

DIRECTIVE 2005/10/CE DE LA COMMISSION**du 4 février 2005****portant fixation des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en benzo(a)pyrène des denrées alimentaires****(Texte présentant de l'intérêt pour l'EEE)**

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté européenne,

vu la directive 85/591/CEE du Conseil du 20 décembre 1985 concernant l'introduction de modes de prélèvement d'échantillons et de méthodes d'analyse communautaires pour le contrôle des denrées destinées à la consommation humaine ⁽¹⁾, et notamment son article 1^{er},

considérant ce qui suit:

- (1) 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 ⁽²⁾ fixe des teneurs maximales pour le benzo(a)pyrène et fait référence aux dispositions portant fixation des méthodes d'échantillonnage et d'analyse à appliquer.
- (2) La directive 93/99/CEE du Conseil du 29 octobre 1993 relative à des mesures additionnelles concernant le contrôle officiel des denrées alimentaires ⁽³⁾ introduit un système de normes de qualité pour les laboratoires chargés par les États membres du contrôle officiel des denrées alimentaires.
- (3) Il semble nécessaire de fixer des critères généraux auxquels les méthodes d'analyse doivent satisfaire, afin de s'assurer que les laboratoires chargés des contrôles utilisent des méthodes d'analyse d'un niveau de performance comparable. Il est également d'une importance majeure que les résultats d'analyse soient consignés et interprétés de façon uniforme afin de garantir une mise en œuvre harmonisée. Les règles d'interprétation ici définies sont applicables aux résultats d'analyse des échantillons destinés au contrôle officiel. En cas d'analyse à des fins de recours ou d'arbitrage, les règles nationales sont applicables.
- (4) Les mesures prévues par la présente directive sont conformes à l'avis du comité permanent de la chaîne alimentaire et de la santé animale,

A ARRÊTÉ LA PRÉSENTE DIRECTIVE:

Article premier

Les États membres prennent toutes les mesures nécessaires pour que les prélèvements d'échantillons en vue du contrôle officiel des teneurs en benzo(a)pyrène des denrées alimentaires soient effectués conformément aux méthodes décrites à l'annexe I de la présente directive.

Article 2

Les États membres prennent toutes les mesures nécessaires pour que la préparation des échantillons et les méthodes d'analyse utilisées pour le contrôle officiel des teneurs en benzo(a)pyrène des denrées alimentaires soient conformes aux critères énoncés à l'annexe II de la présente directive.

Article 3

Les États membres mettent en vigueur les dispositions législatives, réglementaires et administratives nécessaires pour se conformer à la présente directive dans les douze mois qui suivent la date de sa publication. Ils communiquent immédiatement à la Commission le texte de ces dispositions ainsi qu'un tableau de correspondance entre ces dispositions et la présente directive.

Lorsque les États membres adoptent ces dispositions, celles-ci contiennent une référence à la présente directive ou sont accompagnées d'une telle référence lors de leur publication officielle. Les modalités de cette référence sont arrêtées par les États membres.

Article 4

La présente directive entre en vigueur le vingtième jour suivant celui de sa publication au *Journal officiel de l'Union européenne*.

Les États membres sont destinataires de la présente directive.

Fait à Bruxelles, le 4 février 2005.

Par la Commission

Markos KYPRIANOU

Membre de la Commission

⁽¹⁾ JO L 372 du 31.12.1985, p. 50. Directive modifiée par le règlement (CE) n° 1882/2003 du Parlement européen et du Conseil (JO L 284 du 31.10.2003, p. 1).

⁽²⁾ JO L 77 du 16.3.2001, p. 1. Règlement modifié en dernier lieu par le règlement (CE) n° 208/2005 (voir page 3 du présent Journal officiel).

⁽³⁾ JO L 290 du 24.11.1993, p. 14. Directive modifiée par le règlement (CE) n° 1882/2003.

ANNEXE I

MÉTHODES DE PRÉLÈVEMENT D'ÉCHANTILLONS POUR LE CONTRÔLE OFFICIEL DES TENEURS EN BENZO(A)PYRÈNE DES DENRÉES ALIMENTAIRES**1. Objet et champ d'application**

Les échantillons destinés aux contrôles officiels des teneurs en benzo(a)pyrène 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 teneurs maximales fixées dans le règlement (CE) n° 466/2001 est établi en se fondant sur les teneurs déterminées dans les échantillons de laboratoire.

2. Définitions

«Lot»: quantité identifiable d'une denrée alimentaire, livrée en une fois, pour laquelle il a été établi par l'agent responsable qu'elle présente des caractéristiques communes, telles que l'origine, la variété, le type d'emballage, l'emballleur, l'expéditeur ou le marquage.

«Sous-lot»: partie désignée d'un lot, afin d'appliquer la méthode 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»: échantillon destiné au laboratoire.

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

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, des précautions doivent être prises afin d'éviter toute altération pouvant modifier la teneur en benzo(a)pyrène 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. Toute entorse à cette règle doit être consignée au procès-verbal.

3.5. Préparation de l'échantillon global

L'échantillon global est obtenu en assemblant tous les échantillons élémentaires. L'échantillon global est homogénéisé dans le laboratoire, sauf si c'est incompatible avec la mise en œuvre du point 3.6.

3.6. Échantillons identiques de laboratoire

Des échantillons identiques sont prélevés à des fins de mise en œuvre du contrôle, de recours et d'arbitrage sur l'échantillon global homogénéisé, sauf si c'est contraire aux règles en matière d'échantillonnage en vigueur dans l'État membre.

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 la réglementation en vigueur dans l'État membre.

Pour chaque prélèvement d'échantillon, il est dressé un procès-verbal permettant d'identifier chaque lot sans ambiguïté et mentionnant 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.

4.1. Nombre d'échantillons élémentaires

Dans le cas des huiles, pour lesquelles on peut postuler une répartition homogène du benzo(a)pyrène à l'intérieur d'un lot donné, il suffit de prélever trois échantillons élémentaires par lot pour constituer l'échantillon global. Le numéro du lot est mentionné. Le règlement (CE) n° 1989/2003 de la Commission⁽¹⁾ contient des dispositions supplémentaires concernant l'échantillonnage de l'huile d'olive et de l'huile de grignons d'olive.

Pour les autres produits, le nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever du lot est indiqué dans le tableau 1. Les échantillons élémentaires ont un poids semblable, chacun pesant au moins 100 g et formant un échantillon global d'au moins 300 g (voir point 3.5).

TABLEAU 1

Nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever sur le lot

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

Si le lot se compose d'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 dans le lot ou sous-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

4.2. Prélèvement d'échantillons au stade du commerce de détail

Le prélèvement d'échantillons de denrées alimentaires au stade du commerce de détail doit avoir lieu, dans la mesure du possible, conformément aux dispositions qui précèdent. Lorsque ce n'est pas possible, d'autres méthodes efficaces de prélèvement peuvent être utilisées au stade du commerce de détail, à condition qu'elles garantissent une représentativité suffisante du lot échantillonné.

5. Conformité du lot ou sous-lot aux spécifications

Le laboratoire de contrôle procède à une double analyse de l'échantillon de laboratoire prélevé à des fins de mise en œuvre du contrôle lorsque le résultat obtenu lors de la première analyse est de moins de 20 % inférieur ou supérieur à la teneur maximale et, en pareils cas, il calcule la moyenne des résultats.

Le lot est accepté si le résultat de la première analyse ou, lorsqu'une double analyse est nécessaire, la moyenne des résultats ne dépasse pas la teneur maximale applicable [fixée 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 ne respectant pas la teneur maximale [fixée par le règlement (CE) n° 466/2001] si le résultat de la première analyse ou, lorsqu'une double analyse est nécessaire, la moyenne des résultats dépasse sans conteste la teneur maximale, compte tenu de l'incertitude de mesure et de la correction pour récupération.

⁽¹⁾ JO L 295 du 13.11.2003, p. 57.

ANNEXE II

PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS ET CRITÈRES APPLICABLES AUX MÉTHODES D'ANALYSE UTILISÉES POUR LE CONTRÔLE OFFICIEL DES TENEURS EN BENZO(A)PYRÈNE DES DENRÉES ALIMENTAIRES**1. Précautions et généralités concernant le benzo(a)pyrène dans les échantillons de denrées alimentaires**

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. Il y a lieu de rincer les récipients à l'acétone ou à l'hexane d'une grande pureté (p.A., qualité HPLC ou équivalente) avant de les utiliser, afin de limiter autant que possible le risque de contamination. Dans la mesure du possible, les appareils entrant en contact avec l'échantillon doivent être fabriqués en matériaux inertes, par exemple en aluminium, en verre ou en acier inoxydable poli. Il convient d'éviter les matières plastiques telles que le polypropylène, le PTFE, etc., car l'analyte peut être adsorbé sur ces matériaux.

La totalité de la matière prélevée reçue par le laboratoire doit être utilisée pour la préparation de la matière à tester. Seuls les échantillons bien homogénéisés permettent d'obtenir des résultats reproductibles

De nombreuses procédures spécifiques de préparation des échantillons peuvent être utilisées de manière satisfaisante.

2. Traitement de l'échantillon reçu dans le laboratoire

L'échantillon global complet est broyé finement (s'il y a lieu) et soigneusement mélangé selon une méthode garantissant une homogénéisation complète.

3. Subdivision des échantillons destinés à la mise en œuvre du contrôle et à des actions de défense

Des échantillons identiques destinés à la mise en œuvre du contrôle, au recours et à l'arbitrage sont prélevés sur l'échantillon homogénéisé, sauf si c'est contraire aux règles en matière d'échantillonnage en vigueur dans l'État membre.

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 à appliquer par le laboratoire sont les suivantes:

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 $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$.

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 %); $R = 2,8 \times s_R$

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 $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$, où \bar{x} représente la moyenne des résultats pour tous les laboratoires et échantillons.

$HORRAT_r$ = le RSD_r observé divisé par la valeur du RSD_r estimée à partir de l'équation de Horwitz (1) en postulant que $r = 0,66R$.

$HORRAT_R$ = la valeur observée du RSD_R divisée par la valeur du RSD_R calculée à partir de l'équation de Horwitz.

U = l'incertitude étendue, utilisant un coefficient de couverture 2 qui donne un niveau de confiance d'environ 95 %.

4.2. Exigences de portée générale

Les méthodes d'analyse utilisées pour le contrôle des denrées alimentaires doivent être conformes aux dispositions des points 1 et 2 de l'annexe de la directive 85/591/CEE du Conseil.

4.3. Exigences spécifiques

Pour autant qu'aucune méthode spécifique ne soit prescrite au niveau communautaire pour la détermination des teneurs en benzo(a)pyrène des denrées alimentaires, les laboratoires sont libres d'appliquer n'importe quelle méthode validée, à condition qu'elle réponde aux critères de performance qui figurent dans le tableau. L'idéal serait que la validation inclue un matériau de référence certifié.

TABLEAU

Critères de performance des méthodes d'analyse relatives au benzo(a)pyrène

Paramètre	Valeur/commentaire
Applicabilité	Denrées alimentaires figurant dans le règlement (CE) n° .../2005
Limite de détection	Pas plus de 0,3 µg/kg
Limite de quantification	Pas plus de 0,9 µg/kg
Fidélité	Valeurs HORRAT _r ou HORRAT _R inférieures à 1,5 lors de l'essai collectif de validation
Récupération	5 %-120 %
Spécificité	Pas d'interférences dues à la matrice ou spectrales, vérification de la détection positive

4.3.1. 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 peut appliquer une méthode qui produira des résultats comportant une incertitude normalisée maximale. L'incertitude normalisée maximale peut être calculée au moyen de la formule suivante:

$$U_f = \sqrt{[(LOD/2)^2 + (0,2C)^2]}$$

où:

- U_f est l'incertitude normalisée 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 normalisée maximale, la méthode sera aussi valable qu'une méthode satisfaisant aux critères de performance énoncés au tableau.

4.4. Calcul du taux de récupération et enregistrement des résultats

Le résultat d'analyse est enregistré sous forme corrigée ou non au titre de la récupération. Le mode d'enregistrement et le taux de récupération doivent être mentionnés. Le résultat d'analyse corrigé au titre de la récupération sert à vérifier le respect de la teneur maximale (voir annexe I, point 5).

L'analyste tient dûment compte du rapport de la Commission européenne sur la relation entre les résultats d'analyse, la mesure de l'incertitude, les facteurs de récupération et les dispositions de la législation communautaire relative aux denrées alimentaires (2).

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

4.5. Normes de qualité applicables aux laboratoires

Les laboratoires doivent se conformer aux dispositions de la directive 93/99/CEE.

4.6. Autres considérations relatives à l'analyse

Contrôle de l'aptitude

Participation à des programmes de contrôle de l'aptitude conformes à l'«International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories» (3) élaboré sous l'égide de l'IUPAC/ISO/AOAC.

Contrôle interne de la qualité

Les laboratoires doivent pouvoir démontrer qu'ils appliquent des procédures de contrôle interne de la qualité. Il peut s'agir, par exemple, des «ISO/AOAC/IUPAC Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories» (4).

RÉFÉRENCES

1. Horwitz, W., «Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs», *Anal. Chem.*, 1982, 54, 67A - 76A.
 2. Rapport de la Commission européenne sur la relation entre les résultats d'analyse, la mesure de l'incertitude, les facteurs de récupération et les dispositions de la législation communautaire relative aux denrées alimentaires, 2004. (http://europa.eu.int/comm/food/food/chemicalsafety/contaminants/index_en.htm).
 3. «ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Protocol for Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories», édité par Thompson, M., et Wood, R., *Pure Appl. Chem.*, 1993, 65, 2123 - 2144 (également publié dans *J. AOAC International*, 1993, 76, 926).
 4. «ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories», édité par Thompson, M., et Wood, R., *Pure Appl. Chem.*, 1995, 67, 649-666.
-