

**DIRECTIVE 2003/78/CE DE LA COMMISSION****du 11 août 2003****portant fixation des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en patuline 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 l'alimentation humaine <sup>(1)</sup>, et notamment son article 1<sup>er</sup>,

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 <sup>(2)</sup>, modifié en dernier lieu par le règlement (CE) n° 1425/2003 <sup>(3)</sup>, établit les limites maximales applicables à la patuline dans certaines denrées alimentaires.
- (2) La directive 93/99/CEE du Conseil du 29 octobre 1993 relative à des mesures additionnelles concernant le contrôle officiel des denrées alimentaires <sup>(4)</sup> introduit un système de normes de qualité pour les laboratoires chargés par les États membres du contrôle officiel des denrées alimentaires. 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.
- (3) Il est aussi d'une importance majeure que les résultats d'analyses soient consignés et interprétés de manière uniforme pour garantir une approche harmonisée au stade des mesures exécutoires dans l'ensemble de l'Union européenne. 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 défense ou d'arbitrage, les règles nationales sont applicables.
- (4) Les dispositions concernant le mode de prélèvement des échantillons et les méthodes d'analyse sont établies sur la base des connaissances actuelles et pourront être adaptées pour prendre en compte l'évolution des connaissances scientifiques et techniques.
- (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 prennent toutes les mesures utiles pour que les prélèvements des échantillons destinés au contrôle officiel des teneurs maximales en patuline des denrées alimentaires soient effectués conformément aux modes décrits à l'annexe I de la présente directive.

*Article 2*

Les États membres prennent toutes les mesures utiles pour que la préparation de l'échantillon et la méthode d'analyse utilisée pour le contrôle officiel des teneurs maximales en patuline dans certaines denrées alimentaires satisfassent aux critères décrits à l'annexe II de la présente directive.

*Article 3*

1. Les États membres mettent en vigueur, le 1<sup>er</sup> septembre 2004 au plus tard, les dispositions législatives, réglementaires et administratives nécessaires pour se conformer aux dispositions de la présente directive. Ils en informent immédiatement la Commission.

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 régi 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 11 août 2003.

*Par la Commission*

David BYRNE

*Membre de la Commission*

<sup>(1)</sup> JO L 372 du 31.12.1985, p. 50.

<sup>(2)</sup> JO L 77 du 16.3.2001, p. 1.

<sup>(3)</sup> Voir page 1 du présent Journal officiel.

<sup>(4)</sup> JO L 290 du 24.11.1993, p. 14.

## ANNEXE I

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

Les échantillons destinés aux contrôles officiels de la teneur en patuline sur et dans les denrées alimentaires sont prélevés conformément aux modalités indiquées ci-après. Les échantillons globaux ainsi obtenus sont considérés comme étant représentatifs des lots. Le respect des teneurs maximales fixées dans le règlement (CE) n° 466/2001 de la Commission est établi sur la base des teneurs décelées 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.
- Sous-lot:** partie désignée d'un grand lot, afin d'appliquer le mode de prélèvement à cette partie désignée. Chaque sous-lot doit être physiquement séparé et identifiable.
- 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.

**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 patuline ou affecter les analyses ou la représentativité de l'échantillon global.

**3.4. Échantillons élémentaires**

Dans la mesure du possible, prélever ceux-ci en divers points du lot ou sous-lot. 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 en assemblant les échantillons élémentaires. Il doit peser au moins 1 kilogramme (kg), à moins que ce ne soit pas possible, par exemple lorsqu'un seul emballage a été prélevé.

**3.6. Échantillons identiques**

Des échantillons identiques destinés à des mesures exécutoires, au commerce (moyen de défense) ou à des fins d'arbitrage sont prélevés sur l'échantillon global homogénéisé, à moins que cela ne soit 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 les prescriptions en vigueur dans l'État membre.

Pour chaque prélèvement, un procès-verbal d'échantillonnage doit être établi, permettant d'identifier sans ambiguïté le lot échantillonné et indiquant 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.

Nombre d'échantillons élémentaires

L'échantillon global doit peser au moins 1 kg (voir point 3.5), sauf lorsque c'est impossible, par exemple en cas d'échantillonnage d'un seul emballage.

Le nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever du lot est indiqué dans le tableau 1. S'il s'agit de produits apparaissant sous une forme liquide, le lot est soigneusement mélangé, autant que faire se peut, soit par un procédé manuel, soit par un procédé technique, juste avant l'échantillonnage. Dans ce cas, on peut supposer une distribution homogène du contaminant considéré à l'intérieur d'un lot donné. Il suffit dès lors de prélever trois échantillons élémentaires par lot, qui constituent l'échantillon global.

Les échantillons élémentaires doivent avoir un poids semblable. Chaque échantillon élémentaire doit peser au moins 100 grammes, afin de constituer un échantillon global d'au moins 1 kg. Toute dérogation à cette règle est à signaler dans le procès-verbal prévu au point 3.8.

Tableau 1

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

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

Si le lot se présente en 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 compris dans le 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, 10 emballages ou unités au maximum

## 5. Conformité du lot ou sous-lot aux spécifications

Le laboratoire de contrôle procède à une double analyse de l'échantillon de laboratoire si le résultat de la première analyse est de moins de 20 % inférieur ou supérieur à la teneur maximale, et il calcule la moyenne des résultats.

Le lot est accepté si le résultat de la première analyse est de plus de 20 % inférieur à la teneur maximale ou, lorsqu'une double analyse s'impose, si la moyenne n'excède pas la teneur maximale applicable telle que fixée dans le règlement (CE) n° 466/2001 compte tenu de l'incertitude de mesure et de la correction au titre de la récupération.

Le lot est considéré comme ne respectant pas la teneur maximale fixée dans le règlement (CE) n° 466/2001 si la moyenne, corrigée au titre de la récupération, dépasse quasi certainement la teneur maximale, compte tenu de l'incertitude de mesure.

## ANNEXE II

**PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS ET CRITÈRES GÉNÉRAUX AUXQUELS DOIVENT SATISFAIRE LES MÉTHODES D'ANALYSE POUR LE CONTRÔLE OFFICIEL DES TENEURS EN PATULINE DE CERTAINES DENRÉES ALIMENTAIRES****1. Précautions**

La patuline pouvant être distribuée de façon hétérogène dans certaines denrées alimentaires, 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 par le laboratoire**

L'échantillon global complet est broyé finement, le cas échéant, et soigneusement mélangé selon une méthode garantissant une homogénéisation complète.

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

Les échantillons d'analyse destinés à des mesures exécutoires, au commerce (moyen de défense) ou à des fins d'arbitrage sont prélevés sur les échantillons de laboratoire homogénéisés à condition que cette procédure soit conforme aux dispositions légales 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.

Les paramètres de fidélité les plus communément cités sont la répétabilité et la reproductibilité.

$r$  = répétabilité: valeur en dessous de laquelle on peut s'attendre à ce que la différence absolue entre les résultats de deux tests 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  $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$ , où  $\bar{x}$  représente la moyenne des résultats pour tous les laboratoires et échantillons.

$R$  = reproductibilité: valeur en dessous de laquelle on peut s'attendre à ce que la différence absolue entre les résultats de tests individuels, obtenus dans des conditions de reproductibilité (c'est-à-dire pour un produit identique, obtenu par les opérateurs dans différents laboratoires utilisant la méthode de test normalisée), se situe dans une certaine limite de probabilité (en principe 95 %);  $R = 2,8 \times s_R$ .

$s_R$  = 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 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 (<sup>(1)</sup>).

**4.3. Exigences spécifiques**

Pour autant qu'aucune méthode spécifique ne soit prescrite au niveau communautaire pour la détermination des teneurs en patuline dans les denrées alimentaires, les laboratoires sont libres d'appliquer la méthode de leur choix à condition qu'elle respecte les critères suivants:

(<sup>1</sup>) JO L 372 du 31.12.1985, p. 50.

## Caractéristiques de performance pour la patuline

Teneur µg/kg	Patuline		
	RSD <sub>r</sub> (en %)	RSD <sub>R</sub> (en %)	Récupération (en %)
< 20	≤ 30	≤ 40	50 à 120
20-50	≤ 20	≤ 30	70 à 105
> 50	≤ 15	≤ 25	75 à 105

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

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

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

Dans laquelle:

- RSD<sub>R</sub> 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'analyse et de la matrice et dépendante uniquement de la concentration pour la plupart des méthodes d'analyse de routine.

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

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

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 du Conseil du 29 octobre 1993 relative à des mesures additionnelles concernant le contrôle officiel des denrées alimentaires.