

## RÈGLEMENT (CE) N° 1882/2006 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 nitrates 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 <sup>(1)</sup>, 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 <sup>(2)</sup> établit les limites maximales applicables aux nitrates dans les épinards, les laitues, les laitues de type «iceberg», les aliments pour bébés et les aliments transformés à base de céréales destinés aux nourrissons et aux enfants en bas âge.
- (2) Le prélèvement d'échantillons, de même que les procédures de préparation des échantillons, joue un rôle important dans la détermination précise des teneurs en nitrates.
- (3) Il est nécessaire de fixer les critères généraux auxquels les méthodes d'analyse doivent satisfaire pour que les laboratoires de contrôle utilisent des méthodes présentant des niveaux de performance comparables.

(4) Les laitues et épinards frais sont des produits extrêmement périssables et il est généralement impossible d'immobiliser les lots jusqu'à ce que le résultat des analyses effectuées dans le contexte du contrôle officiel soit disponible. C'est pourquoi les autorités compétentes pourraient juger opportun et nécessaire de procéder à un échantillonnage officiel de ces légumes au champ peu de temps avant leur récolte.

(5) Les mesures prévues par le présent règlement sont conformes à l'avis du comité permanent de la chaîne alimentaire et de la santé animale,

A ARRÊTÉ LE PRÉSENT RÈGLEMENT:

*Article premier*

Le prélèvement, la préparation et l'analyse d'échantillons aux fins du contrôle officiel des teneurs en nitrates des denrées alimentaires énumérées à la section 1 de l'annexe du règlement (CE) n° 1881/2006 sont réalisés conformément aux méthodes décrites à l'annexe du présent règlement.

*Article 2*

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<sup>er</sup> 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

<sup>(1)</sup> 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).

<sup>(2)</sup> Voir page 5 du présent JO.

## ANNEXE

**MÉTHODES DE PRÉLÈVEMENT, DE PRÉPARATION ET D'ANALYSE D'ÉCHANTILLONS AUX FINS DU CONTRÔLE OFFICIEL DES TENEURS EN NITRATES DE CERTAINES DENRÉES ALIMENTAIRES****A. DISPOSITIONS GÉNÉRALES**

Les contrôles officiels sont réalisés conformément aux dispositions du règlement (CE) n° 882/2004. Les dispositions générales suivantes s'appliquent sans préjudice des dispositions dudit règlement.

**A.1. Champ d'application**

Les échantillons destinés au contrôle officiel des teneurs en nitrates des denrées alimentaires énumérées à la section 1 de l'annexe du règlement (CE) n° 1881/2006 sont prélevés selon les méthodes décrites dans la présente annexe. Les échantillons globaux ainsi obtenus, prélevés soit directement d'un champ, soit d'un lot, sont considérés comme étant représentatifs des lots.

Le respect des limites maximales est établi sur la base des teneurs décelées dans les échantillons de laboratoire.

**A.2. Définitions**

Aux fins de la présente annexe, on entend par:

- A.2.1. «lot»: une quantité identifiable d'une denrée alimentaire, à récolter au même moment ou 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 ou le type de sol compris dans un espace maximal de 2 hectares, le type d'emballage, l'emballer, l'expéditeur ou le marquage;
- A.2.2. «sous-lot»: la partie d'un grand lot à laquelle doit s'appliquer la méthode de prélèvement d'échantillons et qui a été désignée à cet effet; chaque sous-lot doit être physiquement séparé et identifiable;
- A.2.3. «échantillon ou unité élémentaire»: une quantité de matière prélevée en un seul point du lot ou du sous-lot. Il peut s'agir, en l'occurrence, d'une seule pomme de laitue ou d'épinard, d'une poignée de jeunes feuilles ou d'un sachet de feuilles coupées;
- A.2.4. «échantillon global»: l'agrégation de tous les échantillons élémentaires prélevés sur le lot ou le sous-lot;
- A.2.5. «échantillon de laboratoire»: un échantillon destiné au laboratoire;
- A.2.6. «champ»: une étendue déterminée de terre appartenant au même type de sol et soumise à une pratique culturale unique, contenant une seule variété de laitues ou d'épinards parvenus au même stade de croissance. Le «champ» peut également être désigné par le terme «lot» dans la méthode de prélèvement d'échantillons;
- A.2.7. «surface abritée»: une étendue déterminée de terre couverte par une serre en verre ou un polytunnel (tunnel ou serre en plastique ou en polyéthylène) contenant une seule variété de laitues ou d'épinards parvenus au même stade de croissance et devant être récoltés au même moment. La «surface abritée» peut également être désignée par le terme «lot» dans la méthode de prélèvement d'échantillons.

**A.3. Dispositions générales****A.3.1. Personnel**

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

**A.3.2. Produit à échantillonner**

Tous les lots à analyser font l'objet d'un échantillonnage séparé. Les grands lots (à savoir les lots pesant plus de 30 tonnes ou ayant une superficie supérieure à 3 hectares) sont subdivisés en sous-lots, à échantillonner séparément.

**A.3.3. Précautions à prendre**

Lors du prélèvement et de la préparation des échantillons, des précautions sont prises pour éviter toute altération pouvant avoir des répercussions sur:

- la teneur en nitrates, le travail d'analyse ou la représentativité de l'échantillon global (par exemple: présence de terre sur les laitues ou les épinards durant la préparation de l'échantillon),

— la sécurité alimentaire ou l'intégrité des lots à échantillonner.

En outre, il convient d'adopter toutes les mesures nécessaires pour garantir la sécurité des personnes procédant aux prélèvements d'échantillons.

#### A.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 A.3.8 de la présente annexe.

#### A.3.5. *Préparation de l'échantillon global*

On obtient l'échantillon global en réunissant les échantillons élémentaires.

#### A.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, à condition que cette procédure n'aille pas à l'encontre de la législation des États membres concernant le droit des exploitants du secteur alimentaire.

#### A.3.7. *Conditionnement et envoi des échantillons*

Chaque échantillon est placé dans un sac opaque en plastique inerte, propre et hermétiquement fermé, qui empêche les pertes d'humidité et offre une protection adéquate contre tout dommage ou contamination.

L'échantillon doit être transporté au laboratoire dans les 24 heures suivant le prélèvement et il est gardé au frais durant le transport. Si ce n'est pas possible, l'échantillon est congelé dans les 24 heures et conservé congelé (six semaines au maximum).

Toutes les autres précautions nécessaires sont prises pour éviter toute modification de la composition de l'échantillon pouvant survenir au cours du transport ou du stockage.

#### A.3.8. *Fermeture et étiquetage des échantillons*

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

Pour chaque prélèvement, un procès-verbal d'échantillonnage est établi, permettant d'identifier sans ambiguïté le lot échantillonné et l'agent responsable du prélèvement d'échantillons, mentionne la variété, le producteur, la méthode de production, la date, le lieu d'échantillonnage, l'exploitant du secteur alimentaire responsable du lot et toute autre information pouvant se révéler utile à l'analyste.

### A.4. **Différents types de lots**

Les denrées alimentaires peuvent être commercialisées en vrac, dans des conteneurs, y compris des sacs et des caisses, ou dans des emballages individuels conçus pour la vente au détail. La méthode de prélèvement d'échantillons peut être employée pour la totalité des différentes formes sous lesquelles les produits sont mis sur le marché.

## B. MÉTHODE DE PRÉLÈVEMENT D'ÉCHANTILLONS

Dans la mesure du possible, les échantillons élémentaires sont prélevés en divers points répartis sur l'ensemble du lot ou du sous-lot.

### B.1. **Prélèvement d'échantillons au champ**

Lorsque l'autorité compétente juge nécessaire de prélever des échantillons de laitues ou d'épinards au champ, ce prélèvement doit être effectué de la manière suivante.

Les échantillons élémentaires ne sont pas prélevés dans des zones qui ne sont pas représentatives du champ ou de la surface abritée. Les zones qui comportent différents types de sol, qui ont été soumises à diverses pratiques culturales ou qui contiennent des variétés de laitues ou d'épinards différentes ou récoltables à des moments différents sont traitées comme des lots ou des champs distincts. Si le champ a une superficie dépassant 3 hectares, il est divisé en sous-lots de 2 hectares, et chaque sous-lot fait l'objet d'un prélèvement d'échantillons distinct.

Les échantillons élémentaires sont prélevés au long d'un parcours formant un «W» ou un «X» dans le champ. Les échantillons élémentaires prélevés de planches étroites ou de surfaces abritées sont prélevés au long d'un parcours formant un «W» ou un «X» dans plusieurs planches et ils sont rassemblés pour constituer l'échantillon global.

Les plantes doivent être coupées au niveau du sol.

L'échantillon doit contenir au moins dix plantes, et l'échantillon global de dix plantes doit peser au moins 1 kg. Seules les unités ayant une taille de commercialisation sont échantillonnées<sup>(1)</sup>. La terre et les feuilles extérieurement non comestibles et endommagées sont enlevées de chaque unité.

**B.2. Prélèvement d'échantillons de lots d'épinards, de laitues, d'aliments pour bébés et d'aliments transformés à base de céréales destinés aux nourrissons et aux enfants en bas âge se trouvant sur le marché**

La méthode de prélèvement d'échantillons est valable pour les lots d'un poids inférieur ou égal à 25 tonnes.

Dans le cas de lots d'un poids supérieur (lots > 30 tonnes), le lot est subdivisé en sous-lots pesant en principe 25 tonnes, à condition que le sous-lot puisse être physiquement séparé. Étant donné que le poids d'un lot n'est pas toujours un multiple exact de 25 tonnes, le poids des sous-lots peut dépasser le poids indiqué jusqu'à concurrence de 20 %. Cela signifie que les sous-lots peuvent avoir un poids compris entre 25 et 30 tonnes. Si un lot n'est pas ou ne peut pas être physiquement subdivisé en sous-lots, l'échantillon est prélevé du lot.

L'échantillon global pèse au moins 1 kg, sauf lorsque c'est impossible, par exemple en cas d'échantillonnage d'une seule pomme de laitue ou d'épinard ou d'une seule unité de conditionnement.

Le nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever du lot est indiqué dans le tableau 1.

Tableau 1

**Nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever sur le lot**

Poids du lot (en kg)	Nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever	Poids minimal de l'échantillon global (en kg)
< 50	3	1
De 50 à 500	5	1
> 500	10	1

Si le lot est constitué 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 constituant le lot	Nombre d'unités ou d'emballages à prélever	Poids minimal de l'échantillon global (en kg)
De 1 à 25	1 unité ou emballage	1
De 26 à 100	5 % environ, au moins 2 unités ou emballages	1
> 100	5 % environ, 10 unités ou emballages au maximum	1

<sup>(1)</sup> La taille de commercialisation des laitues, des chicorées frisées et des scaroles est déterminée par le règlement (CE) n° 1543/2001 de la Commission du 27 juillet 2001 fixant la norme de commercialisation applicable aux laitues, chicorées frisées et scaroles (JO L 203 du 28.7.2001, p. 9). Modifié en dernier lieu par le règlement (CE) n° 6/2005 de la Commission du 4 janvier 2005 (JO L 2 du 5.1.2005, p. 3).

Chaque lot ou sous-lot soumis au contrôle de conformité doit être échantillonné séparément. Néanmoins, si cette méthode de prélèvement d'échantillons risque d'avoir des retombées commerciales inacceptables du fait de la détérioration du lot (à cause du format de l'emballage, du moyen de transport, etc.), une autre méthode peut être appliquée, à condition qu'elle garantisse que l'échantillon global est suffisamment représentatif du lot échantillonné et qu'elle fasse l'objet d'une description complète, dûment documentée. L'endroit du lot où l'échantillon est prélevé est choisi de préférence de façon totalement aléatoire; si cela n'est matériellement pas possible, l'endroit est choisi de façon aléatoire dans les parties accessibles du lot.

### B.3. Échantillonnage au stade du commerce de détail

Le prélèvement d'échantillons de denrées alimentaires au stade du commerce de détail est, dans la mesure du possible, effectué conformément aux dispositions du point B.2.

Si cela se révèle impossible, une autre méthode de prélèvement d'échantillons peut être employée à ce stade, à condition qu'elle garantisse que l'échantillon global est suffisamment représentatif du lot échantillonné et qu'elle fasse l'objet d'une description complète, dûment documentée<sup>(1)</sup>.

### B.4. Évaluation de la conformité d'un lot ou sous-lot

- Acceptation si l'échantillon de laboratoire est conforme à la limite maximale, compte tenu de l'incertitude de mesure et de la correction au titre de la récupération.
- Rejet si l'échantillon de laboratoire dépasse sans conteste la limite maximale, compte tenu de l'incertitude de mesure et de la correction au titre de la récupération (le résultat de l'analyse est utilisé aux fins de l'évaluation de la conformité après correction au titre de la récupération et soustraction de l'incertitude de mesure élargie).

## C. PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON

- 1) Lorsque le prélèvement d'échantillons concerne des produits frais, les échantillons sont préparés, si possible, dans les 24 heures suivant le prélèvement. Si ce n'est pas possible, les échantillons sont conservés congelés (six semaines au maximum).
- 2) La terre, les feuilles fortement souillées et les feuilles extérieurement non comestibles et endommagées sont enlevées de chaque unité. Il est interdit de laver les échantillons, étant donné que cela peut entraîner une diminution de leur teneur en nitrates.
- 3) L'ensemble de l'échantillon doit être homogénéisé (l'addition d'une quantité connue d'eau est facultative). En fonction de la taille du mélangeur, du broyeur ou du hachoir utilisé, une ou plusieurs unités peuvent être combinées en vue de l'homogénéisation. Le fait de congeler et de hacher les unités avant d'effectuer l'homogénéisation peut faciliter leur malaxage. Il faut démontrer que le procédé d'homogénéisation utilisé assure une homogénéisation complète. Il est essentiel que l'homogénéisation soit complète pour maximiser l'extraction et la récupération du nitrate. Sur ce plan, les échantillons sont traités de manière identique quel que soit leur lieu de prélèvement (champ ou commerce de détail).
- 4) Un ou plusieurs échantillons d'analyse sont prélevés des bouillies obtenues en vue d'être analysés.

## D. MÉTHODE D'ANALYSE, ENREGISTREMENT DES RÉSULTATS ET PRESCRIPTIONS EN MATIÈRE DE CONTRÔLE DES LABORATOIRES

### D.1. Définitions

Aux fins de la présente annexe, on entend par:

$r$  = répétabilité, la 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 (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;

<sup>(1)</sup> Si la portion à échantillonner est trop petite pour qu'il soit possible d'obtenir un échantillon global de 1 kg, le poids de ce dernier peut être inférieur. En cas d'échantillonnage de préparations à base de céréales et d'aliments pour bébés destinés aux nourrissons et aux enfants en bas âge, l'échantillon global peut peser 0,5 kg.

$RSD_r$  = 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  $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$ .

## D.2. Exigences générales

Les méthodes d'analyse utilisées pour le contrôle des denrées alimentaires doivent satisfaire aux dispositions des points 1 et 2 de l'annexe III du règlement (CE) n° 882/2004.

## D.3. Exigences spécifiques

### D.3.1. Procédure d'extraction

Une attention particulière doit être accordée à la procédure d'extraction suivie. Plusieurs procédures d'extraction, telles que la méthode d'extraction à l'eau chaude ou au méthanol et à l'eau (30/70), assurent une extraction efficace des nitrates. L'extraction à l'eau froide ne peut être utilisée que si l'échantillon d'analyse a été congelé avant l'extraction.

### D.3.2. Critères de performance

Les critères spécifiques applicables aux méthodes d'analyse utilisées pour le contrôle des teneurs en nitrates sont les suivants.

Critère	Plage de concentration	Valeur recommandée	Valeur maximale autorisée
Récupération	< 500 mg/kg	60-120 %	
	≥ 500 mg/kg	90-110 %	
Fidélité $RSD_R$	Toutes	Dérivée de l'équation de Horwitz	2 × la valeur dérivée de l'équation de Horwitz

On peut calculer la fidélité  $RSD_r$  en multipliant par 0,66 la fidélité  $RSD_R$  à la concentration présentant un intérêt.

#### Notes concernant les critères de performance

— Les plages de concentration ne sont pas indiquées, étant donné que les valeurs relatives à la fidélité sont calculées aux concentrations présentant un intérêt.

— Les valeurs relatives à la fidélité sont calculées à partir de l'équation de Horwitz, c'est-à-dire:

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

équation dans laquelle:

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

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

**D.4. Enregistrement des résultats, estimation de l'incertitude de mesure et calcul du taux de récupération <sup>(1)</sup>**

Le résultat d'analyse doit être enregistré sous forme corrigée ou non au titre de la récupération. Le mode d'enregistrement et le taux de récupération doivent être indiqués. Le résultat d'analyse corrigé au titre de la récupération est utilisé pour vérifier la conformité.

Le résultat d'analyse doit être consigné sous la forme  $\times \pm U$ , où  $\times$  représente le résultat d'analyse et U l'incertitude de mesure élargie.

U est l'incertitude de mesure élargie, utilisant un coefficient d'élargissement 2 qui donne un niveau de confiance d'environ 95 %.

Les présentes règles d'interprétation du résultat d'analyse en vue de l'acceptation ou du rejet du lot sont applicables au résultat de l'analyse de l'échantillon destiné au contrôle officiel. En cas d'analyse à des fins de défense ou d'arbitrage, les règles nationales s'appliquent.

**D.5. Normes de qualité applicables aux laboratoires**

Le laboratoire doit respecter les dispositions de l'article 12 du règlement (CE) n° 882/2004.

---

<sup>(1)</sup> De plus amples renseignements sur les procédures relatives à l'estimation de l'incertitude de mesure et à l'évaluation du taux de récupération sont disponibles dans le rapport intitulé «Report on the relationship between analytical results, measurement uncertainty, recovery factors and the provisions of EU food and feed legislation» («rapport sur la relation entre les résultats d'analyse, l'incertitude de mesure, les facteurs de récupération et les dispositions de la législation communautaire relative aux denrées alimentaires et aux aliments pour animaux») – [http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling\\_analysis\\_2004\\_en.pdf](http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling_analysis_2004_en.pdf)