

**28 JANVIER 2005. - Arrêté ministériel portant fixation des méthodes d'analyse pour le contrôle
officiel des teneurs en étain des aliments en conserves2005/22087**

Le Ministre de la Santé publique,

Vu l'arrêté royal du 22 février 2001 organisant les contrôles effectués par l'Agence fédérale pour la Sécurité de la Chaîne alimentaire et modifiant diverses dispositions légales, confirmé par la loi du 19 juillet 2001, notamment l'article 3, § 5;

Vu le Règlement (CE) n° 466/2001 de la Commission du 8 mars 2001 portant fixation de teneurs maximales pour certains contaminants dans les denrées alimentaires, modifié par le Règlement (CE) n° 242/2004 du 12 février 2004;

Vu la Directive 2004/16/CE de la Commission du 12 février 2004 portant fixation des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en étain des aliments en conserves.

Vu l'avis n° 37.845/3 du Conseil d'Etat, donné le 14 décembre 2004, en application de l'article 84, § 1^{er}, alinéa 1^{er}, 1^o, des lois coordonnées sur le Conseil d'Etat,

Arrête :

Article 1^{er}. Les méthodes d'analyse définies en annexe sont applicables aux analyses effectuées dans le cadre du contrôle officiel du respect des teneurs maximales en étain des aliments en conserves.

Art. 2. Les méthodes d'analyse telles que décrites à l'annexe s'appliquent aussi bien à l'étain total qu'à l'étain inorganique.

La présence éventuelle de formes organiques d'étain est considérée comme négligeable par rapport aux teneurs maximales fixées pour l'étain inorganique.

Art. 3. Le présent arrêté entre en vigueur le 31 décembre 2004.

Bruxelles, le 28 janvier 2005.

R. DEMOTTE

Annexe

**PREPARATION DES ECHANTILLONS ET CRITERES GENERAUX APPLICABLES AUX
METHODES D'ANALYSE POUR LE CONTROLE OFFICIEL DES TENEURS EN ETAIN DE
CERTAINES DENREES ALIMENTAIRES**

1. Précautions et généralités concernant l'étain

Il s'agit essentiellement d'obtenir un échantillon de laboratoire représentatif et homogène sans y introduire de contamination secondaire.

L'analyste doit veiller à ce que les échantillons ne soient pas contaminés pendant la préparation de l'échantillon. Dans la mesure du possible, les appareils entrant en contact avec l'échantillon doivent être fabriqués en matériaux inertes, par exemple des matières plastiques telles que le polypropylène, le PTFE, etc. et doivent être nettoyés à l'acide pour réduire au minimum le risque de contamination. De l'acier inoxydable de haute qualité peut être utilisé pour les tranchants.

La totalité de l'échantillon reçu par le laboratoire doit être utilisée pour la préparation du produit à tester. Seuls les échantillons très bien homogénéisés permettent d'obtenir des résultats reproductibles. De nombreuses procédures spécifiques de préparation des échantillons peuvent être utilisées de manière satisfaisante. Celles que décrit le projet de norme du CEN « Dosage des éléments trace - Critères de performance et généralités, NBN EN 13804 : 2002 » ont été jugées suffisantes, mais d'autres peuvent être également valables.

2. Traitement de l'échantillon reçu par le laboratoire

L'échantillon global complet est broyé finement (le cas échéant) et soigneusement mélangé selon une méthode garantissant une homogénéisation complète.

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

Les échantillons d'analyse destinés à des fins de contrôle, de recours et d'arbitrage sont prélevés sur les échantillons de laboratoire homogénéisés.

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

4.1. Définitions

Un certain nombre de définitions les plus communément utilisées à appliquer par le laboratoire sont les suivantes.

Pour la consultation du tableau, voir image

4.2. Exigences spécifiques

Dans le cas où aucune méthode spécifique n'est prescrite au niveau communautaire pour la détermination des teneurs en étain dans les aliments en conserves, les laboratoires sont libres d'appliquer la méthode validée de leur choix pour autant qu'elle remplisse les critères de performance indiqués dans le tableau. L'idéal serait que la validation inclue un matériau de référence certifié.

Tableau - Critères de performance des méthodes d'analyse relatives à l'étain

Pour la consultation du tableau, voir image

Critères de performance. - Approche de la fonction d'incertitude

Cependant, une approche fondée sur l'incertitude peut également être utilisée pour évaluer l'adéquation de la méthode d'analyse à appliquer par le laboratoire. Le laboratoire doit appliquer une méthode qui produira des résultats comportant une incertitude standard. L'incertitude standard maximale peut être calculée par la formule suivante :

Pour la consultation du tableau, voir image

dans laquelle :

U_f = est l'incertitude standard maximale

LOD = est la limite de détection de la méthode

C = est la concentration présentant un intérêt.

Si une méthode d'analyse aboutit à des résultats présentant des mesures d'incertitude inférieures à l'incertitude standard maximale, la méthode sera aussi valable qu'une méthode satisfaisant aux critères de performance indiqués au tableau.

4.3. Calcul du taux de récupération et enregistrement des résultats

Le résultat analytique est enregistré sous forme corrigée ou non au titre de la récupération. Le mode d'enregistrement et le taux de récupération doivent être rapportés. Le résultat corrigé au titre de la récupération sert à vérifier le respect des exigences visées au point 5.

L'analyste tient dûment compte des lignes directrices élaborées sous l'égide de l'IUPAC/ISO/AOAC « Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement ».

ISO/AOAC/IUPAC Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement. Edited by Michael Thompson, Steven L R Ellison, Ales Fajgelj, Paul Willetts and Roger Wood, Pure Appl. Chem., 1999, 71, 337-348.

Ces lignes directrices sont prises en considération lors de la détermination des facteurs récupération.

Le résultat d'analyse est consigné sous la forme $x + U$, où x représente le résultat d'analyse et U l'incertitude de mesure.

4.4. Autres considérations relatives à l'analyse

Test d'efficacité

La participation à des programmes visant à tester l'efficacité, conformes à l'« International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories » élaboré sous les auspices de l'IUPAC/ISO/AOAC est requise.

ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Protocol for Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories, Edited by M Thompson and R Wood, Pure Appl. Chem., 1993, 65, 2123-2144 (Also published in J. AOAC International, 1993, 76, 926).

Certains de ces programmes comprennent en particulier la détermination des teneurs en étain dans les denrées alimentaires et la participation à un tel programme est préférée à un programme général de détermination des teneurs en métaux dans les denrées alimentaires.

Contrôle interne de la qualité

Les laboratoires doivent pouvoir démontrer qu'ils appliquent des procédures de contrôle interne de la qualité. A titre d'exemple, on peut citer les « ISO/AOAC/IUPAC Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories ».

ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories, Edited by M Thompson and R Wood, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 649-666.

Préparation de l'échantillon

Veiller à ce que la totalité de l'étain de l'échantillon soit mis en solution en vue de l'analyse. Il est notamment reconnu que le protocole de dissolution de l'échantillon doit être tel qu'aucune espèce Sn(IV) hydrolysée ne soit précipitée (c'est-à-dire les espèces telles que l'oxyde d'étain SnO_2 , Sn(OH)_4 , $\text{SnO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$).

Conserver les échantillons préparés dans 5 mol/l HCl. Toutefois, le SnCl_4 se volatilise rapidement; il ne faut pas faire bouillir les solutions.

5. Conformité du lot ou du sous-lot aux spécifications

A des fins de contrôle, le laboratoire de contrôle procède au moins à deux analyses indépendantes de l'échantillon de laboratoire et calcule la moyenne des résultats.

Le lot est accepté si la moyenne ne dépasse pas la teneur maximale respective définie par le Règlement (CE) n° 466/2001, compte tenu de l'incertitude de mesure et de la correction pour récupération.

Le lot est considéré comme non conforme à la teneur maximale définie dans le Règlement (CE) n° 466/2001 si la moyenne dépasse sans conteste la limite maximale, en tenant compte de l'incertitude de la mesure et de la correction pour récupération.

Vu pour être annexé à l'arrêté ministériel du 28 janvier 2005 portant fixation des méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en étain des aliments en conserves.

R. DEMOTTE

Publié le : 2005-02-09