

RÈGLEMENT (CE) N° 1883/2006 DE LA COMMISSION

du 19 décembre 2006

portant fixation des méthodes de prélèvement et d'analyse d'échantillons utilisées pour le contrôle officiel des teneurs en dioxines et en PCB de type dioxine de certaines denrées alimentaires

(Texte présentant de l'intérêt pour l'EEE)

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté européenne,

vu le règlement (CE) n° 882/2004 du Parlement européen et du Conseil du 29 avril 2004 relatif aux contrôles officiels effectués pour s'assurer de la conformité avec la législation sur les aliments pour animaux et les denrées alimentaires et avec les dispositions relatives à la santé animale et au bien-être des animaux ⁽¹⁾, et notamment son article 11, paragraphe 4,

considérant ce qui suit:

- (1) Le règlement (CE) n° 1881/2006 de la Commission du 19 décembre 2006 portant fixation de teneurs maximales pour certains contaminants dans les denrées alimentaires ⁽²⁾ établit des teneurs maximales pour les dioxines et les furannes ainsi que pour la somme des dioxines, des furannes et des PCB de type dioxine dans certaines denrées alimentaires.
- (2) 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 ⁽³⁾ établit des dispositions spécifiques concernant les modes de prélèvement d'échantillons et les méthodes d'analyse à appliquer pour les contrôles officiels.
- (3) L'application de nouvelles teneurs maximales pour la somme des dioxines, des furannes et des PCB de type dioxine nécessite la modification de la directive 2002/69/CE. Il convient, pour des raisons de clarté, de remplacer cette directive par le présent règlement.
- (4) Les dispositions du présent règlement concernent uniquement l'échantillonnage et l'analyse des dioxines et des PCB de type dioxine en vue de l'application du règlement (CE) n° 1881/2006 et ne modifient ni la stratégie d'échantillonnage ni les niveaux et fréquences d'échantillonnage définis aux annexes III et IV de la directive 96/23/CE du Conseil du 29 avril 1996 relative 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 et abrogeant les direc-

tives 85/358/CEE et 86/469/CEE et les décisions 89/187/CEE et 91/664/CEE ⁽⁴⁾. Ces dispositions ne modifient pas non plus les critères de ciblage des échantillons définis dans la décision 98/179/CE de la Commission du 23 février 1998 fixant les modalités de prise d'échantillons officiels pour la recherche de certaines substances et de leurs résidus dans les animaux vivants et leurs produits ⁽⁵⁾.

- (5) Il convient d'utiliser une méthode analytique de dépistage dont la validité a été démontrée et est largement reconnue et qui est dotée d'une grande capacité, pour sélectionner les échantillons présentant des teneurs significatives en dioxines et en PCB de type dioxine. Les teneurs en dioxines et en PCB de type dioxine de ces échantillons doivent ensuite être déterminées au moyen d'une méthode analytique de confirmation. Il convient dès lors de fixer des prescriptions strictes pour les méthodes analytiques de confirmation et des prescriptions minimales pour la méthode de dépistage.
- (6) Pour l'échantillonnage de très grands poissons, il est nécessaire de préciser le mode de prélèvement afin de garantir une approche harmonisée dans l'ensemble de la Communauté.
- (7) Les teneurs en dioxines et en PCB de type dioxine de poissons appartenant à la même espèce et provenant de la même région peuvent varier en fonction de leur taille et/ou de leur âge. En outre, les teneurs en dioxines et en PCB de type dioxine ne sont pas nécessairement immuables dans toutes les parties des poissons. Par conséquent, il est nécessaire, en cas de prélèvement d'échantillons de poissons, de préciser la méthode de prélèvement et de préparation des échantillons afin de garantir une approche harmonisée dans l'ensemble de la Communauté.
- (8) Il est essentiel que les résultats d'analyse soient consignés et interprétés de manière uniforme pour garantir une approche harmonisée au stade des mesures exécutoires dans l'ensemble de la Communauté.
- (9) Les mesures prévues au présent règlement sont conformes à l'avis du comité permanent de la chaîne alimentaire et de la santé animale,

⁽¹⁾ JO L 165 du 30.4.2004, p. 1, rectifié au JO L 191 du 28.5.2004, p. 1. Règlement modifié par le règlement (CE) n° 776/2006 de la Commission (JO L 136 du 24.5.2006, p. 3).

⁽²⁾ Voir page 5 du présent Journal officiel.

⁽³⁾ JO L 209 du 6.8.2002, p. 5. Directive modifiée en dernier lieu par la directive 2004/44/CE (JO L 113 du 20.4.2004, p. 17).

⁽⁴⁾ JO L 125 du 23.5.1996, p. 10. Directive modifiée en dernier lieu par le règlement (CE) n° 882/2004 du Parlement européen et du Conseil (JO L 165 du 30.4.2004, p. 1, rectifiée au JO L 191 du 28.5.2004, p. 1).

⁽⁵⁾ JO L 65 du 5.3.1998, p. 31. Décision modifiée par l'acte d'adhésion de 2003.

A ARRÊTÉ LE PRÉSENT RÈGLEMENT:

Article premier

Le prélèvement d'échantillons aux fins du contrôle officiel des teneurs en dioxines, en furannes et en PCB de type dioxine des denrées alimentaires énumérées à la section 5 de l'annexe du règlement (CE) n° 1881/2006 est réalisé conformément aux méthodes décrites à l'annexe I du présent règlement.

Article 2

La préparation et l'analyse d'échantillons aux fins du contrôle officiel des teneurs en dioxines, en furannes et en PCB de type dioxine des denrées alimentaires énumérées à la section 5 de l'annexe du règlement (CE) n° 1881/2006 sont réalisées confor-

mément aux méthodes décrites à l'annexe II du présent règlement.

Article 3

La directive 2002/69/CE est abrogée. Les références faites à la directive abrogée s'entendent comme faites au présent règlement.

Article 4

Le présent règlement entre en vigueur le vingtième jour suivant celui de sa publication au *Journal officiel de l'Union européenne*.

Il s'applique à partir du 1^{er} mars 2007.

Le présent règlement est obligatoire dans tous ses éléments et directement applicable dans tout État membre.

Fait à Bruxelles, le 19 décembre 2006.

Par la Commission
Markos KYPRIANOU
Membre de la Commission

ANNEXE I

MÉTHODES DE PRÉLÈVEMENT D'ÉCHANTILLONS POUR LE CONTRÔLE OFFICIEL DES TENEURS EN DIOXINES (PCDD/PCDF) ET EN PCB DE TYPE DIOXINE DANS CERTAINES DENRÉES ALIMENTAIRES**1. CHAMP D'APPLICATION**

Les échantillons destinés au contrôle officiel des teneurs en dioxines (PCDD/PCDF) et en PCB de type dioxine des denrées alimentaires sont prélevés conformément aux méthodes décrites dans la présente annexe. 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° 1881/2006 de la Commission 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 des poissons doit également être comparable. Si la taille et/ou le poids des poissons n'est pas comparable dans un lot, celui-ci peut néanmoins être considéré comme un lot, mais une procédure de prélèvement d'échantillons spécifique doit lui être appliquée.

— Sous-lot: partie d'un grand lot à laquelle doit s'appliquer la méthode de prélèvement d'échantillons et désignée à cet effet. 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.

3. DISPOSITIONS GÉNÉRALES**3.1. Personnel**

Le prélèvement est effectué par une personne mandatée à cet effet, qui est désignée par l'État membre.

3.2. Produit à échantillonner

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

3.3. Précautions à prendre

Au cours du prélèvement et de la préparation des échantillons, des précautions sont 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 répartis sur l'ensemble du lot ou du sous-lot. Toute dérogation à cette règle est signalée dans le procès-verbal prévu au point 3.8 de la présente annexe.

3.5. Préparation de l'échantillon global

On obtient l'échantillon global en réunissant les échantillons élémentaires. L'échantillon global doit peser au moins 1 kg, à moins que ce ne soit pas possible, par exemple lorsqu'un seul emballage a fait l'objet d'un prélèvement.

3.6. Échantillons identiques

Les échantillons identiques destinés à des fins de contrôle, de recours et d'arbitrage sont prélevés sur l'échantillon global homogénéisé, sauf si cette procédure est contraire aux dispositions réglementaires des États membres relatives aux droits des exploitants du secteur alimentaire. La taille des échantillons de laboratoire destinés aux mesures de contrôle doit être suffisante pour permettre au moins une double analyse.

3.7. Emballage et envoi des échantillons

Chaque échantillon est placé dans un récipient en matériau inerte propre qui le protège convenablement contre toute 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 sont prises pour éviter une modification de la composition de l'échantillon lors du transport ou du stockage.

3.8. Fermeture et étiquetage des échantillons

Tout échantillon prélevé en vue d'un usage officiel est scellé sur le lieu du prélèvement et identifié dans le respect des règles en vigueur dans l'État membre.

Un procès-verbal est établi pour chaque prélèvement d'échantillons; ce procès-verbal doit permettre d'identifier sans ambiguïté le lot échantillonné et mentionner la date et le lieu du prélèvement 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 (sous-)lot à contrôler.

4.1. Division des lots en sous-lots

Les grands lots sont subdivisés en sous-lots, à condition que le sous-lot puisse être physiquement séparé. Le tableau 1 s'applique aux grands lots de produits commercialisés en vrac (par exemple les huiles végétales). Le tableau 2 s'applique aux autres produits. Étant 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 jusqu'à concurrence de 20 %.

Tableau 1

Subdivision en sous-lots des lots de produits commercialisés en vrac

Poids du lot (en tonnes)	Poids ou nombre des sous-lots
≥ 1 500	500 tonnes
>300 et < 1 500	3 sous-lots
≥ 50 et ≤ 300	100 tonnes
< 50	—

Tableau 2

Subdivision en sous-lots des lots d'autres produits

Poids du lot (en tonnes)	Poids ou nombre des sous-lots
≥ 15	15 -30 tonnes
< 15	—

4.2. Nombre d'échantillons élémentaires

L'échantillon global réunissant tous les échantillons élémentaires pèse au moins 1 kg (voir point 3.5 de la présente annexe).

Le nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever du lot ou du sous-lot est indiqué dans les tableaux 3 et 4.

Dans le cas de produits liquides en vrac, le lot ou le sous-lot est soigneusement mélangé, dans la mesure du possible et pour autant que cela n'altère pas la qualité du produit, de manière manuelle ou mécanique immédiatement avant le prélèvement. Dans ce cas, la répartition des contaminants à l'intérieur d'un lot ou d'un sous-lot donné est censée être homogène. Le prélèvement de trois échantillons élémentaires sur le lot ou le sous-lot suffit dès lors en vue de la constitution de l'échantillon global.

Les échantillons élémentaires ont un poids semblable. Chaque échantillon élémentaire pèse au moins 100 grammes.

Toute dérogation à cette règle doit être signalée dans le procès-verbal prévu au point 3.8 de la présente annexe. Conformément aux dispositions de la décision 97/747/CE de la Commission du 27 octobre 1997 fixant les niveaux et fréquences de prélèvement 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 global, pour les œufs de poule, est au moins de douze œufs (pour des lots en vrac comme pour des lots se présentant en emballages distincts, voir tableaux 3 et 4).

⁽¹⁾ JO L 303 du 6.11.1997, p. 12.

Tableau 3

Nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever sur le lot ou sous-lot

Poids ou volume du lot/sous-lot (en kg ou en litre)	Nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever
< 50	3
De 50 à 500	5
> 500	10

Si le lot ou sous-lot se compose d'unités ou d'emballages distincts, le nombre d'unités ou d'emballages à prélever pour former l'échantillon global est indiqué dans le tableau 4.

Tableau 4

Nombre d'unités ou d'emballages (échantillons élémentaires) à prélever en vue de la constitution de l'échantillon global si le lot ou sous-lot se compose d'unités ou d'emballages distincts

Nombre d'emballages ou d'unités dans le lot/sous-lot	Nombre d'emballages ou d'unités à prélever
De 1 à 25	au moins 1 emballage ou unité
De 26 à 100	5 % environ, au moins 2 emballages ou unités
> 100	5 % environ, 10 emballages ou unités au maximum

4.3. Dispositions spécifiques pour l'échantillonnage de lots contenant des poissons entiers de taille et de poids comparables

Les poissons sont réputés avoir une taille et un poids comparables lorsque les différences de taille et de poids ne dépassent pas environ 50 %.

Le nombre d'échantillons élémentaires à prélever sur le lot est indiqué dans le tableau 3. L'échantillon global réunissant tous les échantillons élémentaires pèse au moins 1 kg (voir point 3.5).

- Si le lot à échantillonner contient des poissons de petite taille (d'un poids individuel inférieur à 1 kg environ), le poisson entier est pris comme échantillon élémentaire en vue de la constitution de l'échantillon global. Si l'échantillon global qui en résulte pèse plus de 3 kg, les échantillons élémentaires peuvent être constitués de la partie médiane, d'un poids individuel d'au moins 100 grammes, des poissons composant l'échantillon global. La partie entière à laquelle s'applique la teneur maximale est utilisée pour l'homogénéisation de l'échantillon.

La partie médiane du poisson est celle où se trouve le centre de gravité. Celui-ci se situe dans la plupart des cas au niveau de la nageoire dorsale (lorsque le poisson en a une) ou à mi-distance entre l'ouverture branchiale et l'anus.

- Si le lot à échantillonner contient des poissons plus grands (d'un poids individuel supérieur à environ 1 kg), l'échantillon élémentaire est constitué par la partie médiane du poisson. Chaque échantillon élémentaire pèse au moins 100 grammes.

Dans le cas des poissons de taille intermédiaire (environ de 1 à 6 kg), l'échantillon élémentaire consiste en une tranche de poisson prélevée entre la grande arête et le ventre, dans la partie médiane du poisson.

Dans le cas des poissons de très grande taille (par exemple > environ 6 kg), l'échantillon élémentaire est constitué de chair prélevée sur le muscle dorsolatéral droit (vue de face) dans la partie médiane du poisson. Dans le cas où le prélèvement d'un tel morceau de la partie médiane du poisson entraînerait une perte économique significative, ou bien le prélèvement de trois échantillons élémentaires d'au moins 350 grammes chacun peut être considéré comme suffisant, quelle que soit la taille du lot, ou bien deux parties égales de chair peuvent être prélevées, l'une sur le muscle à proximité de la queue et l'autre sur le muscle à proximité de la tête, pour constituer l'échantillon élémentaire représentatif de la teneur en dioxines de l'ensemble du poisson.

4.4. Échantillonnage de lots de poissons contenant des poissons entiers de taille et/ou de poids différents

- Les dispositions du point 4.3 concernant la constitution de l'échantillon sont applicables.
- Si une classe/catégorie de grandeur ou de poids est prédominante (environ 80 % du lot ou plus), l'échantillon est prélevé sur les poissons appartenant à cette classe/catégorie prédominante. Cet échantillon doit être considéré comme étant représentatif de l'ensemble du lot.
- Si aucune classe/catégorie particulière de grandeur ou de poids ne prédomine, il convient de veiller à ce que les poissons sélectionnés en vue de la constitution de l'échantillon soient représentatifs du lot. Le document intitulé «Guidance document for the sampling of lots of fish containing whole fishes of different size and/or weight» ⁽¹⁾ contient des lignes directrices spécifiques relatives à ce genre de situation.

4.5. Échantillonnage au niveau du commerce de détail

Le prélèvement d'échantillons de denrées alimentaires au niveau du commerce de détail est, dans la mesure du possible, effectué conformément aux dispositions y afférentes contenues au point 4.2 de la présente annexe.

Si ce n'est pas possible, une autre méthode de prélèvement d'échantillons peut être employée à ce stade, à condition qu'elle garantisse que ces échantillons sont suffisamment représentatifs du lot ou du sous-lot échantillonné.

5. CONFORMITÉ DU LOT OU SOUS-LOT AUX SPÉCIFICATIONS

Le lot est accepté si le résultat d'une seule analyse ne dépasse pas la teneur maximale correspondante en dioxines et la somme des dioxines et des PCB de type dioxine fixées dans le règlement (CE) n° 1881/2006, compte tenu de l'incertitude de mesure.

Le lot est considéré comme ne respectant pas la teneur maximale fixée dans le règlement (CE) n° 1881/2006 si le résultat de l'analyse donnant l'estimation supérieure ⁽²⁾, confirmé par une double analyse ⁽³⁾, dépasse avec une quasi-certitude la teneur maximale, compte tenu de l'incertitude de mesure.

L'incertitude de mesure peut être prise en compte de l'une des deux manières suivantes:

- en calculant l'incertitude élargie à l'aide d'un facteur d'élargissement de 2 qui donne un niveau de confiance d'environ 95 %. Un lot ou sous-lot n'est pas conforme si la valeur mesurée moins U dépasse la limite autorisée fixée. En cas de dosage distinct des dioxines et des PCB de type dioxine, la somme des estimations de l'incertitude élargie des résultats d'analyse distincts des dioxines et des PCB de type dioxine doit être utilisée pour la somme des dioxines et des PCB de type dioxine,
- en établissant la limite de décision (CC_α) conformément aux dispositions de la décision 2002/657/CE de la Commission du 12 août 2002 portant modalités d'application de la directive 96/23/CE du Conseil en ce qui concerne les performances des méthodes d'analyse et l'interprétation des résultats ⁽⁴⁾ (point 3.1.2.5 de l'annexe — cas de substances pour lesquelles une limite autorisée est fixée). Un lot ou sous-lot n'est pas conforme si la valeur mesurée est égale ou supérieure à la CC_α.

Les présentes règles d'interprétation s'appliquent 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.

⁽¹⁾ http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/dioxins_en.htm

⁽²⁾ Pour le calcul de l'estimation supérieure, on considère que la contribution à l'équivalent toxique (TEQ) de chaque congénère non quantifié est égale à la limite de quantification.

Pour le calcul de l'estimation inférieure, 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⁾ La double analyse est nécessaire pour exclure la possibilité d'une contamination croisée interne ou un mélange accidentel des échantillons. La première analyse, tenant compte de l'incertitude de mesure, sert à vérifier la conformité.

Si l'analyse est effectuée dans le contexte d'un cas de contamination par de la dioxine, la confirmation par double analyse peut être omise lorsque la traçabilité permet d'établir le lien entre les échantillons prélevés en vue de l'analyse et le cas de contamination par de la dioxine.

⁽⁴⁾ JO L 221 du 17.8.2002, p. 8. Décision modifiée par la décision 2004/25/CE (JO L 6 du 10.1.2004, p. 38).

ANNEXE II

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

1. CHAMP D'APPLICATION

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

Pour contrôler 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 les teneurs en dioxines et en PCB de type dioxine sont inférieures de moins de 25 % ou supérieures au niveau maximal. La teneur en dioxines et la somme des dioxines et des PCB de type dioxine des échantillons présentant des teneurs significatives doivent être déterminées/confirmées 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 se révéler 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 des dioxines et des PCB de type dioxine au niveau considéré.

2. CONTEXTE

Les concentrations de chaque substance dans un échantillon donné sont multipliées par leurs facteurs d'équivalence toxique (TEF) respectifs, tels qu'ils sont fixés par l'Organisation mondiale de la santé et mentionnés à l'appendice de la présente annexe, puis elles sont additionnées de façon à donner la concentration totale en composés de type dioxine, exprimée en équivalents toxiques (TEQ).

Aux fins du présent règlement, la limite spécifique acceptée de quantification d'un congénère est la concentration d'un analyte dans l'extrait d'un échantillon qui produit une réponse instrumentale aux deux ions différents à contrôler par un rapport S/B (signal/bruit) de 3:1 pour le signal le moins sensible et remplit les conditions de base (par exemple, temps de rétention, rapport isotopique selon la procédure de détermination décrite dans la méthode EPA 1613, révision B).

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 certifiés exempts de dioxines ou 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 est 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 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, mais sans l'échantillon.
- Le poids de l'extrait doit être suffisamment élevé, de façon à répondre aux exigences de sensibilité.
- Les procédures spécifiques de préparation des échantillons utilisées pour les produits considérés sont validées conformément à des directives reconnues sur le plan international.

— Dans le cas des poissons, la peau doit être enlevée, car la teneur maximale s'applique à la chair musculaire dépouillée. Toutefois, il est nécessaire que tous les restes de chair musculaire et de tissu adipeux se trouvant sur la face interne de la peau soient soigneusement et entièrement retirés de celle-ci et soient ajoutés à l'échantillon à analyser.

4. PRESCRIPTIONS APPLICABLES AUX LABORATOIRES

— Les laboratoires doivent démontrer la validité de la méthode dans une certaine plage autour du niveau considéré, 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, reportez-vous au point 5.

— La limite de quantification pour une méthode de confirmation ne doit pas dépasser environ le cinquième du niveau considéré.

— 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.

— La compétence des laboratoires doit être prouvée par la participation continue et réussie à des études inter-laboratoires sur la détermination des teneurs en dioxines et en PCB de type dioxine des matrices d'aliments des animaux/de denrées alimentaires correspondantes.

— Conformément aux dispositions du règlement (CE) n° 882/2004, les laboratoires doivent être agréés 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.

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 avéré que les PCB se présentent en quantités plus élevées que les PCDD et PCDF. Pour la plupart des congénères du groupe des PCB, une sensibilité de l'ordre du nanogramme (10^{-9} g) est déjà 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 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 celles des analytes à doser. Pour les méthodes de chromatographie en phase gazeuse/spectrométrie de masse (CG/SM), il est nécessaire d'établir une distinction entre plusieurs congénères, notamment entre les congénères toxiques (par exemple, les dix-sept PCDD et PCDF substitués en 2,3,7,8 et les PCB de type dioxine) et les autres congénères. Les bioessais doivent permettre de déterminer sélectivement les valeurs TEQ en tant que somme des PCDD, PCDF et PCB de type dioxine.

— *Grande exactitude (justesse et fidélité).* L'analyse doit fournir une estimation valable de la concentration réelle dans 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 que le résultat d'une analyse d'échantillon ne soit écarté 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 (RSD_R est l'écart type relatif calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de reproductibilité).

Les méthodes de dépistage peuvent comprendre des bioessais et des méthodes CG/SM; 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 %
Fidélité (RSD_R)	< 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 doivent être ajoutés au tout début de la méthode d'analyse, par exemple avant la phase d'extraction, afin de valider la procédure analytique. Il faut ajouter au moins un congénère 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 (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 .

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 est procédé à une validation adéquate de l'efficacité de l'extraction, en fonction de la phase au cours de laquelle les étalons internes sont introduits et de la façon dont les résultats sont consignés (sur la 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 comprise entre 60 et 120 %. Pour des congénères individuels, en particulier pour certaines dibenzodioxines et dibenzofurannes 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 TEQ totale (sur la base de la somme des PCDD/F et des PCB de type dioxine). Dans le cas des méthodes de dépistage, les taux de récupération doivent se situer dans une plage comprise entre 30 et 140 %.
- Il est procédé à la séparation des dioxines des composés chlorés interférents, tels que les PCB autres que ceux de type dioxine et les diphenyléthers chlorés, au moyen de techniques chromatographiques appropriées (de préférence au moyen d'une colonne de florisil, 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 octachlorinated 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 le niveau supérieur et le niveau inférieur 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 (sur la base de la somme des PCDD/F et des PCB de type dioxine). 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 comprise entre 25 et 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 échantillon 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 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 bioessais, des tests de répétabilité sont effectués 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 bioessais, les composés cibles, les interférences potentielles et la valeur maximale tolérée pour le blanc sont définis.

Approche quantitative

L'approche quantitative comprend obligatoirement des séries de dilution 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/furannes/PCB de type dioxine) pour obtenir une courbe d'étalonnage qui permet de calculer la valeur TEQ dans l'extrait et, par conséquent, dans l'échantillon. Le résultat est ensuite corrigé de la valeur TEQ calculée pour un échantillon blanc (pour tenir compte des impuretés provenant des solvants ou des substances chimiques utilisés) et pour une 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 bioessais 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 bioessais. Les prescriptions établies au point 6 doivent être utilisées pour les méthodes CG/SM. Des prescriptions spécifiques sont établies au point 7.3 de la présente annexe pour les bioessais cellulaires et au point 7.4 de la présente annexe pour les bioessais 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 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 bioessais et ceux de la CGHR/SMHR doivent être fournies.

7.3. Prescriptions spécifiques aux bioessais cellulaires

- Pour les bioessais, une série de concentrations de référence de TCDD ou d'un mélange dioxines/furannes/PCB de type dioxine (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 bioessai 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 lignes directrices 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 y a lieu 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 nettement supérieure à la réponse de fond sur la courbe d'étalonnage du jour (facteur d'induction cinq 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 à la réponse de fond 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 bioessais réalisés au moyen de kits

- Il convient de veiller à ce que les bioessais réalisés au moyen de kits aient une sensibilité et une fiabilité suffisantes pour être appliqués aux denrées alimentaires.
- 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 peuvent 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 conforme à la valeur spécifiée.
- La limite de détection pour les immuno-essais est déterminée en multipliant par trois l'écart type, calculé sur la base d'une série de dix analyses du blanc, et en divisant le produit obtenu 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 suivie le permet, les résultats doivent comprendre les teneurs en congénères individuels des PCDD/PCDF et des PCB et être indiqués en limite inférieure, limite supérieure et valeur intermédiaire, afin d'englober 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 récupération 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 maximal. Dans tous les autres cas, ils doivent être fournis sur demande.

L'incertitude de mesure doit également être mentionnée, car ce paramètre est pris en compte lorsqu'il s'agit de déterminer la conformité d'un échantillon. Par conséquent, les résultats de l'analyse doivent être consignés sous la forme « $x \pm U$ », où x est le résultat de l'analyse et U l'incertitude de mesure élargie calculée au moyen d'un facteur d'élargissement de 2 qui donne un niveau de confiance approximatif de 95 %. En cas de dosage distinct des dioxines et des PCB de type dioxine, la somme des estimations de l'incertitude élargie des résultats d'analyse distincts des dioxines et des PCB de type dioxine doit être utilisée pour la somme des dioxines et des PCB de type dioxine.

Si l'incertitude de mesure est prise en considération au moyen de la CCa (conformément au point 5 de l'annexe I), ce paramètre est mentionné.

Les résultats sont exprimés dans les mêmes unités et par (au moins) le même nombre de chiffres significatifs que les teneurs maximales établies dans le règlement (CE) n° 1881/2006.

Appendice à l'annexe II

Tableau des facteurs d'équivalence toxique (TEF) de l'Organisation mondiale de la santé (OMS) 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		PCB «de type dioxine» PCB non ortho + PCB mono-ortho	
2,3,7,8-TCDD	1		
1,2,3,7,8-PeCDD	1	PCB non ortho	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB 77	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB 81	0,0001
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1	PCB 126	0,1
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01	PCB 169	0,01
OCDD	0,0001	PCB mono-ortho	
Dibenzofurannes (PCDF)			
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.