origine animale contenant moins de 10 % de graisses, il est obligatoire d'ajouter les étalons internes avant la phase d'extraction. Pour les denrées alimentaires d'origine animale contenant plus de 10 % de graisses, les étalons internes peuvent être ajoutés soit avant la phase d'extraction soit après l'extraction des graisses. Il convient de valider adéquatement l'efficacité de l'extraction, en fonction de la phase au cours de laquelle les étalons internes ont été introduits et de la façon dont les résultats sont consignés (sur base du produit ou des graisses).
- Avant l'analyse CG/SM, un ou deux étalons de substitution doivent être ajoutés.
- Un contrôle de récupération est nécessaire. Dans le cas des méthodes de confirmation, les taux de récupération des étalons internes doivent se situer dans une plage allant de 60 à 120 %. Pour des congénères individuels, en particulier pour certaines dibenzodioxines et dibenzofuranes hepta et octachlorés, des taux de récupération inférieurs ou supérieurs sont acceptables, à condition que leur contribution à la valeur TEQ ne dépasse pas 10 % de la valeur totale TEQ (en tenant compte uniquement des PCDD/F). Dans le cas des méthodes de dépistage, les taux de récupération doivent se situer dans une plage allant de 30 à 140 %.
- Il convient de séparer les dioxines des composés chlorés interférents, tels que les PCB et les diphenyléthers chlorés, en utilisant des techniques chromatographiques appropriées (de préférence au moyen d'une colonne de florasil, d'alumine et/ou de charbon).
- La séparation des isomères par chromatographie en phase gazeuse doit être suffisante (< 25 % de pic à pic entre 1,2,3,4,7,8-HxCDF et 1,2,3,6,7,8-HxCDF).
- Le dosage doit être effectué conformément à la méthode EPA 1613, révision B, intitulée «Tetra- through octa-chlorinated dioxins and furans by isotope dilution HRGC/HRMS» de l'agence pour la protection de l'environnement des États-Unis ou à une autre méthode présentant des critères d'efficacité équivalents.
- L'écart entre l'estimation haute et l'estimation basse de la teneur de l'ensemble des congénères ne doit pas dépasser 20 % pour les denrées alimentaires dont la contamination par les dioxines est d'environ 1 pg OMS-TEQ/g de graisse (en tenant compte uniquement des PCDD/PCDF). Les mêmes prescriptions s'appliquent aux denrées alimentaires à faible teneur en graisse dont la contamination est de l'ordre de 1 pg OMS-TEQ/g de produit. Pour des niveaux de contamination inférieurs, par exemple 0,50 pg OMS-TEQ/g de produit, la différence entre le niveau supérieur et le niveau inférieur peut se situer dans une plage allant de 25 à 40 %.

7. Méthodes analytiques de dépistage

7.1. Introduction

Différentes approches analytiques peuvent être mises en œuvre pour la méthode de dépistage: une approche de dépistage pure et une approche quantitative.

Approche de dépistage

La réponse des échantillons est comparée à celle d'un échantillon de référence, au niveau considéré. Les échantillons dont la réponse est inférieure à celle de la référence sont déclarés négatifs et ceux dont la réponse est supérieure à celle de la référence sont considérés comme positifs. Prescriptions:

- dans chaque série d'essais, un échantillon blanc et un ou des échantillons de référence doivent être extraits et testés au même moment et dans les mêmes conditions. La réponse de l'échantillon de référence doit être nettement plus élevée que celle du blanc,
- des échantillons de référence supplémentaires, d'une concentration égale à 0,5 fois et 2 fois le niveau considéré, doivent être inclus, pour démontrer l'efficacité de l'essai dans la plage pertinente pour le contrôle du niveau considéré,
- dans le cas où l'on procède à l'essai d'autres matrices, la validité du ou des échantillons de référence doit être prouvée, en utilisant de préférence des échantillons dont la valeur de TEQ, établie par CGHR/SMHR, est de l'ordre de celle de l'échantillon de référence ou, à défaut, un blanc enrichi pour atteindre ce niveau,

- étant donné qu'aucun étalon interne ne peut être utilisé dans le cadre des bio-essais, les tests de répétabilité sont d'une grande importance pour obtenir des données sur l'écart-type au sein d'une série d'essais. Le coefficient de variation doit être inférieur à 30 %.
- dans le cas des bio-essais, il convient de définir les composés cibles, les interférences potentielles, ainsi que la valeur maximale tolérée pour le blanc.

Approche quantitative

L'approche quantitative comprend obligatoirement des séries de dilutions types, un processus de nettoyage et de mesurage double ou triple, ainsi que des essais à blanc et des tests de récupération. Le résultat peut être exprimé en TEQ, ce qui suppose que les composés à l'origine du signal satisfont au principe du TEQ. À cette fin, on peut utiliser la TCDD (ou un mélange type de dioxines/furanes) pour élaborer une courbe d'étalonnage, qui permet de calculer la valeur de TEQ dans l'extrait et par conséquent, dans l'échantillon. Cette quantité est ensuite corrigée de la valeur de TEQ calculée pour l'échantillon blanc (pour tenir compte des impuretés provenant des solvants ou des substances chimiques utilisés) et pour la récupération (cette dernière quantité est calculée à partir de la valeur TEQ dans un échantillon de contrôle de la qualité dont la concentration est proche du niveau considéré). Il ne faut jamais perdre de vue qu'une partie de la perte apparente de la récupération peut être due à des effets de matrice et/ou à des écarts entre les valeurs des TEF pour les bio-essais et les valeurs officielles des TEF établies par l'OMS.

7.2. Prescriptions concernant les méthodes analytiques de dépistage

- Le dépistage peut être effectué au moyen de méthodes d'analyse CG/SM et de bio-essais. Les prescriptions établies au point 6 doivent être utilisées pour les méthodes CG/SM. Des prescriptions spécifiques sont établies au point 7.3 pour les bio-essais cellulaires et au point 7.4 pour les bio-essais réalisés au moyen de kits.
- Des données doivent être fournies sur le nombre de résultats faux positifs et faux négatifs d'un grand nombre d'échantillons en dessous et au-dessus du niveau maximal ou du seuil d'intervention, par comparaison avec la valeur de TEQ déterminée par une méthode analytique de confirmation. Les taux réels de faux négatifs doivent être inférieurs à 1 %. Le taux de faux échantillons positifs doit être suffisamment faible pour que l'utilisation de la méthode de dépistage reste avantageuse.
- Les résultats positifs doivent toujours être confirmés par une méthode analytique de confirmation (CGHR/SMHR). En outre, des échantillons d'une large plage de TEQ doivent être confirmés par CGHR/SMHR (environ 2 à 10 % des échantillons négatifs). Des informations sur la correspondance entre les résultats des bio-essais et ceux de la CGHR/SMHR doivent être fournies.

7.3. Prescriptions spécifiques aux bio-essais cellulaires

- Pour les bio-essais, une série de concentrations de référence de TCDD ou d'un mélange dioxines/furanes (courbe de réponse avec $R^2 > 0,95$ pour une dose complète) est nécessaire lors de chaque essai. Cependant, pour le dépistage, une courbe plus détaillée dans la zone des faibles teneurs peut être utilisée pour l'analyse des échantillons à faible teneur.
- Pour les résultats du bio-essai dans un intervalle de temps constant, il convient d'utiliser une concentration de référence de TCDD (environ 3 fois la limite de quantification) sur un formulaire de contrôle qualité. On peut également se fonder sur la réponse relative d'un échantillon de référence comparée à une courbe d'étalonnage de TCDD, étant donné que la réponse des cellules peut dépendre d'un grand nombre de facteurs.
- Il convient de réaliser et de vérifier des graphiques de contrôle qualité pour chaque type de matériau de référence, afin de garantir que le résultat est conforme aux indications fournies.
- L'induction de la dilution de l'échantillon utilisée doit se situer dans la partie linéaire de la courbe de réponse, en particulier pour les calculs quantitatifs. Les échantillons qui se situent au-delà de cette partie linéaire doivent être dilués et faire l'objet d'un nouvel essai. C'est pourquoi il est conseillé de tester au moins trois dilutions à la fois.
- L'écart type ne doit ni dépasser 15 % lorsqu'une triple mesure est effectuée pour chaque dilution d'échantillon, ni dépasser 30 % pour trois expériences indépendantes.
- Il est possible de choisir comme limite de détection une valeur égale à trois fois l'écart type du blanc de solvant ou de la réponse de fond. Une autre méthode consiste à prendre une concentration qui correspond à une réponse supérieure à la réponse de fond sur la courbe d'étalonnage du jour (facteur d'induction 5 fois supérieur au blanc de solvant). Il est possible de choisir comme limite de quantification une valeur cinq à six fois supérieure à l'écart type du blanc de solvant ou de prendre une concentration qui correspond à une réponse supérieure à la réponse de fond sur la courbe d'étalonnage du jour (facteur d'induction 10 fois supérieur au blanc de solvant).

7.4. Prescriptions spécifiques aux bio-essais réalisés au moyen de kits⁽¹⁾

- Il convient de suivre les instructions du fabricant en ce qui concerne la préparation des échantillons et les analyses.
- Les kits d'essai dont la date d'expiration est dépassée ne doivent pas être utilisés.
- Il convient de ne pas utiliser des matériaux ou composants prévus pour d'autres kits.
- La température de conservation des kits d'essais doit se situer dans la plage de températures de conservation spécifiée et leur température de fonctionnement doit être égale à la valeur spécifiée.
- La limite de détection pour les immuno-essais s'obtient en additionnant la moyenne et une valeur égale à trois fois l'écart-type, pour une série de dix analyses du blanc, et en divisant cette somme par la valeur de la pente dans l'équation de régression linéaire.
- Il convient d'utiliser des étalons de référence pour les essais en laboratoire, afin de garantir que la réponse à l'étalon se situe dans une plage acceptable.

8. Indication des résultats

Dans la mesure où la procédure analytique le permet, les résultats doivent comprendre les teneurs en congénères individuels des PCDD/PCDF et des PCB et les estimations haute, basse et intermédiaire doivent être indiquées, afin de consigner un maximum de données, ce qui permet une interprétation des résultats en fonction de prescriptions spécifiques.

Le rapport doit également mentionner la teneur en graisses de l'échantillon ainsi que la méthode utilisée pour extraire les graisses.

Les taux de récupérations des étalons internes individuels doivent être fournis s'ils se situent en dehors de la plage mentionnée au point 6 ou s'ils dépassent le niveau maximum. Dans tous les autres cas, ils doivent être fournis sur demande.

⁽¹⁾ À ce jour, il n'a pas encore été prouvé que, parmi les bio-essais réalisés au moyen de kits commercialisés, il en existe au moins un qui dispose d'une sensibilité et d'une fiabilité suffisantes pour pouvoir être utilisé à des fins de dépistage de dioxines, aux niveaux requis pour les échantillons de denrées alimentaires et d'aliments des animaux.