

DIRECTIVE 2005/38/CE DE LA COMMISSION**du 6 juin 2005****portant fixation des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs des denrées alimentaires en toxines de *Fusarium*****(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 l'alimentation humaine ⁽¹⁾, et notamment son article 1^{er}, paragraphe 1,

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⁾ établit les limites maximales applicables à certaines toxines de *Fusarium* dans certaines denrées alimentaires.
- (2) La directive 89/397/CEE du Conseil du 14 juin 1989 relative au contrôle officiel des denrées alimentaires ⁽³⁾ établit les principes généraux relatifs à l'exercice du contrôle des denrées alimentaires. La directive 93/99/CEE du Conseil du 29 octobre 1993 relative à des mesures additionnelles concernant le contrôle officiel des denrées alimentaires ⁽⁴⁾ introduit un système de normes de qualité pour les laboratoires chargés par les États membres du contrôle officiel des denrées alimentaires.
- (3) Le prélèvement d'échantillons joue un rôle très important dans la fidélité de la détermination des teneurs en toxines de *Fusarium*, dont la répartition dans les lots est très hétérogène.

⁽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° 856/2005 (page 3 de ce Journal officiel).

⁽³⁾ JO L 186 du 30.6.1989, p. 23.

⁽⁴⁾ JO L 290 du 24.11.1993, p. 14. Directive modifiée par le règlement (CE) n° 1882/2003.

(4) Il est nécessaire de fixer des critères généraux auxquels les méthodes d'analyse devraient satisfaire, de façon à garantir que les laboratoires de contrôle utilisent des méthodes d'analyse présentant des niveaux de performance comparables.

(5) 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 font en sorte que les prélèvements d'échantillons en vue du contrôle officiel des teneurs des denrées alimentaires en toxines de *Fusarium* (désoxynivalénol, zéaralénone, fumonisines B₁ et B₂ et toxines T-2 et HT-2) soient effectués conformément aux méthodes décrites à l'annexe I.

Article 2

Les États membres font en sorte que la préparation des échantillons et les méthodes d'analyse utilisées pour le contrôle officiel des teneurs des denrées alimentaires en toxines de *Fusarium* (désoxynivalénol, zéaralénone, fumonisines B₁ et B₂ et toxines T-2 et HT-2) soient conformes aux critères décrits à l'annexe II.

Article 3

1. Les États membres mettent en vigueur les dispositions législatives, réglementaires et administratives nécessaires pour se conformer à la présente directive au plus tard le 1^{er} juillet 2006. 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.

2. Les États membres communiquent à la Commission le texte des dispositions essentielles de droit interne qu'ils adoptent dans le domaine visé par la présente directive.

Article 4

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

Article 5

Les États membres sont destinataires de la présente directive.

Fait à Bruxelles, le 6 juin 2005.

Par la Commission
Markos KYPRIANOU
Membre de la Commission

ANNEXE I

MODES DE PRÉLÈVEMENT DES ÉCHANTILLONS POUR LE CONTRÔLE OFFICIEL DES TENEURS DE CERTAINES DENRÉES ALIMENTAIRES EN TOXINES DE FUSARIUM**1. Objet et champ d'application**

Les échantillons destinés aux contrôles officiels des teneurs des denrées alimentaires en toxines de *Fusarium* sont prélevés conformément aux méthodes décrites dans la présente annexe. Les échantillons globaux ainsi obtenus sont considérés comme étant représentatifs des lots. Le respect des limites maximales fixées à l'annexe I du règlement (CE) n° 466/2001 de la Commission est établi sur la base des teneurs décelées dans les échantillons de laboratoire.

2. Définitions

Aux fins de la présente annexe, on entend par:

- 2.1. **lot**: une 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;
- 2.2. **sous-lot**: la 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;
- 2.3. **échantillon élémentaire**: une quantité de matière prélevée en un seul point du lot ou du sous-lot;
- 2.4. **échantillon global**: l'agrégation de tous les échantillons élémentaires prélevés sur le lot ou le sous-lot.

3. Dispositions générales3.1. *Personnel*

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

3.2. *Produit à échantillonner*

Chaque lot à analyser fait l'objet d'un échantillonnage séparé. Conformément au point 4.3, les grands lots doivent être subdivisés en sous-lots, à échantillonner séparément.

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 toxines de *Fusarium* ou nuire au travail d'analyse ou à 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. Tout écart par rapport à cette règle doit être signalé dans le procès-verbal.

3.5. *Préparation de l'échantillon global*

L'échantillon global est obtenu par l'assemblage des échantillons élémentaires.

3.6. *Échantillons identiques*

Les échantillons identiques destinés à des mesures exécutoires, au commerce (défense) et à des fins de référence (arbitrage) sont prélevés sur l'échantillon global homogénéisé, pour autant que cette procédure n'aille pas à l'encontre de la législation des États membres.

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 lors 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 dans l'État membre.

Pour chaque prélèvement, il convient d'établir un procès-verbal d'échantillonnage permettant d'identifier sans ambiguïté le lot échantillonné et mentionnant la date et le lieu d'échantillonnage, ainsi que toute information supplémentaire pouvant être utile à l'analyste.

4. Dispositions spécifiques

4.1. Différents types de lots

Les denrées alimentaires peuvent être commercialisées en vrac, dans des conteneurs ou dans des emballages individuels tels que des sacs et des emballages de détail. Le mode d'échantillonnage peut être appliqué aux différentes formes sous lesquelles les produits sont mis sur le marché.

Sans préjudice des dispositions spécifiques énoncées aux points 4.3, 4.4 et 4.5, la formule suivante peut être utilisée comme guide pour l'échantillonnage des lots commercialisés dans des emballages individuels tels que des sacs et des emballages de détail.

$$\text{Fréquence d'échantillonnage } n = \frac{\text{Poids du lot} \times \text{poids de l'échantillon élémentaire}}{\text{Poids de l'échantillon global} \times \text{poids d'un emballage individuel}}$$

— poids: à exprimer en kg,

— fréquence d'échantillonnage: chaque prélèvement est réalisé tous les tantièmes sacs (les chiffres décimaux sont arrondis au nombre entier le plus proche).

4.2. Poids de l'échantillon élémentaire

Le poids de l'échantillon élémentaire doit être d'environ 100 grammes, à moins qu'il ne soit défini autrement dans la présente annexe. Dans le cas de lots présentés dans des emballages de détail, le poids de l'échantillon élémentaire dépend du poids de l'emballage de détail.

4.3. Résumé général du mode d'échantillonnage pour les céréales et les produits céréaliers

Tableau 1

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

Produit	Poids du lot (en tonnes)	Poids des sous-lots ou nombre de sous-lots	Nombre d'échantillons élémentaires	Poids de l'échantillon global (en kg)
Céréales et produits céréaliers	≥ 1 500	500 tonnes	100	10
	> 300 et < 1 500	3 sous-lots	100	10
	≥ 50 et ≤ 300	100 tonnes	100	10
	< 50	—	3-100 (*)	1-10

(*) Selon le poids du lot — voir tableau 2.

4.4. Mode de prélèvement des échantillons de céréales et de produits céréaliers (lots ≥ 50 tonnes)

— À condition que les sous-lots puissent être séparés physiquement, chaque lot doit être subdivisé en sous-lots conformément au tableau 1. Étant donné que le poids d'un lot 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 %.

— Chaque sous-lot doit faire l'objet d'un échantillonnage séparé.

— Nombre d'échantillons élémentaires: 100. Poids de l'échantillon global = 10 kg.

— S'il n'est pas possible d'appliquer le mode de prélèvement décrit sous ce point en raison des pertes commerciales qu'entraînerait un endommagement du lot (par exemple, à cause des formes d'emballage ou des moyens de transport), un autre mode de prélèvement peut être appliqué, à condition qu'il soit aussi représentatif que possible et qu'il soit décrit en détail et bien documenté.

4.5. Mode de prélèvement des échantillons de céréales et de produits céréaliers (lots < 50 tonnes)

Pour des lots de céréales et de produits céréaliers inférieurs à 50 tonnes, le plan d'échantillonnage doit être utilisé en prélevant un nombre d'échantillons élémentaires compris entre 10 et 100, suivant le poids du lot, formant un échantillon global de 1 à 10 kg. Pour les très petits lots ($\leq 0,5$ tonne), un nombre inférieur d'échantillons élémentaires peut être prélevé mais, dans ce cas également, l'échantillon global réunissant tous les échantillons élémentaires doit peser au moins 1 kg.

Les chiffres du tableau 2 peuvent être utilisés pour déterminer le nombre d'échantillons élémentaires à prélever.

Tableau 2

Nombre d'échantillons élémentaires à prélever en fonction du poids du lot de céréales et de produits céréaliers

Poids du lot (en tonnes)	Nombre d'échantillons élémentaires
$\leq 0,05$	3
$> 0,05 - \leq 0,5$	5
$> 0,5 - \leq 1$	10
$> 1 - \leq 3$	20
$> 3 - \leq 10$	40
$> 10 - \leq 20$	60
$> 20 - \leq 50$	100

4.6. Mode de prélèvement des échantillons de denrées alimentaires destinées aux nourrissons et aux enfants en bas âge

— Le mode de prélèvement des échantillons pour les céréales et les produits céréaliers décrit au point 4.5 s'applique aux denrées alimentaires destinées aux nourrissons et aux enfants en bas âge. En conséquence, le nombre d'échantillons élémentaires à prélever dépend du poids du lot et est compris entre 10 et 100, conformément au tableau 2 du point 4.5. Pour les très petits lots ($\leq 0,5$ tonne), un nombre inférieur d'échantillons élémentaires peut être prélevé mais, dans ce cas également, l'échantillon global réunissant tous les échantillons élémentaires doit peser au moins 1 kg.

— Le poids de l'échantillon élémentaire doit être d'environ 100 grammes. Dans le cas de lots présentés dans des emballages de détail, le poids de l'échantillon élémentaire dépend du poids de l'emballage de détail et, dans le cas de très petits lots ($\leq 0,5$ tonne), les échantillons élémentaires doivent avoir un poids tel que leur assemblage donne un échantillon global pesant au moins 1 kg.

— Le poids de l'échantillon global, suffisamment mélangé, est de 1 à 10 kg.

4.7. Échantillonnage au stade du commerce de détail

Le prélèvement d'échantillons de denrées alimentaires au stade du commerce de détail doit être effectué, dans la mesure du possible, conformément aux dispositions mentionnées aux points 4.4 et 4.5. En cas d'impossibilité, d'autres modes de prélèvement efficaces au stade du commerce de détail peuvent être utilisés, à condition qu'ils garantissent une représentativité suffisante du lot échantillonné.

5. Acceptation d'un lot ou d'un sous-lot

— Acceptation si le lot global ne dépasse pas la teneur maximale, compte tenu de l'incertitude de mesure et de la correction au titre de la récupération.

— Rejet si le lot global dépasse quasi certainement la teneur maximale, compte tenu de l'incertitude de mesure et de la correction au titre de la récupération.

ANNEXE II

PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS ET CRITÈRES APPLICABLES AUX MÉTHODES D'ANALYSE POUR LE CONTRÔLE OFFICIEL DES TENEURS DE CERTAINES DENRÉES ALIMENTAIRES EN TOXINES DE FUSARIUM**1. Précautions**

Les toxines de *Fusarium* étant distribuées de façon 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.

2. Traitement de l'échantillon reçu dans le laboratoire

Chaque échantillon de laboratoire doit être finement broyé et soigneusement mélangé selon une méthode éprouvée garantissant une homogénéisation complète.

Si la teneur maximale s'applique à la matière sèche, la teneur du produit en matière sèche est déterminée sur une partie de l'échantillon homogénéisé à l'aide d'une méthode dont la précision en la matière est démontrée.

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

Les échantillons d'analyse destinés à des mesures exécutoires, au commerce (défense) ou à des fins d'arbitrage sont prélevés sur le produit homogénéisé, pour autant que cette procédure n'aille pas à l'encontre de la législation des États membres en matière d'échantillonnage.

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 courantes que les laboratoires seront tenus d'utiliser sont indiquées ci-après.

Les paramètres de fidélité les plus couramment 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 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 $2,8 \times s_r$

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

4.2. 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 de la directive 85/591/CEE.

4.3. Exigences spécifiques

4.3.1. Critères de performance

Pour autant que la législation communautaire n'impose aucune méthode spécifique pour la détermination des teneurs des denrées alimentaires en toxines de *Fusarium*, les laboratoires sont libres d'appliquer la méthode de leur choix, à condition qu'elle respecte les critères suivants:

a) Caractéristiques de performance pour le désoxynivalénol

Teneur µg/kg	Désoxynivalénol		
	RSD _T (%)	RSD _R (%)	Récupération (%)
> 100-≤ 500	≤ 20	≤ 40	60 à 110
> 500	≤ 20	≤ 40	70 à 120

b) Caractéristiques de performance pour la zéaralénone

Teneur µg/kg	Zéaralénone		
	RSD _T (%)	RSD _R (%)	Récupération (%)
≤ 50	≤ 40	≤ 50	60 à 120
> 50	≤ 25	≤ 40	70 à 120

c) Caractéristiques de performance pour les fumonisines B₁ et B₂

Teneur µg/kg	Fumonisine B ₁ ou B ₂		
	RSD _T (%)	RSD _R (%)	Récupération (%)
≤ 500	≤ 30	≤ 60	60 à 120
> 500	≤ 20	≤ 30	70 à 110

d) Caractéristiques de performance pour les toxines T-2 et HT-2

Teneur µg/kg	Toxine T-2		
	RSD _T (%)	RSD _R (%)	Récupération (%)
50-250	≤ 40	≤ 60	60 à 130
> 250	≤ 30	≤ 50	60 à 130

Teneur µg/kg	Toxine HT-2		
	RSD _T (%)	RSD _R (%)	Récupération (%)
100-200	≤ 40	≤ 60	60 à 130
> 200	≤ 30	≤ 50	60 à 130

Les limites de détection des méthodes utilisées ne sont pas indiquées, les valeurs relatives à la fidélité étant données pour les concentrations présentant un intérêt.

Les valeurs relatives à la fidélité sont calculées à partir de l'équation d'Horwitz:

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

où:

RSD_R représente 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 (c'est-à-dire 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1 000 mg/kg).

Il s'agit là d'une équation générale relative à la fidélité, qui a été jugée indépendante de l'analyte et de la matrice et dépendante uniquement de la concentration pour la plupart des méthodes d'analyse de routine.

4.3.2. Approche de l'adaptation à l'usage prévu

Lorsqu'il existe un nombre limité de méthodes d'analyse entièrement validées, on peut adopter plutôt une approche fondée sur l'adaptation à l'usage prévu, qui définit un seul paramètre, la fonction d'adaptation à l'usage prévu, pour évaluer l'acceptabilité des méthodes d'analyse. Cette fonction est une fonction d'incertitude, qui précise les niveaux maximaux d'incertitude en deçà desquels l'adaptation à l'usage prévu est considérée comme assurée.

Étant donné le nombre limité de méthodes d'analyses entièrement validées par essai collectif, surtout pour la détermination des teneurs en toxines T-2 et HT-2, l'approche de la fonction d'incertitude, qui précise l'incertitude maximale acceptable, peut également être utilisée pour évaluer l'adaptation à l'usage prévu de la méthode d'analyse à utiliser par le laboratoire. Celui-ci peut appliquer une méthode qui produit des résultats comportant une incertitude normalisée maximale. L'incertitude normalisée maximale peut être calculée au moyen de la formule suivante:

$$Uf = \sqrt{(LOD/2)^2 + (\alpha \times C)^2}$$

où:

- Uf est l'incertitude normalisée maximale ($\mu\text{g}/\text{kg}$),
- LOD est la limite de détection de la méthode ($\mu\text{g}/\text{kg}$),
- α est un facteur numérique constant dépendant de la valeur de C. Les valeurs à utiliser sont indiquées dans le tableau 3,
- C est la concentration présentant un intérêt ($\mu\text{g}/\text{kg}$).

Si la méthode d'analyse aboutit à des résultats présentant des mesures d'incertitude inférieures à l'incertitude normalisée maximale, la méthode est réputée aussi valable qu'une méthode satisfaisant aux caractéristiques de performance énoncées au point 4.3.1.

Tableau 3

Valeurs numériques correspondant à la constante α dans la formule énoncée sous ce point, en fonction de la concentration présentant un intérêt

C ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	α
≤ 50	0,2
51-500	0,18
501-1 000	0,15
1 001-10 000	0,12
$> 10 000$	0,1

4.4. *Calcul du taux de récupération et enregistrement des résultats*

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 rapportés. Le résultat d'analyse corrigé au titre de la récupération doit être utilisé pour vérifier le respect de la teneur maximale (voir annexe I, point 5).

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

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

4.5. *Normes de qualité applicables aux laboratoires*

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