

RÈGLEMENT (UE) 2015/705 DE LA COMMISSION**du 30 avril 2015****portant fixation des modes de prélèvement d'échantillons et des critères de performance des méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en acide érucique dans les denrées alimentaires et abrogeant la directive 80/891/CEE de la Commission****(Texte présentant de l'intérêt pour l'EEE)**

LA COMMISSION EUROPÉENNE,

vu le traité sur le fonctionnement de l'Union 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 ⁽²⁾ fixe des teneurs maximales en acide érucique dans les huiles et graisses destinées telles quelles à l'alimentation humaine, les denrées alimentaires additionnées d'huiles ou de graisses végétales et les préparations pour nourrissons et préparations de suite.
- (2) La directive 80/891/CEE de la Commission ⁽³⁾ établit la méthode d'analyse de détermination de la teneur en acide érucique dans les huiles et graisses destinées telles quelles à l'alimentation humaine ainsi que dans les denrées alimentaires additionnées d'huiles ou de graisses. Cette méthode d'analyse est obsolète et doit être remplacée.
- (3) Il y a lieu d'établir non pas une méthode d'analyse spécifique, mais des critères de performance auxquels doit répondre la méthode d'analyse utilisée pour le contrôle officiel. En outre, il convient de formuler des règles concernant le mode de prélèvement d'échantillons.
- (4) Les mesures prévues au présent règlement sont conformes à l'avis du comité permanent des végétaux, des animaux, des denrées alimentaires et des aliments pour animaux,

A ADOPTÉ LE PRÉSENT RÈGLEMENT:

Article premier

1. Le prélèvement d'échantillons et l'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en acide érucique fixées à la section 8 de l'annexe au règlement (CE) n° 1881/2006 sont réalisés conformément à l'annexe au présent règlement.
2. Le paragraphe 1 s'applique sans préjudice des dispositions du règlement (CE) n° 882/2004.

Article 2

La directive 80/891/CEE est abrogée.

Les références faites à la directive abrogée s'entendent comme faites au présent règlement.

⁽¹⁾ JO L 165 du 30.4.2004, p. 1.

⁽²⁾ Règlement (CE) n° 1881/2006 de la Commission du 19 décembre 2006 portant fixation de teneurs maximales pour certains contaminants dans les denrées alimentaires (JO L 364 du 20.12.2006, p. 5).

⁽³⁾ Directive 80/891/CEE de la Commission du 25 juillet 1980 relative à la méthode d'analyse communautaire de détermination de la teneur en acide érucique dans les huiles et graisses destinées telles quelles à l'alimentation humaine ainsi que dans les denrées alimentaires additionnées d'huiles ou de graisses (JO L 254 du 27.9.1980, p. 35).

Article 3

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

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

Fait à Bruxelles, le 30 avril 2015.

Par la Commission
Le président
Jean-Claude JUNCKER

ANNEXE

PARTIE A: DÉFINITIONS

Aux fins de la présente annexe, on entend par:

- «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);
- «sous-lot»: la partie d'un lot de grande taille désignée pour y appliquer le mode de prélèvement. Chaque sous-lot doit être physiquement séparé et identifiable;
- «échantillon élémentaire»: une quantité de matière prélevée en un seul point du lot ou du sous-lot;
- «échantillon global»: l'agrégation de tous les échantillons élémentaires prélevés sur le lot ou le sous-lot; les échantillons globaux sont considérés comme représentatifs des lots ou des sous-lots sur lesquels ils sont prélevés;
- «échantillon de laboratoire»: un échantillon destiné au laboratoire.

PARTIE B: MODES DE PRÉLÈVEMENT D'ÉCHANTILLONS

B.1. GÉNÉRALITÉS**B.1.1. Personnel**

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

B.1.2. Produit à échantillonner

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

B.1.3. Précautions à prendre

Au cours de l'échantillonnage, des précautions sont prises afin d'éviter toute altération pouvant modifier les teneurs en acide érucique, de perturber les analyses ou de compromettre la représentativité des échantillons globaux.

B.1.4. 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 B.1.8 de la présente annexe.

B.1.5. Préparation de l'échantillon global

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

B.1.6. Échantillons destinés à des fins de contrôle, de recours et d'arbitrage

Les échantillons destinés à des fins de contrôle, de recours et d'arbitrage sont prélevés sur l'échantillon global homogénéisé, à moins que cette procédure ne soit contraire à la législation des États membres concernant le droit des exploitants du secteur alimentaire.

B.1.7. 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 d'analyte par adsorption sur la paroi interne du récipient et tout dommage pouvant résulter du transport. Toutes les précautions nécessaires sont prises pour éviter une altération de l'échantillon lors du transport ou du stockage.

B.1.8. 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 et permet d'identifier sans ambiguïté le lot ou le sous-lot échantillonné. Le procès-verbal donne les informations suivantes:

- i) la référence au numéro du lot échantillonné;
- ii) la date et le lieu du prélèvement;
- iii) toute information supplémentaire pouvant être utile à l'analyste.

B.2. PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE

B.2.1. Division des lots en sous-lots

Les lots de grande taille sont subdivisés en sous-lots, sous réserve que les sous-lots puissent être séparés physiquement. Le poids ou le nombre des sous-lots de produits commercialisés en vrac est indiqué dans le tableau 1. Le poids ou le nombre des sous-lots des autres produits est indiqué dans le tableau 2. 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 indiqué dans les tableaux 1 et 2 peut être dépassé jusqu'à concurrence de 20 %.

B.2.2. Nombre, poids et volume des échantillons élémentaires

L'échantillon global doit être d'au moins 1 kilogramme ou 1 litre, sauf si cela est impossible, par exemple quand l'échantillon est composé d'un seul emballage ou d'une seule unité.

Le nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever sur le lot ou le sous-lot est indiqué dans le tableau 3.

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, on peut supposer une distribution homogène des contaminants à l'intérieur d'un lot ou d'un sous-lot donné. Il suffit dès lors de prélever trois échantillons élémentaires par lot ou par sous-lot pour constituer l'échantillon global.

Tous les échantillons élémentaires ont un poids ou un volume semblable. Chaque échantillon élémentaire a un poids d'au moins 100 grammes ou un volume d'au moins 100 millilitres, formant un échantillon global d'au moins 1 kilogramme ou 1 litre. Toute dérogation à cette méthode est signalée dans le procès-verbal prévu au point B.1.8 de la présente annexe.

Tableau 1

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

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

Tableau 2

Subdivision en sous-lots des lots d'autres produits

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

Tableau 3

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

Poids ou volume du lot/sous-lot (en kilos ou en litres)	Nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever
< 50	3
≥ 50 et ≤ 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'emballages ou d'unités (échantillons élémentaires) à prélever pour former l'échantillon global si le lot ou sous-lot se compose d'emballages ou d'unités distincts

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

Quand l'application du mode d'échantillonnage décrit au chapitre B.2 a des retombées commerciales inacceptables (par exemple à cause des formes d'emballage ou d'une détérioration du lot) ou est impossible dans la pratique, un autre mode de prélèvement peut être appliqué, à condition que le prélèvement soit aussi représentatif que possible du lot ou du sous-lot échantillonné et qu'il soit bien documenté dans le procès-verbal prévu au point B.1.8.

B.3. ÉCHANTILLONNAGE AU STADE DU COMMERCE DE DÉTAIL

Le prélèvement d'échantillons de denrées alimentaires au stade du commerce de détail est effectué, dans la mesure du possible, conformément aux dispositions en la matière figurant au point B.2.2.

Quand l'application du mode d'échantillonnage décrit au chapitre B.2.2 a des retombées commerciales inacceptables (par exemple à cause des formes d'emballage ou d'une détérioration du lot) ou est impossible dans la pratique, un autre mode de prélèvement peut être appliqué, à condition que le prélèvement soit aussi représentatif que possible du lot ou du sous-lot échantillonné et qu'il soit bien documenté dans le procès-verbal prévu au point B.1.8.

PARTIE C: PRÉPARATION ET ANALYSE DES ÉCHANTILLONS**C.1. NORMES DE QUALITÉ APPLICABLES AUX LABORATOIRES**

Les laboratoires doivent satisfaire aux dispositions de l'article 12 du règlement (CE) n° 882/2004.

Les laboratoires participent à des programmes de contrôle de l'aptitude conformes à l'«International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of [Chemical] Analytical Laboratories» ⁽¹⁾ élaboré sous l'égide de l'IUPAC/ISO/AOAC.

Les laboratoires doivent pouvoir démontrer qu'ils appliquent des procédures de contrôle interne de la qualité, comme celles des «ISO/AOAC/IUPAC Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories» ⁽²⁾.

⁽¹⁾ «The international harmonized protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories», M. Thompson, S.L.R. Ellison & R. Wood, *Pure Appl. Chem.*, 2006, vol. 78, p. 145-196.

⁽²⁾ Éditées par M. Thompson & R. Wood, *Pure Appl. Chem.*, 1995, vol. 67, p. 649-666.

Dans la mesure du possible, l'exactitude de l'analyse doit être estimée en incluant dans l'analyse des matériaux de référence certifiés et adaptés.

C.2. PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON

C.2.1. Précautions et généralités

Il s'agit essentiellement d'obtenir un échantillon de laboratoire représentatif et homogène sans y introduire de contamination secondaire.

La totalité de l'échantillon reçu par le laboratoire doit être utilisée pour la préparation de l'échantillon de laboratoire.

Le respect des teneurs maximales fixées dans le règlement (CE) n° 1881/2006 est établi sur la base des teneurs déterminées dans les échantillons de laboratoire.

C.2.2. Traitement de l'échantillon reçu au laboratoire

L'échantillon global complet est finement broyé (si nécessaire) et soigneusement mélangé selon une méthode éprouvée garantissant une homogénéisation complète.

C.3. CRITÈRES DE PERFORMANCE DES MÉTHODES D'ANALYSE

C.3.1. Définitions

Les définitions suivantes s'appliquent:

« r » = répétabilité: 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 répétabilité (c'est-à-dire même échantillon, même opérateur, même appareillage, même laboratoire et court intervalle de temps), se situe dans une limite donnée de probabilité (en principe 95 %); d'où $r = 2,8 \times s_r$.

« s_r » = écart-type calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de répétabilité.

« RSD_r » = écart-type relatif, calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de répétabilité $[(s_r/\bar{x}) \times 100]$.

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

« s_R » = écart-type calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de reproductibilité.

« RSD_R » = écart-type relatif, calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de reproductibilité $[(s_R/\bar{x}) \times 100]$.

« LOD » = limite de détection: la teneur (en analyte) la plus basse mesurée, à partir de laquelle il est possible de déduire la présence de l'analyte avec une certitude statistique raisonnable. La limite de détection est numériquement égale à trois fois l'écart-type de la moyenne des essais à blanc ($n > 20$).

« LOQ » = limite de quantification: la teneur la plus basse en analyte mesurable avec une certitude statistique raisonnable. Si l'exactitude et la précision sont toutes deux constantes à une concentration oscillant autour de la limite de détection, la limite de quantification est numériquement égale à six ou à dix fois l'écart-type de la moyenne des essais à blanc ($n > 20$).

« u » = incertitude-type composée obtenue en utilisant les incertitudes-types individuelles associées aux grandeurs d'entrée dans un modèle de mesure ⁽¹⁾.

« U » = l'incertitude de mesure élargie, utilisant un coefficient d'élargissement 2 qui donne un niveau de confiance d'environ 95 % ($U = 2u$).

« U_f » = l'incertitude-type de mesure maximale.

⁽¹⁾ *Vocabulaire international de métrologie — Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM)*, JCGM 200:2008.

C.3.2. Exigences générales

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

C.3.3. Exigences spécifiques**C.3.3.1. Critères de performance**

Dans le cas où aucune méthode spécifique n'est prescrite au niveau européen pour la détermination des teneurs en contaminants dans les denrées alimentaires, les laboratoires sont libres d'appliquer aux matrices respectives la méthode d'analyse validée de leur choix pour autant qu'elle remplisse les critères de performance spécifiques indiqués dans le tableau 5.

Il est recommandé d'utiliser des méthodes pleinement validées (c'est-à-dire des méthodes validées par un essai collectif pour les matrices respectives) lorsqu'elles sont appropriées et disponibles. D'autres méthodes appropriées validées (par exemple des méthodes validées en interne pour les matrices respectives) peuvent aussi être utilisées pour autant qu'elles remplissent les critères de performance spécifiques indiqués dans le tableau 5.

De plus amples détails sont fournis dans les notes concernant les critères de performance énoncés au présent point.

Dans la mesure du possible, la validation de méthodes validées en interne inclut un matériau de référence certifié.

Tableau 5

Critères de performance des méthodes d'analyse applicables à l'acide érucique

Paramètre	Critère
Applicabilité	Denrées alimentaires figurant au règlement (CE) n° 1881/2006
Spécificité	Pas d'interférences matricielles ou spectrales
Répétabilité (RSD_r)	0,66 fois la RSD_R dérivée de l'équation d'Horwitz (modifiée)
Reproductibilité (RSD_R)	2 × la valeur dérivée de l'équation d'Horwitz (modifiée)
Récupération	95 à 105 %
LOD	≤ 1 g/kg
LOQ	≤ 5 g/kg

Notes concernant les critères de performance

L'équation d'Horwitz ⁽¹⁾ (applicable aux concentrations $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$) et l'équation d'Horwitz modifiée ⁽²⁾ (applicable aux concentrations $C < 1,2 \times 10^{-7}$) sont des équations générales relatives à la fidélité qui sont indépendantes de l'analyte et de la matrice et dépendantes uniquement de la concentration pour la plupart des méthodes d'analyse de routine.

Équation d'Horwitz modifiée applicable aux concentrations $C < 1,2 \times 10^{-7}$:

$$RSD_R = 22 \%$$

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 (c'est-à-dire 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1 000 mg/kg). L'équation d'Horwitz modifiée s'applique aux concentrations $C < 1,2 \times 10^{-7}$.

⁽¹⁾ W. Horwitz, L.R. Kamps, K.W. Boyer, *J. Assoc. Off. Analyt. Chem.*, 1980, 63, p. 1344.

⁽²⁾ M. Thompson, *Analyst*, 2000, 125, 385-386.

Équation d'Horwitz applicable aux concentrations $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$:

$$RSD_R = 2C^{(-0,15)}$$

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 (c'est-à-dire $1 = 100$ g/100 g, $0,001 = 1\ 000$ mg/kg). L'équation d'Horwitz s'applique aux concentrations $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$.

C.3.3.2. Adaptation à l'usage prévu

Pour les méthodes validées en interne, il est possible d'évaluer leur adéquation au contrôle officiel sous l'angle de leur adaptation à l'usage prévu ⁽¹⁾. Les méthodes convenant pour les contrôles officiels doivent produire des résultats présentant une incertitude-type composée (u) inférieure à l'incertitude-type maximale, calculée au moyen de la formule suivante:

$$U_f = \sqrt{(\text{LOD}/2)^2 + (\alpha C)^2}$$

dans laquelle:

- U_f est l'incertitude-type de mesure maximale ($\mu\text{g}/\text{kg}$),
- LOD est la limite de détection de la méthode ($\mu\text{g}/\text{kg}$); la LOD doit remplir les critères de performance énoncés au point C.3.3.1 pour la concentration présentant un intérêt,
- C est la concentration présentant un intérêt ($\mu\text{g}/\text{kg}$),
- α est un facteur numérique dépendant de la valeur de C . Les valeurs à utiliser sont données dans le tableau 6.

Tableau 6

Valeurs numériques correspondant à la constante α dans la formule énoncée au présent 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

PARTIE D: ENREGISTREMENT ET INTERPRÉTATION DES RÉSULTATS

D.1. ENREGISTREMENT

D.1.1. Expression des résultats

Les résultats doivent être exprimés dans les mêmes unités et avec le même nombre de chiffres significatifs que les teneurs maximales figurant au règlement (CE) n° 1881/2006.

⁽¹⁾ M. Thompson et R. Wood, *Accred. Qual. Assur.*, 2006, 10, p. 471-478.

D.1.2. **Calculs du taux de récupération**

Si la méthode d'analyse comporte une phase d'extraction, le résultat d'analyse est corrigé au titre de la récupération. Dans ce cas, le taux de récupération est mentionné.

Si la méthode d'analyse ne comporte aucune phase d'extraction, le résultat peut être enregistré non corrigé au titre de la récupération, s'il est établi, idéalement à l'aide d'un matériau de référence certifié, que la concentration certifiée tenant compte de l'incertitude de mesure est atteinte (autrement dit, grande précision de la mesure) et la méthode n'est dès lors pas biaisée. Il y a lieu de mentionner que le résultat est indiqué non corrigé au titre de la récupération.

D.1.3. **Incertitude de mesure**

Le résultat analytique doit être consigné en utilisant la formule $x \pm U$ dans laquelle x est le résultat d'analyse et U l'incertitude de mesure élargie et en employant un facteur d'élargissement de 2 qui donne un niveau de confiance d'environ 95 % ($U = 2u$).

L'analyste tient dûment compte du rapport sur la relation entre les résultats d'analyse, l'incertitude de mesure, les facteurs de récupération et les dispositions de la législation de l'UE relative aux denrées alimentaires et aux aliments pour animaux ⁽¹⁾.

D.2. **INTERPRÉTATION DES RÉSULTATS**

D.2.1. **Acceptation d'un lot ou d'un sous-lot**

Le lot ou sous-lot est accepté si le résultat d'analyse de l'échantillon de laboratoire ne dépasse pas la teneur maximale applicable fixée par le règlement (CE) n° 1881/2006, compte tenu de l'incertitude de mesure élargie et de la correction du résultat au titre de la récupération lorsque la méthode d'analyse utilisée comporte une phase d'extraction.

D.2.2. **Rejet d'un lot ou d'un sous-lot**

Le lot ou sous-lot est refusé si le résultat d'analyse de l'échantillon de laboratoire dépasse sans conteste la teneur maximale applicable fixée par le règlement (CE) n° 1881/2006, compte tenu de l'incertitude de mesure élargie et de la correction du résultat au titre de la récupération lorsque la méthode d'analyse utilisée comporte une phase d'extraction.

D.2.3. **Applicabilité**

Les règles d'interprétation définies aux points D.2.1 et D.2.2 s'appliquent aux résultats d'analyse des échantillons destinés à des fins de contrôle. En cas d'analyse à des fins de recours ou d'arbitrage, les règles nationales s'appliquent.

⁽¹⁾ http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/report-sampling_analysis_2004_en.pdf