

MEMORIAL

**Journal Officiel
du Grand-Duché de
Luxembourg**

**MEMORIAL**

**Amtsblatt
des Großherzogtums
Luxemburg**

RECUEIL DE LEGISLATION

A — N° 117**24 novembre 2000**

S o m m a i r e

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 page **2690**

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.

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 98/53/CE de la Commission du 16 juillet 1998 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 l'avis de la Chambre des Métiers;

Vu l'avis de la Chambre de Commerce;

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}. Les prélèvements des échantillons pour le contrôle officiel des teneurs maximales en aflatoxines de denrées alimentaires sont effectués conformément aux modes décrits à l'annexe I du présent règlement.

Art. 2. La préparation de l'échantillon et la méthode d'analyse utilisée pour le contrôle officiel des teneurs maximales en aflatoxines dans des denrées alimentaires doivent satisfaire aux critères décrits à l'annexe II du présent règlement.

Art. 3. Les annexes du présent règlement en font partie intégrante.

Art. 4. 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,
Carlo Wagner

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

Palais de Luxembourg, le 9 novembre 2000.
Henri

ANNEXE I

Modes de prélèvement des échantillons pour le contrôle officiel des teneurs maximales pour des teneurs en aflatoxines de certaines denrées alimentaires.

1. Objet et Domaine d'application

Les échantillons destinés aux contrôles officiels de la teneur en aflatoxines sur et dans les denrées alimentaires sont prélevés conformément aux modalités indiquées ci-après. Les échantillons globaux ainsi obtenus sont considérés comme étant représentatifs des lots. La conformité des lots, en ce qui concerne les teneurs maximales fixées dans le règlement (CE) n° 1525/98, est déterminée en fonction des teneurs trouvées dans les échantillons de laboratoire.

2. Définitions

Lot:	quantité de denrée alimentaire identifiable, livrée en une fois, dont 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.
Echantillon élémentaire:	quantité de matière prélevée en un seul point du lot ou du sous-lot.
Echantillon global:	Agrégation de tous les échantillons prélevés sur le lot ou sous-lot.
Echantillon de laboratoire:	Echantillon destiné au laboratoire (sous-échantillon)

3. Dispositions générales

3.1. Personnel

Le prélèvement doit être effectué par une personne mandatée à cet effet.

3.2. Produit à échantillonner

Tout lot à analyser fait l'objet d'un échantillonnage séparé. Conformément aux dispositions spécifiques prévues au point 5 de la présente annexe, des grands lots doivent être subdivisés en sous-lots, qui doivent faire 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 pouvant modifier la teneur en aflatoxines ou affecter les analyses ou la représentativité de l'échantillon global.

3.4. Échantillons élémentaires

Dans la mesure du possible, prélever ceux-ci en divers points du lot ou sous-lot. Signaler toute dérogation à cette règle dans le procès-verbal prévu au point 3.8.

3.5. Préparation de l'échantillon global et des échantillons de laboratoire (sous-échantillons)

L'échantillon global est obtenu par le mélange grossier des échantillons élémentaires. Après ce mélange, l'échantillon global doit être divisé en sous-échantillons égaux conformément aux dispositions spécifiques prévues au point 5 de la présente annexe.

Le mélange est nécessaire afin de garantir que chaque sous-échantillon contient des portions du lot ou sous-lot entier.

3.6. Préparations des échantillons identiques

Des échantillons identiques sont prélevés, à des fins de contrôle, de droit de recours et de référence, sur l'échantillon de laboratoire, homogénéisé, à condition que cette procédure soit conforme aux dispositions légales et réglementaires.

3.7. Conditionnement et envoi des échantillons de laboratoire

Placer chaque échantillon de laboratoire dans un récipient propre, en matériau inerte, le protégeant convenablement contre tout facteur de contamination et tout dommage pouvant résulter du transport. Prendre également toutes les précautions nécessaires pour éviter toute modification de la composition de l'échantillon de laboratoire 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. Pour chaque prélèvement d'échantillon, établir un procès-verbal d'échantillonnage permettant d'identifier sans ambiguïté le lot échantillonné et donner la date et le lieu d'échantillonnage ainsi que toute information supplémentaire pouvant être utile à l'analyste.

4. Dispositions explicatives

4.1. Différents types de lots

Les produits peuvent être commercialisés en vrac, dans des conteneurs, dans les 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 au point 5 de la présente annexe, la formule suivante peut être utilisée comme guide pour l'échantillonnage des lots commercialisés en sacs ou en emballages individuels:

Fréquence d'échantillonnage (F) :	$\frac{\text{Poids du lot} \times \text{poids de l'échantillon élémentaire}}{\text{Poids de l'échantillon global} \times \text{poids d'un emballage individuel}}$
- Poids: à exprimer en kg.	
- Fréquence d'échantillonnage :	Nombre d'emballages individuels séparant le prélèvement de deux échantillons élémentaires, chaque prélèvement étant réalisé tous les tantièmes emballages individuels.

4.2. Poids de l'échantillon élémentaire

Le poids de l'échantillon élémentaire est d'environ 300 grammes, à moins que le poids de l'échantillon ne soit défini autrement au point 5 de la présente annexe. Dans le cas des lots se présentant dans des emballages de détail, le poids de l'échantillon élémentaire dépend de la dimension de l'emballage de détail.

4.3. Nombre d'échantillons élémentaires pour les lots < 15 tonnes

Sauf indication contraire au point 5 de la présente annexe, le nombre d'échantillons élémentaires à prélever dépend du poids du lot, avec un minimum de 10 et un maximum de 100. Les chiffres du tableau suivant peuvent être utilisés pour déterminer le nombre d'échantillons élémentaires à prélever.

Tableau 1: Nombre d'échantillons élémentaires à prélever dépendant du poids du lot

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

5. Dispositions spécifiques

5.1. Résumé général du mode d'échantillonnage pour les arachides, les fruits à coque, les fruits séchés et les céréales.

Tableau 2: Subdivision des lots en sous-lots en fonction du produit et du poids du lot

Produit	Poids du lot (en tonnes)	Poids ou nombre des sous-lots	Nombre d'échantillons élémentaires	Echantillon global Poids/kg
Figues séchées et autres fruits séchés	> = 15 < 15	15 - 30 tonnes –	100 10 - 100 (*)	30 < = 30
Arachides, pistaches, noix du Brésil et autres fruits à coque	> = 500 > 125 et < 500 > = 15 et < = 125 < 15	100 tonnes 5 sous-lots 25 tonnes –	100 100 100 10 - 100 (*)	30 30 30 < = 30
Céréales	> = 1500 > 300 et < 1500 > = 50 et < = 300 < 50	500 tonnes 3 sous-lots 100 tonnes –	100 100 100 10 - 100 (*)	30 30 30 1 - 10

(*) Selon le poids du lot - voir point 4.3 ou 5.3

5.2. Arachides, pistaches, noix du Brésil Figues séchées Céréales (lots > 50 tonnes)

5.2.1. Mode de prélèvement

- A condition que les sous-lots puissent être physiquement séparés, chaque lot doit être subdivisé en sous-lots suivant le tableau 2 figurant au point 5.1.. Etant donné que le poids des lots n'est pas toujours un multiple exact du poids des sous-lots, le poids des sous-lots peut dépasser le poids indiqué à concurrence de 20%.
- Chaque sous-lot doit faire l'objet d'un échantillonnage séparé.
- Nombre d'échantillons élémentaires: 100. Dans le cas des lots < 15 tonnes, le nombre d'échantillons élémentaires à prélever dépend du poids du lot, avec un minimum de 10 et un maximum de 100 (voir point 4.3).
- Poids de l'échantillon global = 30 kg, grossièrement mélangé, à diviser en trois sous-échantillons égaux de 10 kg avant de broyer (cette division en trois sous-échantillons n'est pas nécessaire en cas d'arachides, de fruits à coque et de fruits séchés destinés à être soumis à un traitement de triage ou à d'autres traitements physiques et de disponibilité de l'équipement qui est en mesure d'homogénéiser un échantillon de 30 kg). Les échantillons globaux de < 10 kg ne doivent pas être divisés en sous-échantillons.

- Echantillon de laboratoire: un sous-échantillon de 10 kg (chaque sous-échantillon doit être finement broyé séparément et soigneusement mélangé afin de garantir une homogénéisation complète conformément aux dispositions de l'annexe II).
- Dans les cas où il n'est pas possible d'appliquer le mode de prélèvement décrit ci-dessus sans causer des dégâts économiques considérables (par exemple à cause des formes d'emballage ou des moyens de transport), un mode de prélèvement approprié peut être appliqué, à condition que l'échantillonnage soit aussi représentatif que possible et que le mode appliqué soit décrit et solidement documenté.

5.2.2. Acceptation d'un lot ou sous-lot

Pour les arachides, les fruits à coque et les fruits séchés destinés à être soumis à un traitement de triage ou à d'autres traitements physiques:

- acceptation si l'échantillon global ou la moyenne des sous-échantillons se conforme à la limite maximale,
- rejet si l'échantillon global ou la moyenne des sous-échantillons dépasse la limite maximale,

Pour les arachides, les fruits à coque, les fruits séchés et les céréales destinés à la consommation humaine directe:

- acceptation si aucun des sous échantillons ne dépasse la limite maximale,
- rejet si un ou plusieurs sous-échantillons dépassent la limite maximale.

En cas d'échantillon global < 10 kg:

- acceptation si l'échantillon est conforme à la limite maximale,
- rejet si l'échantillon dépasse la limite maximale.

5.3. Fruits à coque autres que des arachides, des pistaches et des noix du Brésil

Fruits séchés autres que des figues séchées

Céréales (lots < 50 tonnes)

5.3.1. Mode de prélèvement

Pour ces produits, le mode de prélèvement prévu au point 5.2.1 peut être appliqué. Toutefois, compte tenu de la moindre contamination liée à certains de ces produits et/ou à des formes plus nouvelles d'emballage dans lesquelles ces produits sont commercialisés, un autre mode de prélèvement (voir point 4.1) peut être appliqué à condition que l'échantillonnage soit aussi représentatif que possible.

Pour des lots de céréales de < 50 tonnes, un mode de prélèvement dépendant du poids du lot et comportant de 10 à 100 échantillons élémentaires de 100 grammes rassemblés en un échantillon global de 1 à 10 kg peut être utilisé. Les chiffres du tableau suivant peuvent être utilisés pour déterminer le nombre d'échantillons élémentaires à prélever.

Tableau 3: Nombre d'échantillons élémentaires à prélever dépendant du poids du lot de céréales

Poids du lot (en tonnes)	Nombre d'échantillons élémentaires
< = 1	10
> 1 - < = 3	20
> 3 - < = 10	40
> 10 - < = 20	60
> 20 - < = 50	100

5.3.2. Acceptation d'un lot ou sous-lot

Voir point 5.2.2.

5.4 Lait

5.4.1. Mode de prélèvement

Mode de prélèvement à effectuer conformément à la décision 91/180/CEE de la Commission du 14 février 1991 arrêtant certaines méthodes d'analyse et de test du lait cru et du lait traité thermiquement (1).

- Nombre d'échantillons élémentaires: au minimum 5.
- Poids de l'échantillon global: au minimum 0,5 kg ou litre.

5.4.2. Acceptation d'un lot ou sous-lot

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

5.5. Produits dérivés et denrées alimentaires composés de plusieurs ingrédients

5.5.1. Produits laitiers

5.5.5.1. Mode de prélèvement

Mode de prélèvement à effectuer conformément à la directive 87/524/CEE de la Commission du 6 octobre 1987 portant fixation des méthodes communautaires de prélèvement en vue de l'analyse chimique pour le contrôle des laits de conserve (2).

Nombre d'échantillons élémentaires: au minimum 5.

Pour les autres produits laitiers, un mode de prélèvement équivalent est appliqué.

5.5.1.2. Acceptation d'un lot ou sous-lot

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

5.5.2. Autres produits dérivés présentant des particules très fines, tels que farine, pâte de figes, pâte d'arachides (distribution homogène de la contamination par les aflatoxines)

5.5.2.1. Mode de prélèvement

- Nombre d'échantillons élémentaires: 100. En cas de lots < 50 tonnes, le nombre d'échantillons élémentaires est compris entre 10 et 100. Il dépend du poids du lot (voir tableau 3, au point 5.3.1.).
- Le poids de l'échantillon élémentaire est d'environ 100 grammes. Dans le cas des lots en emballages de détail, le poids de l'échantillon élémentaire dépend de la dimension de l'emballage de détail.
- Poids de l'échantillon global = 1 à 10 kg, grossièrement mélangé.

5.5.2.2. Nombre d'échantillons à prélever

- Le nombre d'échantillons globaux à prélever dépend du poids du lot. La division des grands lots en sous-lots doit être faite comme il est indiqué au point 5.2 pour les céréales.
- Chaque sous-lot doit faire l'objet d'un échantillonnage séparé.

5.5.2.3. Acceptation d'un lot ou sous-lot

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

5.6. Autres produits présentant des particules relativement grossières (distribution hétérogène de la contamination par les aflatoxines)

Mode de prélèvement et acceptation conformément aux dispositions des points 5.2 et 5.3, pour des produits agricoles non transformés.

ANNEXE II

Préparation des échantillons et critères généraux auxquels doivent satisfaire les méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en aflatoxines de certaines denrées alimentaires

1. Introduction

1.1. Précautions

Il convient d'éviter autant que possible la lumière du jour au cours de l'opération car l'aflatoxine se décompose progressivement sous l'influence de la lumière ultraviolette. L'aflatoxine étant distribuée de façon extrêmement 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.

1.2. Calcul de la proportion de coque/noyau dans les fruits à coque entiers

Les limites fixées pour les aflatoxines par le règlement (CE) n° 1525/98 s'appliquent à la partie comestible.

La teneur en aflatoxines de la partie comestible peut être déterminée ainsi:

- Les fruits à coque entiers des échantillons peuvent être décortiqués et la teneur en aflatoxines est analysée dans la partie comestible.
- Le mode de préparation de l'échantillon peut s'appliquer au fruit à coque entier avec sa coque. Le mode d'échantillonnage et d'analyse doit en pareil cas estimer le poids de l'amande du fruit dans l'échantillon global. celui-ci est estimé après avoir défini un facteur approprié pour la proportion de coque par rapport à l'amande dans les fruits entiers. Cette proportion sert à déterminer la quantité d'amande dans l'échantillon global utilisé pour la préparation et l'analyse de l'échantillon. Une centaine de fruits à coque entiers sont prélevés à cet effet sur le lot ou sur l'échantillon global. La proportion peut être obtenue en pesant environ 100 fruits entiers, en enlevant leur coque et en pesant les portions de coque et de l'amande. La proportion de coque par rapport à l'amande, une fois déterminée par le laboratoire, peut être prise en compte dans les travaux d'analyse auxquels il sera procédé par la suite. Toutefois, la proportion doit être déterminée par la procédure décrite ci-dessus si l'échantillon n'est pas conforme à la limite maximale.

2. Traitement de l'échantillon reçu dans le laboratoire

Chaque échantillon de laboratoire prélevé 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 ou à des fins d'arbitrage sont prélevés sur les échantillons de laboratoire homogénéisés.

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 communément utilisées et qui s'appliqueront aux laboratoires sont les suivantes:

Les paramètres de fidélité les plus communément 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 particuliers obtenus dans des conditions de répétabilité (c'est-à-dire même échantillon, même opérateur, même appareillage, même laboratoire et brièveté de l'intervalle) se situe dans les limites de la probabilité spécifique (en principe 95%); d'où $r = 2,8 \times sr$.

Sr = écart type calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de répétabilité.

RSDr = écart type relatif, calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de répétabilité $[(Sr/x) \times 100]$, formule dans laquelle 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 $R = 2,8 Sr$.

SR = écart type calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de reproductibilité.

RSDR = écart type relatif calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de reproductibilité $[(SR/x) \times 100]$.

4.2. Exigences générales

Les méthodes d'analyse utilisées pour le contrôle des denrées alimentaires doivent satisfaire autant que possible aux dispositions des points 1 et 2 de l'annexe de la directive 85/591/CEE, du 20 décembre 1985, concernant l'introduction de modes de prélèvement d'échantillons et de méthodes d'analyse communautaires 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 aflatoxines dans les denrées alimentaires, les laboratoires sont libres d'appliquer la méthode de leur choix à condition qu'elle respecte les critères suivants:

Critère	Fourchette de concentration	Valeur recommandée	Valeur maximale admise
Valeurs à blanc	Toutes concentration	Négligeable	
Récupération – Aflatoxine M1	0,01-0,5 µg/L > 0,05 µg/L	60 à 120% 60 à 120 %	
Récupération – aflatoxines B1, B2, G1, G2	< 1,0 µg/L 1-10 µg/L > 10 µg/L	50 à 120% 70 à 110% 80 à 110%	
Fidélité RSDr	Toutes Concentrations	Dérivée de l'équation d'Horwitz	2 x la valeur dérivée de l'équation d'Horwitz

La fidélité RSDr peut être calculée comme représentant un coefficient de 0,66 de la fidélité RSDr à la concentration présentant un intérêt.

Nota bene:

- Valeurs à appliquer à la fois à B1 et à la somme de B1 + B2 + G1 + G2.
- Si les sommes des aflatoxines individuelles B1 + B2 + G1 + G2 doivent être enregistrées, le taux de récupération de chacune d'elles au moyen de la méthode d'analyse doit être soit connu soit équivalent.

- 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, c'est-à-dire:

$$RSDr = 2 (1 - 0,5 \log C)$$

- équation dans laquelle:
RSDr représente l'écart type relatif calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de reproductibilité $[(SR/x) \times 100]$,
- C'est le taux de concentration (c'est-à-dire 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1000 mg/kg).

Il s'agit là d'une équation générale relative à la fidélité qui a été jugée indépendante de l'analyse ou de la matrice mais seulement dépendante 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. Assurances de qualité applicables aux laboratoires

Les laboratoires doivent se conformer aux dispositions de la directive 93/99/CEE du Conseil du 29 octobre 1993 relative à des mesures additionnelles concernant le contrôle officiel des denrées alimentaires.