

ANNEXE I : CRITERES MICROBIOLOGIQUES APPLICABLES AUX DENREES ALIMENTAIRES

- I. Critères de Sécurité des denrées alimentaires**
- II. Critères d'hygiène des procédés**

I- CRITERES DE SECURITE DES DENREES ALIMENTAIRES

N°	Catégorie de denrées alimentaires	Microorganismes, toxines, métabolites	Plans d'échantillonnage ⁽¹⁾		Limites ⁽²⁾		Méthode d'analyse de référence ⁽³⁾	Stade d'application du critère
			n	c	m	M		
1.1	Denrées alimentaires prêtes à être consommées pouvant favoriser le développement de <i>L. monocytogenes</i>	<i>Listeria monocytogenes</i>	5	0	100 ufc/g ⁽⁴⁾		EN/ISO 11290-2 ⁽⁵⁾	Produits mis sur le marché pendant leur durée de conservation
			5	0	Absence dans 25 g ⁽⁶⁾		EN/ISO 11290-1	Avant que la denrée alimentaire n'ait quitté le contrôle immédiat du fabricant
1.2	Denrées alimentaires prêtes à être consommées ne favorisant pas le développement de <i>L. monocytogenes</i> ⁽⁷⁾	<i>Listeria monocytogenes</i>	5	0	100 ufc/g		EN/ISO 11290-2 ⁽⁵⁾	Produits mis sur le marché pendant leur durée de conservation
1.3	Crustacés et mollusques cuits	<i>Salmonella</i>	5	0	Absence dans 25 g		EN/ISO 6579	Produits mis sur le marché pendant leur durée de conservation
1.4	Viande hachée et préparations de viande destinées à être consommées crues	<i>Salmonella</i>	5	0	Absence dans 25 g		EN/ISO 6579	Produits mis sur le marché pendant leur durée de conservation
1.5	Viande hachée et préparations de viande de volailles destinées à être consommées cuites	<i>Salmonella</i>	5	0	Absence dans 10 g		EN/ISO 6579	Produits mis sur le marché pendant leur durée de conservation
1.6	Viande hachée et préparations de viande d'autres espèces que les volailles destinées à être consommées cuites	<i>Salmonella</i>	5	0	Absence dans 10 g		EN/ISO 6579	Produits mis sur le marché pendant leur durée de conservation
1.9	Viandes séparées mécaniquement ⁽⁸⁾	<i>Salmonella</i>	5	0	Absence dans 10 g		EN/ISO 6579	Produits mis sur le marché pendant leur durée de conservation
1.10	Produits à base de viande destinés à être consommés crue, excepté les produits dont le procédé de fabrication ou la composition permettent de supprimer le risque salmonelles	<i>Salmonella</i>	5	0	Absence dans 25 g		EN/ISO 6579	Produits mis sur le marché pendant leur durée de conservation
1.11	Mollusques bivalves vivants et échinodermes, tuniciers et gastéropodes vivants	<i>Salmonella</i>	5	0	Absence dans 25 g		EN/ISO 6579	Produits mis sur le marché pendant leur durée de conservation
1.12	Produits à base de viande de volaille destinés à être consommés cuits	<i>Salmonella</i>	5	0	Absence dans 10 g A partir du 1 ^{er} janvier 2010 Absence dans 25 g		EN/ISO 6579	Produits mis sur le marché pendant leur durée de conservation

¹ n = nombre d'unités constituant l'échantillon ; c = nombre maximal de résultats pouvant présenter des valeurs comprises entre m et M pour le nombre d'échantillons n réalisé

² Pour les points 1.1 à 1.19 m = M

³ Il y a lieu d'utiliser l'édition la plus récente de la norme

⁴ Ce critère est applicable lorsque le fabricant est en mesure de démontrer, à la satisfaction de l'autorité compétente, que le produit respectera la limite de 100 ufc/g pendant la durée de conservation. L'exploitant peut fixer, pendant le procédé, des valeurs intermédiaires suffisamment basses pour garantir que la limite de 100 ufc/g ne sera pas dépassée au terme de la durée de conservation

⁵ 1 ml d'inoculum est déposé sur une boîte de Petri d'un diamètre de 140 mm ou sur trois boîtes de Petri d'un diamètre de 90 mm

⁶ Ce critère est applicable aux produits avant qu'ils n'échappent à la maîtrise immédiate de l'exploitant du secteur alimentaire, lorsque celui-ci n'est pas en mesure de démontrer, à la satisfaction de l'autorité compétente, que le produit respectera la limite de 100 ufc/g pendant toute la durée de conservation

⁷ Les produits pour lesquels ph inférieur ou = 5,0 et aw inférieure ou = 0,94, les produits à durée de conservation inférieure à 5 jours appartiennent automatiquement à cette catégorie. D'autres genres de produits peuvent aussi appartenir à cette catégorie, sous réserve d'une justification scientifique

⁸ Ce critère est applicable aux viandes séparées mécaniquement produites par les techniques qui n'altèrent pas la structure des os

1.13	Fromages, beurre et crème fabriqués à partir de lait cru ou de lait traité à une température inférieure à celle de la pasteurisation ⁹⁾	Salmonella	5	0	Absence dans 25 g		EN/ISO 6579	Produits mis sur le marché pendant leur durée de conservation
1.14	Lait en poudre et lactosérum en poudre	Salmonella	5	0	Absence dans 25 g		EN/ISO 6579	Produits mis sur le marché pendant leur durée de conservation
1.15	Crèmes glacées ¹⁰⁾ , excepté les produits dont le procédé de fabrication ou la composition permettent de supprimer le risque salmonelles	Salmonella	5	0	Absence dans 25 g		EN/ISO 6579	Produits mis sur le marché pendant leur durée de conservation
1.16	Ovo produits, excepté les produits dont le procédé de fabrication ou la composition permettent de supprimer le risque salmonelles	Salmonella	5	0	Absence dans 25 g		EN/ISO 6579	Produits mis sur le marché pendant leur durée de conservation
1.17	Denrées alimentaires prêtes à être consommées contenant des oeufs crus, excepté les produits dont le procédé de fabrication ou la composition permettent de supprimer le risque salmonelles	Salmonella	5	0	Absence dans 25 g		EN/ISO 6579	Produits mis sur le marché pendant leur durée de conservation
1.18	Fromages, lait en poudre et lactosérum en poudre, ayant subi un traitement thermique	Entérotoxines staphylococciques	5	0	Pas de détection dans 25 g		Méthode européenne de dépistage du LCR pour les staphylocoques à coagulase positive ¹¹⁾	Produits mis sur le marché pendant leur durée de conservation
1.19	Mollusques bivalves vivants et échinodermes, tuniciers et gastéropodes vivants	E. coli ¹²⁾	1 ¹³⁾	0	230 NPP/100g de chair et de liquide intra valvaire		ISO/TS 16649-3	Produits mis sur le marché pendant leur durée de conservation
1.20	Produits de la pêche fabriqués à partir d'espèces de poissons associées à une grande quantité d'histidine ¹⁴⁾	Histamine	9 ¹⁵⁾	2	100 mg/kg	200 mg/kg	HPLC ¹⁶⁾	Produits mis sur le marché pendant leur durée de conservation
1.21	Produits de la pêche ayant subi un traitement de maturation aux enzymes dans la saumure, fabriqués à partir d'espèces de poissons associées à une grande quantité d'histidine ¹⁴⁾	Histamine	9	2	200 mg/kg	400 mg/kg	HPLC ¹⁶⁾	Produits mis sur le marché pendant leur durée de conservation

⁹ Excepté les produits pour lesquels le fabricant peut démontrer, à la satisfaction des autorités compétentes qu'en raison du temps d'affinage et de la valeur aw du produit, il n'y a aucun risque de contamination par les salmonelles

¹⁰ Uniquement les crèmes glacées contenant des ingrédients laitiers

¹¹ Référence: Hennekinne et al., J. AOAC Internat. Vol. 86, No 2, 2003

¹² E. coli est utilisé comme indicateur de contamination fécale

¹³ Echantillon groupé comprenant au moins 10 animaux différents

¹⁴ En particulier les espèces de poissons des familles Scombridae, Clupeidae, Engraulidae, Coryphaenidae, Pomatomidae, Scomberesocidae

¹⁵ Des échantillons uniques peuvent être prélevés au niveau de la vente au détail. Dans ce cas, les éventuelles mesures prises s'appliquent à ce niveau pour les lots concernés

¹⁶ Références:

1. Malle P., Valle M., Bouquelet S. Assay of biogenic amines involved in fish decomposition. J. AOAC Internat. 1996, 79, 43-49.

2. Duflos G., Dervin C., Malle P., Bouquelet S. Relevance of matrix effect in determination of biogenic amines in plaice (*Pleuronectes platessa*) and whiting (*Merlangus merlangus*). J. AOAC Internat. 1999, 82, 1097-1101

Interprétation des résultats des analyses

Les limites indiquées s'appliquent à chaque unité d'échantillon analysée, à l'exception des mollusques bivalves vivants et des échinodermes, tuniciers et gastéropodes vivants pour lesquels, s'agissant de la recherche d'E. coli, la limite s'applique à un échantillon groupé.

Les résultats des analyses révèlent la qualité microbiologique du lot contrôlé¹.

L. monocytogenes dans les denrées alimentaires prêtes à être consommées permettant le développement de L. monocytogenes avant que la denrée alimentaire ait quitté le contrôle immédiat de l'opérateur qui l'a fabriquée, lorsque celui-ci n'est pas en mesure de démontrer que ces produits ne dépasseront pas la valeur limite de 100 ufc/g pendant leur durée de conservation :

- qualité satisfaisante lorsque toutes les valeurs observées indiquent l'absence de la bactérie,
- qualité insuffisante lorsque la présence de la bactérie est détectée dans une unité de l'échantillon.

L. monocytogenes dans les autres denrées alimentaires prêtes à être consommées et E. coli dans les mollusques bivalves vivants:

- qualité satisfaisante lorsque toutes les valeurs observées sont \leq à la limite,
- qualité insuffisante lorsque l'une des valeurs est $>$ à la limite.

Salmonella dans les différentes catégories de denrées alimentaires:

- qualité satisfaisante lorsque toutes les valeurs observées indiquent l'absence de la bactérie,
- qualité insuffisante lorsque la présence de la bactérie est détectée dans une unité de l'échantillon.

Entérotoxines staphylococciques dans les produits laitiers :

- qualité satisfaisante lorsque ces entérotoxines ne sont détectées dans aucune unité de l'échantillon,
- qualité insuffisante lorsque ces entérotoxines sont détectées dans une unité de l'échantillon.

Histamine dans les produits de la pêche provenant d'espèces de poissons associées à une grande quantité d'histidine :

- qualité satisfaisante lorsque les exigences suivantes sont remplies :

1. la valeur moyenne observée est $\leq m$
2. un maximum de c/n valeurs se situe entre m et M
3. aucune valeur observée ne dépasse la limite de M,

- qualité insuffisante lorsque la valeur moyenne observée dépasse m ou plus de c/n valeurs se situent entre m et M, ou lorsqu'une ou plusieurs valeurs observées sont supérieures à M.

¹ Les résultats des analyses peuvent aussi être utilisés pour démontrer l'efficacité de l'application du système HACCP ou des bonnes pratiques d'hygiène dans le cadre du procédé.

Critères microbiologiques du poisson fumé

Ces critères concernent l'ensemble des présentations de poissons entiers ou enfilés, fumés à froid ou à chaud.

1- Standards impératifs

	n	c	m = M
Salmonelles	5	0	Absence dans 25 g

2- Standards indicatifs

	n	c	m	M
Coliformes 44°C/g	5	2	10	100
ou				
E. coli/g	5	1	10	100
Staphylocoques coagulase +/g	5	2	100	1000

Coliforme à 44°C

Méthode recommandée : dilution au 1/10 (solution mère), ensemencement de 5 grandes boîtes (diamètre 140 mm) avec 2 ml de solution mère.

staphylocoques coagulase positive

On recommande d'adopter la technique par inclusion, dont le seuil de sensibilité est plus bas.

NB : il est nécessaire d'identifier les colonies suspectes (recherche de coagulase)

Anaérobies sulfite réducteurs

	n	c	m	M
ARS/g	5	2	10	100

II- CRITERES D'HYGIENE DES PROCEDES

2.1 Viandes et produits à base de viandes

Catégorie de denrées alimentaires	Micro-organismes	Plan d'échantillonnage ¹		Limites ²		Méthode d'analyse de référence ³	Stade d'application du critère	Action en cas de résultats insatisfaisants
		N	c	m	M			
2.1.1 Carcasses de bovins, d'ovins, de caprins et d'équidés ⁴	Nombre de colonies aérobies			3,5 log ufc/cm ² log moyen quotidien	5,0 log ufc/cm ² log moyen quotidien	ISO 4833	Carcasses après l'habillage, mais avant le ressuage	Améliorations de l'hygiène de l'abattage et réexamen des contrôles de procédé
	Enterobacteriaceae			1,5 log ufc/cm ² log moyen quotidien	2,5 log ufc/cm ² log moyen quotidien	ISO 21528-2	Carcasses après l'habillage, mais avant le ressuage	Améliorations de l'hygiène de l'abattage et réexamen des contrôles de procédé
2.1.2 Carcasses de porcins ⁴	Nombre de colonies aérobies			4,0 log ufc/cm ² log moyen quotidien	5,0 log ufc/cm ² log moyen quotidien	ISO 4833	Carcasses après l'habillage, mais avant le ressuage	Améliorations de l'hygiène de l'abattage et réexamen des contrôles de procédé
	Enterobacteriaceae			2,0 log ufc/cm ² log moyen quotidien	3,0 log ufc/cm ² log moyen quotidien	ISO 21528-2	Carcasses après l'habillage, mais avant le ressuage	Améliorations de l'hygiène de l'abattage et réexamen des contrôles de procédé
2.1.3 Carcasses de bovins, d'ovins, de caprins et d'équidés	Salmonella	50	2 ⁵	Absence dans la partie examinée de la carcasse		EN/ISO 6579	Carcasses après l'habillage, mais avant le ressuage	Améliorations de l'hygiène de l'abattage et réexamen des contrôles de procédé et de l'origine des animaux
2.1.4 Carcasses de porcins	Salmonella	50 ⁶	5 ⁶	Absence dans la partie examinée de la carcasse		EN/ISO 6579	Carcasses après l'habillage, mais avant le ressuage	Améliorations de l'hygiène de l'abattage et réexamen des contrôles de procédé, de l'origine des animaux et des mesures de biosécurité dans les exploitations d'origine
2.1.5 Carcasses de volailles: poulets et dindes	Salmonella	50 ⁵	7 ⁶	Absence dans 25 g d'un échantillon groupé de peau du cou		EN/ISO 6579	Carcasses après le ressuage	Améliorations de l'hygiène de l'abattage et réexamen des contrôles de procédé, de l'origine des animaux et des mesures de biosécurité dans les exploitations d'origine
2.1.6 Viande hachée	Nombre de colonies	5	2	5x10 ⁵ ufc/g	5x10 ⁶ ufc/g	ISO 4833	Fin du procédé de fabrication:	Améliorations de l'hygiène de production et améliorations de la sélection et/ou de l'origine des matières

¹ n = nombre d'unités constituant l'échantillon; c = nombre maximum de résultats pouvant présenter des valeurs comprises entre m et M, pour le nombre d'échantillons n réalisé.

² Pour les points 2.1.3 à 2.1.5, m=M

³ Il convient d'utiliser l'édition la plus récente de la norme.

⁴ Ces limites (m et M) ne s'appliquent qu'aux échantillons prélevés par la méthode destructive. Le log moyen quotidien est calculé en prenant un log de chacun des différents résultats d'analyse et en calculant ensuite la moyenne de ces logs.

⁵ Les 50 échantillons sont prélevés au cours de 10 échantillonnages consécutifs conformément aux règles et fréquence d'échantillonnage fixées dans le présent règlement.

⁶ Nombre d'échantillons où la présence de salmonelles est détectée. La valeur c est soumise à réexamen afin de prendre en compte les progrès réalisés en matière de réduction de la prévalence des salmonelles. Les États membres ou les régions où la prévalence des salmonelles est faible peuvent utiliser des valeurs c moins élevées même avant le réexamen.

	aérobies/							premières
	E. coli ⁸	5	2	50 ufc/g	500 ufc/g	ISO 16649-1 ou 2	Fin du procédé de fabrication:	Améliorations de l'hygiène de production et améliorations de la sélection et/ou de l'origine des matières premières
2.1.7 Viandes séparées mécaniquement ⁹	Nombre de colonies aérobie	5	2	5x10 ⁵ ufc/g	5x10 ⁶ ufc/g	ISO 4833	Fin du procédé de fabrication:	Améliorations de l'hygiène de production et améliorations de la sélection et/ou de l'origine des matières premières
	E. coli ⁸	5	2	50 ufc/g	500 ufc/g	ISO 16649-1 ou 2	Fin du procédé de fabrication:	Améliorations de l'hygiène de production et améliorations de la sélection et/ou de l'origine des matières premières
2.1.8 Préparations de viande	E. coli ⁸	5	2	500 ufc/g ou cm ²	5000 ufc/g ou cm ²	ISO 16649-1 ou 2	Fin du procédé de fabrication:	Améliorations de l'hygiène de production et améliorations de la sélection et/ou de l'origine des matières premières

Interprétation des résultats des analyses

Les limites indiquées s'appliquent à chaque unité d'échantillon analysée, à l'exception des carcasses pour lesquelles les limites s'appliquent à des échantillons groupés.

Les résultats des analyses révèlent la qualité microbiologique du procédé contrôlé.

Enterobacteriaceae et colonies aérobie dans les carcasses de bovins, d'ovins, de caprins, d'équidés et de porcins :

- qualité satisfaisante lorsque le log moyen quotidien est $\leq m$,
- qualité acceptable lorsque le log moyen quotidien se situe entre m et M,
- qualité insatisfaisante lorsque le log moyen quotidien est $>M$.

Salmonella dans les carcasses :

- qualité satisfaisante lorsque la présence de Salmonella est détectée dans un nombre maximal d'échantillons de c/n,
- qualité insatisfaisante lorsque la présence de Salmonella est détectée dans un nombre d'échantillons supérieurs à c/n.

Après chaque échantillonnage, il est procédé à une analyse des résultats des 10 derniers échantillonnages pour obtenir le nombre d'échantillons n.

Nombre d'E. coli et de colonies aérobie dans la viande hachée et les préparations de viande :

- qualité satisfaisante lorsque toutes les valeurs observées sont $\leq m$,
- qualité acceptable lorsqu'un maximum de c/n valeurs se situe entre m et M, et que le reste des valeurs observées est $\leq m$,
- qualité insatisfaisante lorsqu'une ou plusieurs valeurs observées sont $>M$ ou lorsque plus de c/n valeurs se situent entre m et M.

⁷ Ce critère ne s'applique pas aux viandes hachées produites au détail lorsque la durée de conservation est inférieure à 24 heures.

⁸ E. Coli est utilisée ici comme indicateur de contamination fécale.

⁹ Ce critère s'applique aux viandes séparées mécaniquement produites par les techniques qui n'altèrent pas la structure des os utilisés.

2.2. Lait et produits laitiers

Catégorie de denrées alimentaires	Micro-organismes	Plans d'échantillonnage ¹		Limites ²		Méthode d'analyse de référence ³	Stade d'application du critère	Action en cas de résultats insatisfaisants
		n	c	m	M			
2.2.1 Lait pasteurisé et autres produits laitiers liquides pasteurisés ⁴	Entero-bacteriaceae	5	2	<1/ml	5 /ml	ISO 21528-1	Fin du procédé de fabrication	Contrôle de l'efficacité du traitement thermique et prévention de la recontamination et contrôle de la qualité des matières premières
2.2.2 Crèmes glacées ⁵ et desserts lactés congelés	Entero-bacteriaceae	5	2	10ufc/g	100 ufc/g	ISO 21528- 2	Fin du procédé de fabrication:	Améliorations de l'hygiène de production
2.2.3 Fromages à base de lait ou de lactosérum ayant subi un traitement thermique	<i>E. coli</i> ⁽⁶⁾	5	2	100 ufc/g	1 000 ufc/g	ISO 16649-1 ou 2	Pendant le procédé de fabrication, au moment où l'on prévoit le nombre de <i>E. coli</i> le plus élevé ⁽⁶⁾	Améliorations de l'hygiène de la production et de la sélection des matières premières
2.2.4 Fromages à base de lait ayant subi un traitement thermique moins fort que la pasteurisation ⁽⁷⁾ et fromages affinés à base de lait ou de lactosérum pasteurisés ou ayant subi un traitement thermique plus fort que la pasteurisation ⁽⁷⁾	Staphylocoques à coagulase positive	5	2	100 ufc/g	1 000 ufc/g	EN/ISO 6888-1 ou 2		Améliorations de l'hygiène de la production.
2.2.5 Fromages à pâte molle non affinés (fromages frais) à base de lait ou de lactosérum pasteurisés ou ayant subi un traitement thermique plus fort que la pasteurisation ⁽⁷⁾	Staphylocoques à coagulase positive	5	2	10 ufc/g	100 ufc/g	EN/ISO 6888-1 ou 2	Fin du procédé de fabrication	Lorsque des valeurs > 105 ufc/g sont détectées, le lot de fromages doit faire l'objet d'une recherche des entérotoxines staphylococciques.
2.2.6 Beurre et crème au lait cru ou lait ayant subi un traitement thermique plus fort que la pasteurisation	<i>E. coli</i> ⁽⁵⁾	5	2	10 ufc/g	100 ufc/g	ISO 16649-1 ou 2	Fin du procédé de fabrication	Améliorations de l'hygiène de la production et de la sélection des matières premières
2.2.7 Lait en poudre et lactosérum en poudre ⁽⁴⁾	Entérobactériacés	5	0	10 ufc/g		ISO 21528-2	Fin du procédé de fabrication	Contrôle de l'efficacité du traitement thermique et prévention de la recontamination

¹ n = nombre d'unités constituant l'échantillon; c = nombre d'unités d'échantillonnage donnant des valeurs comprises entre m et M

² Pour les points 2.2.7, 2.2.9 et 2.2.10 m = M.

³ Il convient d'utiliser l'édition la plus récente de la norme.

⁴ Ce critère ne s'applique pas aux produits destinés à être encore transformés dans le secteur alimentaire.

⁵ *E. coli* est utilisée ici comme indicateur du niveau d'hygiène.

⁶ Pour les fromages ne pouvant pas favoriser le développement de *E. Coli*, le nombre de *E. Coli* est généralement le plus élevé au début de la période d'affinage, et pour les fromages pouvant favoriser le développement de *E. Coli*, il l'est en principe à la fin de la période d'affinage.

⁷ (7) À l'exception des fromages pour lesquels le fabricant peut démontrer, à la satisfaction des autorités compétentes, qu'ils ne présentent aucun risque de contamination par entérotoxines staphylococciques.

⁸ Uniquement les crèmes glacées contenant des ingrédients lactés

	Staphylocoques à coagulase positive	5	2	10 ufc/g	100 ufc/g	EN/ISO 6888-1 ou 2	Fin du procédé de fabrication	Améliorations de l'hygiène de production. Lorsque des valeurs > 10 ⁵ ufc/g sont détectées, le lot de fromages doit faire l'objet d'une recherche des entérotoxines staphylococciques
2.2.3 Fromages au lait cru	Staphylocoques à coagulase positive	5	2	104 ufc/g	105 ufc/g	EN/ISO 6888-2	Pendant le procédé de fabrication, au moment où l'on prévoit le nombre de <i>E. coli</i> le plus élevé	Améliorations de l'hygiène de la production et de la sélection des matières premières. Lorsque des valeurs > 10 ⁵ ufc/g sont détectées, le lot de fromages doit faire l'objet d'une recherche des entérotoxines staphylococciques.

Interprétation des résultats des analyses

Les limites indiquées s'appliquent à chaque unité d'échantillon analysée.

Les résultats des analyses révèlent la qualité microbiologique du procédé contrôlé.

E. coli, entérobactériacés et staphylocoques à coagulase positive:

- qualité satisfaisante lorsque toutes les valeurs observées sont ≤ m,
- qualité acceptable lorsqu'un maximum de c/n valeurs se situe entre m et M, et que le reste des valeurs observées est ≤ m,
- qualité insuffisante lorsqu'une ou plusieurs valeurs observées sont > M ou lorsque plus de c/n valeurs se situent entre m et M.

2.3 Ovoproduits

Catégorie de denrées alimentaires	Micro-organismes	Plans d'échantillonnage ¹		Limites		Méthode d'analyse de référence 2	Stade d'application du critère	Action en cas de résultats insatisfaisants
		n	c	m	M			
2.3.1 Ovoproduits	Entérobactériacés	5	2	10 ufc/g Ou ml	100 ufc/g ou ml	ISO 21528-2	Fin du procédé de fabrication	Contrôles de l'efficacité du traitement thermique et de la prévention de la recontamination

(1) n = nombre d'unités constituant l'échantillon; c = nombre d'unités d'échantillonnage donnant des valeurs comprises entre m et M.

(2) Il convient d'utiliser l'édition la plus récente de la norme.

Interprétation des résultats des analyses

Les limites indiquées s'appliquent à chaque unité d'échantillon analysée.

Les résultats des analyses révèlent la qualité microbiologique du procédé contrôlé.

Entérobactéries dans les ovoproduits:

- qualité satisfaisante lorsque toutes les valeurs observées sont $\leq m$,
- qualité acceptable lorsqu'un maximum de c/n valeurs se situe entre m et M , et que le reste des valeurs observées est $\leq m$,
- qualité insuffisante lorsqu'une ou plusieurs valeurs observées sont $> M$ ou lorsque plus de c/n valeurs se situent entre m et M .

2.4 Produits de la pêche

Catégorie de denrées alimentaires	Micro-organismes	Plans d'échantillonnage ¹		Limites		Méthode d'analyse de référence 2	Stade d'application du critère	Action en cas de résultats insatisfaisants
		n	c	m	M			
2.4.1 Produits décortiqués et décoquillés de crustacés et de mollusques cuits	<i>E. coli</i>	5	2	1/g	10/g	ISO TS 16649-3	Fin du procédé de fabrication	Améliorations de l'hygiène de production
	Staphylocoques à coagulase positive	5	2	100 ufc/g	1000 ufc/g	EN/ISO 6888-1 or 2	Fin du procédé de fabrication	Améliorations de l'hygiène de production

(1) n = nombre d'unités constituant l'échantillon; c = nombre maximum de résultats pouvant présenter des valeurs comprises entre m et M , pour le nombre d'échantillons n réalisé.

(2) Il convient d'utiliser l'édition la plus récente de la norme.

Interprétation des résultats des analyses

Interprétation des résultats des analyses

Les limites indiquées s'appliquent à chaque unité d'échantillon analysée.

Les résultats des analyses révèlent la qualité microbiologique du procédé contrôlé.

E. coli dans les produits décortiqués et décoquillés de crustacés et de mollusques cuits:

- qualité satisfaisante lorsque toutes les valeurs observées sont $\leq m$,
- qualité acceptable lorsqu'un maximum de c/n valeurs se situe entre m et M , et que le reste des valeurs observées est $\leq m$,
- qualité insuffisante lorsqu'une ou plusieurs valeurs observées sont $> M$ ou lorsque plus de c/n valeurs se situent entre m et M .

Staphylocoques à coagulase positive dans les produits décortiqués et décoquillés de crustacés et de mollusques cuits:

- qualité satisfaisante lorsque toutes les valeurs observées sont $\leq m$,
- qualité acceptable lorsqu'un maximum de c/n valeurs se situe entre m et M , et que le reste des valeurs observées est $\leq m$,
- qualité insuffisante lorsqu'une ou plusieurs valeurs observées sont $> M$ ou lorsque plus de c/n valeurs se situent entre m et M .

Chapitre 3 : Règles de prélèvement et de préparation des échantillons à analyser

3.1 Règles générales de prélèvement et de préparation des échantillons à analyser

En l'absence de règles plus spécifiques concernant le prélèvement et la préparation des échantillons à analyser, il convient de se référer aux normes correspondantes de l'ISO (International organisation for standardization) et aux lignes directrices du Codex alimentarius.

3.2 Échantillonnage bactériologique dans les abattoirs et les lieux de production de viandes hachées et de préparations à base de viande

Règles d'échantillonnage applicables aux carcasses de bovins, de porcins, d'ovins, de caprins et d'équidés

Les méthodes d'échantillonnage destructives et non destructives, la sélection des zones d'échantillonnage ainsi que les règles concernant l'entreposage et le transport des échantillons sont décrites dans la norme ISO/FDIS 17604.

Lors de chaque séance d'échantillonnage, les prélèvements sont effectués de manière aléatoire sur cinq carcasses d'échantillonnages sont choisies en tenant compte de la technique d'abattage utilisée dans chaque établissement.

Les prélèvements d'échantillons destinés aux analyses portant sur les entérobactériacés et le nombre de colonies aérobies sont effectués à quatre endroits différents de la carcasse. Quatre échantillons de tissus d'une surface totale de 20 cm² sont prélevés par la méthode destructive. Lorsque la méthode non destructive est utilisée à cet effet, la surface d'échantillonnage est d'au moins 100 cm² (50 cm² pour les carcasses de petits ruminants) par zone d'échantillonnage.

Les prélèvements d'échantillons destinés aux analyses portant sur *Salmonella* sont effectués à l'aide d'une éponge abrasive.

Les zones les plus susceptibles d'être contaminées sont choisies. La surface totale d'échantillonnage est d'au moins 400 cm².

Les échantillons prélevés sur les différentes zones d'échantillonnage de la carcasse sont regroupés avant l'examen.

Règles d'échantillonnage applicables aux carcasses de volailles

Pour les analyses portant sur *Salmonella*, un échantillonnage aléatoire est pratiqué sur un minimum de quinze carcasses lors de chaque séance d'échantillonnage et après le ressuage. Un morceau de peau du cou d'environ 10 g est prélevé sur chaque carcasse. Chaque fois, avant l'examen, les échantillons de peau du cou de trois carcasses sont regroupés en cinq échantillons finaux de 25 g.

Lignes directrices pour l'échantillonnage

Des lignes directrices plus détaillées pour l'échantillonnage des carcasses, concernant en particulier les zones d'échantillonnage, peuvent être intégrées dans les guides de bonnes pratiques.

Fréquences d'échantillonnage des carcasses, des viandes hachées, des préparations de viande et des viandes séparées mécaniquement

Les exploitants du secteur alimentaire des abattoirs ou des établissements producteurs de viande hachée, de préparations de viande ou de viande séparée mécaniquement prélèvent au moins une fois par semaine des échantillons destinés à une analyse microbiologique. Le jour de l'échantillonnage doit être modifié chaque semaine de manière à ce que chaque jour de la semaine soit couvert.

Pour les échantillonnages de viande hachée et de préparations à base de viande destinés aux analyses portant sur *E. coli* et le nombre de colonies aérobies, ainsi que pour les échantillonnages de carcasses destinés aux analyses portant sur les entérobactériacés et le nombre de colonies aérobies, cette fréquence peut être réduite à une fois tous les quinze jours si des résultats satisfaisants sont obtenus six semaines d'affilée.

Pour les prélèvements d'échantillons de viande hachée, de préparations de viande et de carcasses destinés aux analyses portant sur *Salmonella*, cette fréquence peut être réduite à une fois tous les quinze jours si des résultats satisfaisants sont obtenus trente semaines d'affilée. Elle peut aussi être réduite s'il existe un programme national ou régional de contrôle des salmonelles et si ce programme comprend des tests qui remplacent l'échantillonnage d'échantillonnage peut également être réduite si le programme national ou régional de contrôle des salmonelles démontre que la prévalence des salmonelles est faible dans les animaux achetés par l'abattoir.

Cependant, les petits abattoirs et les établissements qui produisent en petites quantités de la viande hachée et des préparations à base de viande peuvent être dispensés de l'obligation d'observer ces fréquences lorsque cette dispense est justifiée par une analyse des risques et autorisée de ce fait par les autorités compétentes.»

ANNEXE II : CRITERES CHIMIQUES POUR LE CONTROLE DE CERTAINS CONTAMINANTS DANS LES DENREES ALIMENTAIRES

TENEURS MAXIMALES POUR CERTAINS CONTAMINANTS DANS LES DENREES ALIMENTAIRES

A/ Mycotoxines

Denrées alimentaires	Teneurs maximales (µg/kg)
Lait cru, lait traité thermiquement et lait destiné à la fabrication de produits laitiers	0,050

B/ Métaux Lourds

1. Plomb

Catégorie de denrées alimentaires	Teneurs maximales (mg/kg de poids à l'état frais)
2.1.1 Lait cru, lait traité thermiquement et lait destiné à la fabrication de produits laitiers	0,020
2.1.2 Viande de bovin, de mouton, de porc et de volaille (à l'exclusion des abats)	0,10
2.1.3 Abats de bovin, de mouton, de porc et de volaille	0,50
2.1.4 Chair musculaire de poisson (24) (25)	0,30
2.1.5 Crustacés, à l'exception de la chair brune de crabe et à l'exception de la tête et de la chair du thorax du homard et des crustacés de grande taille semblables (<i>Nephropidae</i> et <i>Palinuridae</i>)	0,50
2.1.6 Mollusques bivalves	1,5
2.1.7 Céphalopodes (sans viscères)	1,0

2. Cadmium

Catégorie de denrées alimentaires	Teneurs maximales (mg/kg de poids à l'état frais)
2.2.1 Viande de bovin, de mouton, de porc et de volaille (à l'exclusion des abats)	0,050
2.2.2 Viande de cheval, à l'exclusion des abats	0,20
2.2.3 Foies de bovin, de mouton, de porc, de volaille et de cheval	0,50
2.2.4 Rognons de bovin, de mouton, de porc, de volaille et de cheval	1,0
2.2.5 Chair musculaire de poisson (24) (25), à l'exclusion des espèces énumérées aux points 2.2.6 et 2.2.7.	0,050
2.2.6 Chair musculaire des poissons suivants (24) (25): anchois (<i>Engraulis species</i>) bonite (<i>Sarda sarda</i>) sar à tête noire (<i>Diplodus vulgaris</i>) anguille (<i>Anguilla anguilla</i>) mulet lippu (<i>Mugil labrosus labrosus</i>) chinchard (<i>Trachurus species</i>) louvereau (<i>Luvarus imperialis</i>) sardine (<i>Sardina pilchardus</i>) sardinops (<i>Sardinops species</i>) thon (<i>Thunnus species</i> , <i>Euthynnus species</i> , <i>Katsuwonus pelamis</i>) cétéau ou langue d'avocat (<i>Dicologlossa cuneata</i>)	0,10
2.2.7 Chair musculaire d'espadon (<i>Xiphias gladius</i>) (24) (25)	0,30
2.2.8 Crustacés, à l'exception de la chair brune de crabe et à l'exception de la tête et de la chair du thorax du homard et des crustacés de grande taille semblables (<i>Nephropidae</i> et <i>Palinuridae</i>)	0,50
2.2.9 Mollusques bivalves	1,0
2.2.10 Céphalopodes (sans viscères)	1,0

3. Mercure

2.3.1 Produits de la pêche et chair musculaire de poisson (24) (25), à l'exclusion des espèces énumérées au point 2.3.2. La teneur maximale s'applique aux crustacés, à l'exception de la chair brune de crabe et à l'exception de la tête et de la chair du thorax du homard et des crustacés de grande taille semblables (<i>Nephropidae</i> et <i>Palinuridae</i>).	0,50
2.3.2 Chair musculaire des poissons suivants (24) (25): baudroies ou lottes (<i>Lophius species</i>) loup de l'Atlantique (<i>Anarhichas lupus</i>) bonite (<i>Sarda sarda</i>) anguille et civelle (<i>Anguilla species</i>) empereur, hoplostète orange ou hoplostète de Méditerranée (<i>Hoplostethus species</i>) grenadier (<i>Coryphaenoides rupestris</i>) flétan de l'Atlantique (<i>Hippoglossus hippoglossus</i>) marlin (<i>Makaira species</i>) cardine (<i>Lepidorhombus species</i>) mulet (<i>Mullus species</i>) brochet (<i>Esox lucius</i>) palomète (<i>Orcynopsis unicolor</i>) capelan de Méditerranée (<i>Tricopterus minutes</i>) pailona commun (<i>Centroscymnus coelolepis</i>) raies (<i>Raja species</i>) grande sébaste (<i>Sebastes marinus, S. mentella, S. viviparus</i>) voilier de l'Atlantique (<i>Istiophorus platypterus</i>) sabre argent et sabre noir (<i>Lepidopus caudatus, Aphanopus carbo</i>) dorade, pageot (<i>Pagellus species</i>) requins (toutes espèces) escolier noir ou stromaté, rouvet, escolier serpent (<i>Lepidocybium flavobrunneum, Ruvettus pretiosus, Gempylus serpens</i>) esturgeon (<i>Acipenser species</i>) espadon (<i>Xiphias gladius</i>) thon (<i>Thunnus species, Euthynnus species, Katsuwonus pelamis</i>)	1,0

4. Arsénic

2.4.1. Teneur moyenne (résultant de l'analyse effectuée sur le mélange des échantillons finement homogénéisé) en arsénic dans les parties comestibles des produits de la pêche	0,2
2.4.2 Chair musculaire de : Céteau ou langue d'avocat (<i>Dicologlossa Cuneata</i>), Anguille (<i>Anguilla anguilla</i>), Bar tacheté (<i>Dicentrarchus punctatus</i>), Chinchard (<i>Trachurus trachurus</i>), Mulet lippu (<i>Mugil labrosuslabrosus</i>), Sar à tête noir (<i>Diplodus vulgaris</i>), Grondeur (<i>Pomadasys benneti</i>), Sardine (<i>Sardina pilchardus</i>)	0,4
2. 4.3 Crustacés à l'exclusion de la chair brune du crabe	76
2.4.4 Mollusques bivalves et céphalopodes (sans viscères)	86

C/ Etain (inorganique)

Aliments en conserve autres que les boissons	200
--	-----

D/ Pesticides

Les limites légales dans les poissons et les produits de la pêche (recommandé par FAO/OMS 1992) s'établissent de la manière suivante :

- DDT et ses dérivés: 1250µg/kg de MG
- Lindane : 100µg/kg de MG

- Endrine : 20µg/kg
- Heptachlore et dieldrine: 150µg/kg de MG
- Chlordane: 50µg/kg de MG
- Hexachlorobenzène (HCB): 500µg/kg de MG

La teneur maximale en résidus pesticides dans les aliments est de 0,01 mg/kg. Cette limite est applicable par défaut, dans le cas où une LMR n'a pas été fixé de manière spécifique pour un produit.

Groupe de produits auxquels s'appliquent les LMR	Acétamipride (R)	Atrazine (L)	Glyphosate	Heptachlore (somme de l'heptachlore et de l'heptachlore-époxyde, exprimée en heptachlore) (L)	Hexachlorobenzène (L)	Cyfluthrine, y compris d'autres mélanges de constituants isomères (somme des isomères) (L)	Cyperméthrine (y compris d'autres mélanges d'isomères (somme des isomères)) (L)
	1	2	3	4	5	6	7
PRODUITS D'ORIGINE ANIMALE – ANIMAUX TERRESTRES							
Viandes, préparations de viande, abats, sang, graisses animales, frais, réfrigérés ou congelés, salés, en saumure, séchés ou fumés ou transformés en farines; autres produits transformés confectionnés à partir de ces produits, comme des saucisses et des préparations alimentaires				0,2	0,2	0,05	
<i>a) Porcins</i>							0,2
Viande	0,05 (*)		0,05 (*)				
Viande dégraissée ou maigre	0,05 (*)		0,05 (*)				
Foie	0,1		0,05 (*)				
Reins	0,2		0,5				
Abats comestibles	0,05 (*)		0,05 (*)				
Autres	0,05 (*)		0,05 (*)				
<i>b) Bovins</i>							0,2
Viande	0,05 (*)		0,05 (*)				
Graisse	0,05 (*)		0,05 (*)				
Foie	0,1		0,2				
Reins	0,2		2				
Abats comestibles	0,05 (*)		0,05 (*)				
Autres	0,05 (*)		0,05 (*)				
<i>c) Ovins</i>			0,05 (*)				0,2
Viande	0,05 (*)						
Graisse	0,05 (*)						
Foie	0,1						
Reins	0,2						
Abats comestibles	0,05 (*)						
Autres	0,05 (*)						
<i>d) Caprins</i>	0,05 (*)		0,05 (*)				0,2
Viande	0,05 (*)						
Graisse	0,1						
Foie	0,2						
Reins	0,05 (*)						
Abats comestibles	0,05 (*)						
Autres	0,05 (*)						
<i>e) Animaux des espèces chevaline, asine ou mulassière</i>			0,05 (*)	0,2		0,05	0,2

Viande	0,05 (*)		0,05 (*)	0,2		0,05	0,2
Graisse	0,05 (*)		0,05 (*)	0,2		0,05	0,2
Foie	0,1		0,05 (*)	0,2		0,05	0,2
Reins	0,2		0,05 (*)	0,2		0,05	0,2
Abats comestibles	0,05 (*)		0,05 (*)	0,2		0,05	0,2
Autres	0,05 (*)		0,05 (*)	0,2		0,05	0,2
(f) <i>Volailles – poulets, oies, canards, dindes et pintades –, autruches, pigeons</i>							0,05 (*)
Viande	0,05 (*)		0,05 (*)				
Graisse	0,05 (*)		0,05 (*)				
Foie	0,1		0,05 (*)				
Reins	0,2		0,1 (*)				
Abats comestibles	0,05 (*)		0,05 (*)				
Autres	0,05 (*)		0,05 (*)				
(g) <i>Autres animaux d'élevage</i>			0,05 (*)	0,2		0,05	0,2
Viande	0,05 (*)		0,05 (*)	0,2		0,05	0,2
Graisse	0,05 (*)		0,05 (*)	0,2		0,05	0,2
Foie	0,1		0,05 (*)	0,2		0,05	0,2
Reins	0,2		0,05 (*)	0,2		0,05	0,2
Abats comestibles	0,05 (*)		0,05 (*)	0,2		0,05	0,2
Autres	0,05 (*)		0,05 (*)	0,2		0,05	0,2
Lait et crème, non concentrés, sans sucre ajouté ni édulcorant, beurre et autres graisses dérivées du lait, fromage et caillebotte	0,05 (*)		0,01 (*)	0,004	0,01	0,02 (*)	0,02
Bovins							
Ovins							
Caprins							
Chevaux							
Œufs d'oiseaux, frais, conservés ou congelés; œufs écalés et jaunes d'œufs, frais, séchés, cuits à l'eau ou à la vapeur, moulés, congelés ou autrement conservés, même additionnés ou non de sucre ou d'autres édulcorants	0,05 (*)		0,01 (*)	0,02	0,02	0,02 (*)	0,2
Poulet							
Canard	0,05 (*)		0,01 (*)	0,2		0,02 (*)	0,05 (*)
Oie	0,05 (*)		0,01 (*)	0,2		0,02 (*)	0,05 (*)
Caille	0,05 (*)		0,01 (*)	0,2		0,02 (*)	0,05 (*)
Autres	0,05 (*)		0,01 (*)	0,2		0,02 (*)	0,05 (*)
Miel				0,01			
Amphibiens et reptiles				0,01			
Escargots				0,01			
Autres produits dérivés d'animaux				0,01			

Groupe de produits auxquels s'appliquent les LMR	DDT (somme de p,p'-DDT, o,p'-DDT, p,p'-DDE et p,p'-TDE (DDD), exprimée en	Deltaméthrine (cis-deltaméthrine) (L)	Diméthoate (somme du diméthoate et de l'ométhoate exprimée en diméthoate)	Endrine (L)	Chlordane (somme de cis- et trans-chlordane)	Chlorpyrifos (L)	Profenofos (L)
--	---	---------------------------------------	---	-------------	--	------------------	----------------

	DDT (L)				(L) (R)		
	8	9	10	11	12	13	14
PRODUITS D'ORIGINE ANIMALE – ANIMAUX TERRESTRES							
Viandes, préparations de viande, abats, sang, graisses animales, frais, réfrigérés ou congelés, salés, en saumure, séchés ou fumés ou transformés en farines; autres produits transformés confectionnés à partir de ces produits, comme des saucisses et des préparations alimentaires	1			0,05	0,05 (*)		0,05 (*)
<i>a) Porcins</i>							
Viande		0,5					
Viande dégraissée ou maigre		0,5					
Foie		0,03 (*)					
Reins		0,03 (*)					
Abats comestibles		0,5					
Autres		0,5					
<i>b) Bovins</i>							
Viande		0,5					
Graisse		0,5					
Foie		0,03 (*)					
Reins		0,03 (*)					
Abats comestibles		0,5					
Autres		0,5					
<i>c) Ovins</i>							
Viande		0,5					
Graisse		0,5					
Foie		0,03 (*)					
Reins		0,03 (*)					
Abats comestibles		0,5					
Autres		0,5					
<i>d) Caprins</i>							
Viande		0,5					
Graisse		0,5					
Foie		0,03 (*)					
Reins		0,03 (*)					
Abats comestibles		0,5					
Autres		0,5					
<i>e) Animaux des espèces chevaline, asine ou mulassière</i>	1			0,05	0,05 (*)		0,05 (*)
Viande	1	0,5		0,05	0,05 (*)		0,05 (*)
Graisse	1	0,5		0,05	0,05 (*)		0,05 (*)
Foie	1	0,03 (*)		0,05	0,05 (*)		0,05 (*)
Reins	1	0,03 (*)		0,05	0,05 (*)		0,05 (*)
Abats comestibles	1	0,5		0,05	0,05 (*)		0,05 (*)
Autres	1	0,5		0,05	0,05 (*)		0,05 (*)
<i>(f) Volailles – poulets, oies, canards, dindes et pintades –, autruches,</i>		0,1				0,05 (*)	

<i>pigeons</i>							
Viande							
Graisse							
Foie							
Reins							
Abats comestibles							
Autres							
(g) <i>Autres animaux d'élevage</i>	1			0,05	0,05 (*)		0,05 (*)
Viande	1	0,5		0,05	0,05 (*)		0,05 (*)
Graisse	1	0,5		0,05	0,05 (*)		0,05 (*)
Foie	1	0,03 (*)		0,05	0,05 (*)		0,05 (*)
Reins	1	0,03 (*)		0,05	0,05 (*)		0,05 (*)
Abats comestibles	1	0,5		0,05	0,05 (*)		0,05 (*)
Autres	1	0,5			0,05 (*)	0,01 (*)	0,05 (*)
Lait et crème, non concentrés, sans sucre ajouté ni édulcorant, beurre et autres graisses dérivées du lait, fromage et caillebotte	0,04	0,05		0,0008	0,002 (*)	0,01 (*)	0,05 (*)
Bovins							
Ovins							
Caprins							
Chevaux							
Œufs d'oiseaux, frais, conservés ou congelés; œufs écalés et jaunes d'œufs, frais, séchés, cuits à l'eau ou à la vapeur, moulés, congelés ou autrement conservés, même additionnés ou non de sucre ou d'autres édulcorants	0,05	0,05		0,005	0,005 (*)	0,01 (*)	0,05 (*)
Poulet							
Canard	0,05	0,05 (*)		0,005	0,05 (*)	0,01 (*)	0,05 (*)
Oie	0,05	0,05 (*)		0,005	0,005 (*)	0,01 (*)	0,05 (*)
Caille	0,05	0,05 (*)		0,005	0,005 (*)	0,01 (*)	0,05 (*)
Autres	0,05	0,05 (*)		0,005	0,005 (*)		0,05 (*)
Miel	0,05			0,01	0,01		
Amphibiens et reptiles	0,05			0,01	0,005		
Escargots	0,05			0,01	0,005		
Autres produits dérivés d'animaux	0,05			0,01	0,005		

Groupe de produits auxquels s'appliquent les LMR	Métholachlore et S-métholachlore (métholachlore incluant d'autres mélanges d'isomères constitutants, y compris le S-métholachlore (somme des isomères))	Oxadiargyl	Thiophanate méthyle (R)	Triazophos (L)	Aclonifen	Fosétyl-Al (somme du fosétyl + acide phosphoreux et de leurs sels, exprimée en fosétyl)	Imidaclopride
	15	16	17	18	19	20	21
PRODUITS D'ORIGINE ANIMALE – ANIMAUX TERRESTRES					0,02 (*)		0,05 (*)

Viandes, préparations de viande, abats, sang, graisses animales, frais, réfrigérés ou congelés, salés, en saumure, séchés ou fumés ou transformés en farines; autres produits transformés confectionnés à partir de ces produits, comme des saucisses et des préparations alimentaires			0,05 (*)	0,01 (*)		0,5 (*)	
a) <i>Porcins</i>							
Viande							
Viande dégraissée ou maigre							
Foie							
Reins							
Abats comestibles							
Autres							
b) <i>Bovins</i>							
Viande							
Graisse							
Foie							
Reins							
Abats comestibles							
Autres							
c) <i>Ovins</i>							
Viande							
Graisse							
Foie							
Reins							
Abats comestibles							
Autres							
d) <i>Caprins</i>							
Viande							
Graisse							
Foie							
Reins							
Abats comestibles							
Autres							
e) <i>Animaux des espèces chevaline, asine ou mulassière</i>			0,05 (*)	0,01 (*)			
Viande			0,05 (*)	0,01 (*)			
Graisse			0,05 (*)	0,01 (*)			
Foie			0,05 (*)	0,01 (*)			
Reins			0,05 (*)	0,01 (*)			
Abats comestibles			0,05 (*)	0,01 (*)			
Autres			0,05 (*)	0,01 (*)			
(f) <i>Volailles – poulets, oies, canards, dindes et pintades –, autruches, pigeons</i>							
Viande							
Graisse							
Foie							
Reins							

Abats comestibles						
Autres						
(g) <i>Autres animaux d'élevage</i>			0,05 (*)	0,01 (*)		
Viande			0,05 (*)	0,01 (*)		
Graisse			0,05 (*)	0,01 (*)		
Foie			0,05 (*)	0,01 (*)		
Reins			0,05 (*)	0,01 (*)		
Abats comestibles			0,05 (*)	0,01 (*)		
Autres			0,05 (*)	0,01 (*)		
Lait et crème, non concentrés, sans sucre ajouté ni édulcorant, beurre et autres graisses dérivées du lait, fromage et caillebotte			0,05 (*)	0,01 (*)		0,1 (*)
Bovins						
Ovins						
Caprins						
Chevaux						
Œufs d'oiseaux, frais, conservés ou congelés; œufs écalés et jaunes d'œufs, frais, séchés, cuits à l'eau ou à la vapeur, moulés, congelés ou autrement conservés, même additionnés ou non de sucre ou d'autres édulcorants			0,05 (*)	0,01 (*)		0,1 (*)
Poulet						
Canard			0,05 (*)	0,01 (*)		
Oie			0,05 (*)	0,01 (*)		
Caille			0,05 (*)	0,01 (*)		
Autres			0,05 (*)	0,01 (*)		
Miel						0,05
Amphibiens et reptiles						0,05
Escargots						0,05
Autres produits dérivés d'animaux						0,05

Groupe de produits auxquels s'appliquent les LMR	Pencycuron (L)	Phosphines et phosphures: somme du phosphore d'aluminium, de la phosphine d'aluminium, d'aluminium, du phosphore de magnésium, de la phosphine de magnésium du phosphore de zinc et de la phosphine de zinc	Propanil	Endosulfan (somme des isomères alpha et bêta et du sulfat d'endosulfan, exprimée en endosulfan) (L)	Indoxacarbe (somme des isomères S et R) (L)	Lambda-cyhalothrine (L) (R)	Triclopyr (R)
	22	23	24	25	26	27	28
PRODUITS D'ORIGINE ANIMALE – ANIMAUX TERRESTRES	0,05 (*)	0,01 (*)					0,05 (*)
Viandes, préparations de viande, abats, sang, graisses animales, frais, réfrigérés ou congelés, salés, en saumure, séchés ou				0,05 (*)			

fumés ou transformés en farines; autres produits transformés confectionnés à partir de ces produits, comme des saucisses et des préparations alimentaires						
<i>a) Porcins</i>						
Viande						
Viande dégraissée ou maigre						
Foie						
Reins						
Abats comestibles						
Autres						
<i>b) Bovins</i>						
Viande						
Graisse						
Foie						
Reins						
Abats comestibles						
Autres						
<i>c) Ovins</i>						
Viande						
Graisse						
Foie						
Reins						
Abats comestibles						
Autres						
<i>d) Caprins</i>						
Viande						
Graisse						
Foie						
Reins						
Abats comestibles						
Autres						
<i>e) Animaux des espèces chevaline, asine ou mulassière</i>			0,05 (*)			0,5
Viande			0,05 (*)	0,01 (*)		0,5
Graisse			0,05 (*)	0,3		0,5
Foie			0,05 (*)			0,5
Reins			0,05 (*)	0,01 (*)		0,5
Abats comestibles			0,05 (*)	0,01 (*)		0,5
Autres			0,05 (*)			0,5
<i>(f) Volailles – poulets, oies, canards, dindes et pintades –, autruches, pigeons</i>						
Viande						
Graisse						
Foie						
Reins						
Abats comestibles						
Autres						
<i>(g) Autres animaux d'élevage</i>			0,05 (*)			0,5
Viande			0,05 (*)	0,01 (*)		0,5

Graisse			0,05 (*)	0,3	0,5	
Foie			0,05 (*)		0,5	
Reins			0,05 (*)	0,01 (*)	0,5	
Abats comestibles			0,05 (*)	0,01 (*)	0,5	
Autres			0,05 (*)		0,5	
Lait et crème, non concentrés, sans sucre ajouté ni édulcorant, beurre et autres graisses dérivées du lait, fromage et caillebotte			0,05 (*)			
Bovins						
Ovins						
Caprins						
Chevaux						
Oufs d'oiseaux, frais, conservés ou congelés; œufs écalés et jaunes d'œufs, frais, séchés, cuits à l'eau ou à la vapeur, moulés, congelés ou autrement conservés, même additionnés ou non de sucre ou d'autres édulcorants			0,05 (*)			
Poulet						
Canard			0,05 (*)	0,01 (*)	0,02 (*)	
Oie			0,05 (*)	0,01 (*)	0,02 (*)	
Caille			0,05 (*)	0,01 (*)	0,02 (*)	
Autres			0,05 (*)	0,01 (*)	0,02 (*)	
Miel			0,01 (*)			
Amphibiens et reptiles			0,01 (*)			
Escargots			0,01 (*)			
Autres produits dérivés d'animaux			0,01 (*)			

(*) Indique le seuil de détection.

(9) La teneur maximale en résidus pour la crème ou le lait est 0,3 mg/kg.

(L) = liposoluble.

E/ Dioxines et PCB

Catégorie de denrées alimentaires	Teneurs maximales	Teneurs maximales
	Somme des dioxines (OMS-PCDD/F-TEQ)	Somme des dioxines et PCB de type dioxine (OMS-PCDD/F-PCBTEQ)
Viandes et produits à base de viande (à l'exclusion des abats comestibles) provenant des animaux suivants:		
- bovins et ovins	3,0 pg/g de graisses	4,5 pg/g de graisses
- volailles	2,0 pg/g de graisses	4,0 pg/g de graisses
- porcs	1,0 pg/g de graisses	1,5 pg/g de graisses (33)
Foies des animaux terrestres et produits dérivés de ces foies	6,0 pg/g de graisses	12,0 pg/g de graisses
Chair musculaire de poisson et produits de la pêche et produits dérivés, à l'exclusion des anguilles (25). La teneur maximale s'applique aux crustacés, à l'exception de la chair brune de crabe et à l'exception de la tête et de la chair du thorax du homard et des crustacés de grande taille semblables (<i>Nephropidae</i> et <i>Palinuridae</i>)	4,0 pg/g de poids à l'état frais	8,0 pg/g de poids à l'état frais
Chair musculaire d'anguille (<i>Anguilla anguilla</i>) et produits dérivés	4,0 pg/g de poids à l'état frais	12,0 pg/g de poids à l'état frais
Lait cru et produits laitiers, y compris matière grasse butyrique	3,0 pg/g de graisses	6,0 pg/g de graisses
Oeufs de poule et ovoproduits	3,0 pg/g de graisses	6,0 pg/g de graisses
Graisses des animaux suivants:		
- bovins et ovins	3,0 pg/g de graisses	4,5 pg/g de graisses
- volailles	2,0 pg/g de graisses	4,0 pg/g de graisses
- porc	1,0 pg/g de graisses	1,5 pg/g de graisses
Graisses animales mélangées	2,0 pg/g de graisses	3,0 pg/g de graisses
Huiles marines (huile de corps de poisson, huile de foie de poisson et huiles d'autres organismes marins destinés à être consommés par l'homme)	2,0 pg/g de graisses	10,0 pg/g de graisses

F/ Hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAPs)

Produit benzo (a) pyrène	Teneur maximale (µg/kg de poids à l'état frais)
Chair musculaire de poissons fumés et produits de la pêche fumés (25), à l'exclusion des mollusques bivalves. La teneur maximale s'applique aux crustacés fumés, à l'exception de la chair brune de crabe et à l'exception de la tête et de la chair du thorax du homard et des crustacés de grande taille semblables (<i>Nephropidae</i> et <i>Palinuridae</i>)	5,0
Chair musculaire de poissons (24) (25) non fumés	2,0
Viandes fumées et produits de viandes fumées	5,0
Crustacés et céphalopodes non fumés. La teneur maximale s'applique aux crustacés, à l'exception de la chair brune de crabe et à l'exception de la tête et de la chair du thorax du homard et des crustacés de grande taille semblables (<i>Nephropidae</i> et <i>Palinuridae</i>)	5,0
Mollusques bivalves	10

(24) Poissons de cette catégorie tels que définis dans la catégorie a)

(25) Lorsque le poisson doit être consommé entier, la teneur maximale s'applique au poisson entier.

ANNEXE III : MÉTHODES DE PRÉLÈVEMENT D'ÉCHANTILLONS ET D'ANALYSE POUR LE CONTRÔLE DE CERTAINS CONTAMINANTS DANS LES DENRÉES ALIMENTAIRES

CHAPITRE I

METHODE D'ANALYSE UTILISEE POUR LE CONTRÔLE DE N. TRIMETHYLAMINE (N.TMA)

La triméthylamine (TMA) résulte de la réduction de l'oxyde de triméthylamine, constituant caractéristique qui se rencontre uniquement dans les produits halieutiques, notamment marins.

Les produits de la pêche non transformés sont considérés comme impropres à la consommation humaine lorsque l'évaluation organoleptique révélant un doute sur leur fraîcheur, le contrôle chimique montre que la teneur en N-TMA dépasse 10 à 15 mg/100 g d'échantillon.

Les méthodes de routine utilisables pour le contrôle de la limite en TMA sont les suivantes :

- méthode de microdiffusion de Conway et Byrne (1933)
- méthode de distillation directe d'Antonacopoulos (1968)
- méthode de distillation d'un extrait déprotéinisé par l'acide trichloroacétique

La méthode de référence est la méthode de distillation d'un extrait déprotéinisé par l'acide perchlorique.

Le prélèvement consiste en une centaine de grammes de chair environ prélevés à au moins trois endroits distincts de l'échantillon et mélangés par broyage.

CHAPITRE II

DETERMINATION DU DIOXYDE DE SOUFRE

Les quantités maximales de sulfites sont exprimées en mg/kg ou mg/l de SO₂, selon le cas, et se rapportent à la quantité totale disponible en tenant compte de toutes les sources. Le SO₂ dont la teneur n'excède pas 10 mg/kg n'est pas considéré comme présent ;

- pour les crustacés et céphalopodes frais, congelés et surgelés, la teneur autorisée est de 150 mg/kg ou mg/l ;
- pour les crustacés des familles Penaeidae et Aristeidae les teneurs suivantes sont autorisées :
 - moins de 80 unités 150 mg/kg ou mg/l
 - entre 80 et 120 unités 200 mg/kg ou mg/l
 - plus de 120 unités 300 mg/kg ou mg/l
 - cuits 50 mg/kg ou mg/l

Les résidus de dioxyde de soufre SO₂ sont déterminés dans les crustacés qui sont souvent traités par sulfitation pour éviter leur noircissement. Pour ce faire, on utilise la méthode de Monier-Williams modifiée, décrite ci-après.

III.1 Objet et domaine d'application

Cette méthode s'applique au dosage du dioxyde de soufre total dans les produits agricoles et alimentaires, quelle que soit leur teneur en dioxyde de soufre.

III.2 Principe de la méthode

Cette méthode se base sur l'entraînement, par un courant d'azote, du dioxyde de soufre extrait du produit acidifié et chauffé, sa fixation et oxydation par barbotage dans une solution neutre diluée de peroxyde d'hydrogène puis le dosage de l'acide sulfurique formé par une solution titrée d'hydroxyde de sodium. La vérification du dosage, sur la solution obtenue après acidimétrie, se fait par précipitation sous forme de sulfate de baryum, et selon la teneur en dioxyde de soufre, soit par gravimétrie, soit par dosage néphélométrique.

III.3 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. L'eau doit être de l'eau distillée ou de pureté au moins équivalente. Les réactifs nécessaires sont :

- azote exempt d'oxygène,
- solution de peroxyde d'hydrogène à 9,1 g d'H₂O₂ par litre, exempte de sulfates,
- acide chlorhydrique, solution à environ 100 g d'HCl par litre, obtenue par dilution à 25 % (v/v) de l'acide concentré (densité = 1,19 g/ml),
- indicateur coloré préparé en dissolvant 100 mg de bleu de bromophénol dans 100 ml d'éthanol à 20 % (v/v). Cet indicateur est choisi parce qu'il n'entraîne pas d'interférence pour le contrôle du dosage par néphélométrie,
- solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N exempte de sulfates,
- solution d'hydroxyde de sodium 0,01 N exempte de sulfates,
- solution d'iode 0,02 N,
- empois d'amidon, à 5g/l contenant 200 g de chlorure de sodium par litre pour assurer sa conservation. Pour sa préparation maintenir l'empois 10 mn à l'ébullition,
- solution de pyrosulfite de potassium et de sel disodique d'EDTA préparée en dissolvant dans un peu d'eau 1,20 g de pyrosulfite de potassium (K₂S₂O₂) et 0,20 g du sel disodique de l'acide éthylènediamintétraacétique (EDTA) et les transvaser dans une fiole jaugée de 1.000 ml. Compléter au trait-repère avec de l'eau. L'EDTA est destiné à protéger l'ion sulfureux de l'oxydation par l'air, en complexant les traces d'ion cuivre,
- solution de saccharose à 100 g/l.

III.4 Appareillage

L'appareillage comprendra le matériel courant de laboratoire et notamment des pipettes, une semi-microburette de 10 ml, une burette de 25 ml, un homogénéisateur, une balance et un appareil à entraînement permettant le déplacement et l'entraînement du dioxyde de soufre et sa fixation sur la solution de peroxyde d'hydrogène.

L'appareil à entraînement comprendra un ballon à fond rond de 250 ml ou de capacité supérieure, un réfrigérant ascendant efficace et adaptable au ballon rond, une ampoule surmontant le ballon, une arrivée d'azote, un barboteur adaptable au réfrigérant, un disque de tôle ou d'amiante de 15 cm de diamètre, présentant une ouverture de 4 cm de diamètre et destiné à éviter toute pyrogénéation notamment des matières extractibles.

III.5 Essais de contrôle

L'appareil d'entraînement doit satisfaire aux trois essais de contrôle suivants :

- placer dans le ballon 100 ml d'eau et 5 ml de solution chlorhydrique à 100 g/l. Chauffer à reflux pendant une heure en faisant passer un courant d'azote, le barboteur étant garni de 5 ml d'eau. Le contenu du barboteur doit rester neutre,
- placer dans le ballon, 20 ml de la solution de saccharose à 100 g/l. Chauffer à reflux pendant une heure en faisant passer un courant d'azote. La solution de saccharose doit rester incolore et il ne doit pas y avoir de dépôt de caramel sur les parois du ballon. Cet essai est destiné à déterminer l'intensité du chauffage,
- placer dans le ballon 20 ml de la solution pyrosulfite de potassium et 5 ml de solution d'acide chlorhydrique. Effectuer l'entraînement et le dosage du dioxyde de soufre dans les mêmes conditions que pour le dosage proprement dit, mais sans addition de solutions d'acide chlorhydrique. Ensuite, déterminer directement la teneur en dioxyde de soufre contenu dans la solution de pyrosulfite de potassium en plaçant 20 ml de solution d'iode 0,02 N dans une fiole conique de 100 ml et en ajoutant 5 ml de solution d'acide chlorhydrique à 100 g d'HCl/litre et 20 ml de la solution de pyrosulfite à doser. Ajouter 1 ml d'empois d'amidon et l'amener au début de la coloration bleue en ajoutant goutte à goutte la solution d'iode.

Les teneurs en dioxyde de soufre doivent être égale à ± 1 % près.

III.6 Préparation de l'échantillon

Peser à 0,01 g près, entre 10 g et 100 g de l'échantillon pour essai, selon la teneur présumée en dioxyde de soufre, de sorte que la prise d'essai contienne au maximum 10 mg de dioxyde de soufre. Ajouter 100 ml d'eau et homogénéiser avant d'introduire l'ensemble dans le ballon.

III.7 Entraînement

- Placer dans l'ampoule, selon le cas, 50 ml d'eau et 5 ml de solution d'acide chlorhydrique à 100g/l. Dans le barboteur placer 3 ml de solution de peroxyde d'hydrogène à 9,1 g/l, 0,1 ml d'indicateur coloré (bleu de bromophénol) et neutraliser la solution de peroxyde d'hydrogène par la solution d'hydroxyde de sodium 0,01 N.
- Adapter le réfrigérant ascendant et le barboteur à l'appareil.
- Faire circuler un courant d'azote pour chasser l'air contenu dans le ballon et dans l'ensemble du dispositif.
- Faire écouler dans le ballon la solution diluée d'acide chlorhydrique contenue dans l'ampoule (si nécessaire interrompre un instant le courant d'azote).
- Porter lentement le contenu du ballon à l'ébullition, maintenir l'ébullition tout en faisant circuler régulièrement l'azote à raison d'une à deux bulles par seconde.

En général, le dioxyde de soufre est entraîné en 15 minutes, mais il est quelquefois nécessaire de prolonger davantage l'opération d'entraînement. On peut vérifier si l'entraînement du dioxyde de soufre a été total en remplaçant le barboteur par un autre garni d'une nouvelle charge de 3 ml de solution de peroxyde d'hydrogène neutralisée.

III.8 Titrage

Titre l'acide sulfurique formé par une solution d'hydroxyde de sodium 0,01 N ou 0,1 N selon la teneur présumée en dioxyde de soufre. Effectuer deux déterminations sur le même échantillon pour essai.

III.9 Expression des résultats

Un (1) ml de solution d'hydroxyde de sodium 0,01 N correspond à 0,32 mg de dioxyde de soufre. La teneur en dioxyde de soufre, exprimée en milligrammes par kg d'échantillon (ppm) est égale à :

$$0,32 \times \frac{V}{M} \times 10^3 = 320 \times \frac{V}{M}$$

Où M est la masse, en grammes, de la prise d'essai et V est le volume, en millilitres, de la solution 0,01 N d'hydroxyde de sodium utilisé.

Il faut prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations si les conditions de répétabilité sont remplies.

Si la solution 0,1 N d'hydroxyde de sodium a été utilisée, en tenir compte dans les calculs.

La différence entre les résultats de deux déterminations effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste ne doit pas excéder 5 % de la valeur moyenne.

III.10- Vérification :

Si le volume V de la solution d'hydroxyde de sodium, exprimé en 0,01 N est supérieur à 10 ml, il faut effectuer le dosage gravimétrique. Autrement ($V < 10$ ml), il faut effectuer le dosage par néphélométrie. Lorsque le volume V est inférieur à 5 ml, le dosage par néphélométrie est seul valable. Pour une prise d'essai de 100 g, cette limite de 5 ml correspond à une teneur en dioxyde de soufre de 16 mg par kilogramme. Au dessus de cette limite, le dosage acidimétrique est suffisant.

III.10.1- Vérification gravimétrique :

III.10.1.1 Réactifs

Les réactifs nécessaires sont :

- solution de chlorure de baryum à 100 g/l,
- acide chlorhydrique concentré (densité = 1,19),
- solution de lavage du précipité de sulfate de baryum préparée en dissolvant 26 mg de chlorure de baryum (BaCl_2) dans 1 ml d'acide chlorhydrique concentré et en complétant à 1.000 ml avec de l'eau.

III.10.1.2 Appareillage

Il faut disposer du matériel suivant :

- fioles coniques de 50 ml,
- pipettes,
- papier-filtre sans cendres,
- four chauffé à $800^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$,
- capsule.

III.10.1.3 Détermination

Verser dans une fiole conique le contenu du barboteur et les eaux ayant servi à son lavage. Le volume total doit être voisin de 25 ml. Ajouter 1 ml d'acide chlorhydrique concentré et porter à l'ébullition.

Ajouter goutte à goutte 2 ml de solution de chlorure de baryum, agiter puis laisser refroidir pendant 12 heures. Recueillir quantitativement le précipité de sulfate de baryum formé sur un papier filtre préalablement humecté d'eau bouillante. Laver le précipité avec 20 ml d'eau distillée tiède, puis 5 fois avec 20 ml de solution de lavage tiède. Essorer puis sécher.

Incinérer dans un four à 800°C pendant 2 heures le papier filtre contenant le précipité, placé dans une capsule préalablement séchée et tarée. Après refroidissement, peser à 0,001 g près le sulfate de baryum obtenu. Effectuer la vérification sur les 2 déterminations de SO_2 effectuées auparavant.

III.10.1.4 Expression des résultats

Un gramme de sulfate de baryum correspond à 0,2745 g de dioxyde de soufre.

La teneur en dioxyde de soufre exprimée en mg/kg d'échantillon est égale à :

$$0,2745 \times \frac{m_1}{m} \times 1.000, \text{ où } m_1 \text{ est la masse en g de sulfate de baryum et } m \text{ la masse de la prise d'essai pour la détermination de } \text{SO}_2.$$

Il faut prendre comme résultat la moyenne arithmétique de ces deux déterminations si les conditions de répétabilité sont remplies. La différence entre les résultats de deux déterminations effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste ne doit pas excéder 5 % de la valeur moyenne. Le résultat obtenu ne doit pas différer de 5 % de celui obtenu par la méthode acidimétrique.

Dans le cas où l'écart entre les résultats donnés par la méthode acidimétrique et la méthode gravimétrique est supérieure à 5 %, seul le résultat obtenu par gravimétrie doit être retenu.

III.10.2- Vérification par néphélométrie :

III.10.2.1 Réactifs

En plus des réactifs utilisés pour le dosage acidimétrique, il faut :

- une solution étalon d'acide sulfurique préparée en introduisant dans une fiole jaugée de 1.000 ml, 31,2 ml de solution titrée d'acide sulfurique 0,1 N et compléter au trait-repère avec de l'eau. Un millilitre de cette solution équivaut à 0,1 mg de SO₂,
- une solution de polyvinylpyrrolidone à 50 g/l exempte d'ions sulfuriques (masse moléculaire moyenne 85.000),
- solution mixte de chlorure de baryum et de polyvinylpyrrolidone préparée en mélangeant 80 ml de solution de chlorure de baryum à 100 g/l et 20 ml de solution de polyvinylpyrrolidone.

III.10.2.2 Appareillage

Il faut disposer du matériel suivant :

- fioles jaugées de 50 ml,
- pipettes ou burettes capables de délivrer 2, 4, 8, 16 et 25 ml,
- spectrophotomètre permettant des mesures à 650 nm de longueur d'onde.

III.10.2.3 Détermination

La courbe d'étalonnage est préparée en introduisant dans 6 fioles jaugées 0, 2, 4, 8, 12 et 16 ml de solution étalon d'acide sulfurique, 20 ml d'eau, 0,1 ml d'indicateur coloré, 1 ml de solution d'acide chlorhydrique et 5 ml de solution mixte. Ces volumes correspondent respectivement à 0 ; 0,2 ; 0,4 ; 0,8 ; 1,2 ; et 1,6 mg de SO₂. Ajuster au trait-repère avec de l'eau et homogénéiser. 15 à 20 minutes après, mesurer l'absorbance à 650 nm avec le spectrophotomètre.

Tracer la courbe d'étalonnage en portant les absorbances mesurées en fonction des concentrations en SO₂, en mg/l.

Si V est inférieur à 5 ml, verser le contenu du barboteur et les eaux ayant servi à son lavage dans une fiole jaugée de 50 ml. Ajouter un ml de solution d'acide chlorhydrique et 5 ml de la solution mixte, ajuster au trait-repère avec de l'eau et homogénéiser 15 à 20 minutes après, mesurer l'absorbance à 650 nm avec le spectrophotomètre.

Si V est entre 5 et 10 ml, verser le contenu du barboteur et les eaux ayant servi à son lavage dans une fiole jaugée de 50 ml. Compléter à 50 ml avec de l'eau. Introduire 25 ml de cette solution dans une fiole jaugée de 50 ml, ajouter un ml de solution d'acide chlorhydrique et 5 ml de la solution mixte, ajuster au trait-repère avec de l'eau et homogénéiser. 15 à 20 minutes après, mesurer l'absorbance à 650 nm avec le spectrophotomètre.

Effectuer la néphélométrie sur les deux déterminations réalisées sur le même échantillon pour essai.

III.10.2.4 Expression des résultats

La teneur en dioxyde de soufre, exprimée en mg/kg d'échantillon est égale à :

$$c \times \frac{1.000}{m}$$

où c est la concentration de SO₂ (mg/l) lue sur la courbe d'étalonnage et correspondant à l'absorbance mesurée m est masse, en g, de la prise d'essai.

Il faut prendre comme résultat la moyenne arithmétique de ces deux déterminations si les conditions de répétabilité sont remplies. La différence entre les résultats de deux déterminations effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste ne doit pas excéder 5 % de la valeur moyenne. Le résultat obtenu ne doit pas différer de 5 % de celui obtenu par la méthode acidimétrique.

Dans le cas où l'écart entre les résultats donnés par la méthode acidimétrique et la méthode gravimétrique est supérieure à 5 %, seul le résultat obtenu par gravimétrie doit être retenu.

CHAPITRE III

MÉTHODES DE PRÉLÈVEMENT D'ÉCHANTILLONS SUR LES PRODUITS D'ORIGINE ANIMALE EN VUE DE LA DÉTERMINATION DES NIVEAUX DE RÉSIDUS DE PESTICIDES POUR CONTRÔLER LE RESPECT DES LMR

1. OBJECTIF

Les échantillons destinés au contrôle officiel des niveaux de résidus de pesticides sont prélevés conformément aux méthodes décrites ci-après.

Ces procédures d'échantillonnage doivent permettre d'obtenir un échantillon représentatif d'un lot à analyser pour déterminer si les limites maximales de résidus (LMR) de pesticides établies sont respectées. Les méthodes et procédures définies comprennent celles qui ont été recommandées par la commission du *Codex Alimentarius*.

2. PRINCIPES

Les LMR sont établies sur la base des données de bonnes pratiques agricoles, et les produits de base ainsi que les aliments qui en sont issus satisfaisant aux LMR sont censés être toxicologiquement admissibles.

La LMR pour oeuf ou un produit laitier tient compte du niveau maximal pouvant être présent dans un échantillon composite obtenu à partir de multiples unités de produit traité, elle est censée représenter le taux moyen de résidus dans le lot. La LMR applicable à la viande et à la volaille tient compte du niveau maximal pouvant être présent dans les tissus d'animaux ou d'oiseaux individuels traités.

Par conséquent, les LMR applicables à la viande et à la volaille concernent un échantillon en vrac obtenu à partir d'un échantillon primaire unique, alors que les LMR applicables aux oeufs et aux produits laitiers concernent un échantillon en vrac composite obtenu à partir d'un nombre d'échantillons primaires compris entre 1 et 10.

3. DÉFINITION DES NOTIONS

Portion à analyser

Une quantité représentative du matériel prélevé sur l'échantillon à analyser, d'une taille permettant de mesurer la concentration en résidus.

Note: un dispositif de prélèvement d'échantillons peut être utilisé pour retirer la portion à analyser.

Échantillon à analyser

La matière préparée aux fins de l'analyse, à partir de l'échantillon de laboratoire, par séparation de la portion du produit à analyser puis mélangée, broyée, hachée menu, etc. pour prélever des portions à analyser avec le minimum d'erreurs d'échantillonnage.

Note: la préparation de l'échantillon à analyser doit refléter la procédure suivie pour établir les LMR et, par conséquent, la portion du produit à analyser peut comprendre des parties qui ne sont pas normalement consommées.

Échantillon en vrac

Pour les produits autres que la viande et la volaille, total combiné et soigneusement mélangé des échantillons primaires prélevés dans un lot. Pour la viande et la volaille, échantillons primaires considérés comme équivalant à l'échantillon en vrac.

Notes: a) Les échantillons primaires doivent fournir suffisamment de matière pour que tous les échantillons de laboratoire puissent être prélevés sur l'échantillon en vrac.

b) Lorsque des échantillons de laboratoire distincts sont préparés durant la collecte de l'échantillon/des échantillons primaires, l'échantillon en vrac est la somme théorique des échantillons de laboratoire au moment du prélèvement des échantillons dans le lot.

Échantillon de laboratoire

Échantillon envoyé au laboratoire ou reçu par ce dernier. Quantité représentative de matière prélevée dans l'échantillon en vrac.

- Notes: a) Un échantillon de laboratoire peut être constitué par la totalité ou une partie de l'échantillon en vrac.
b) Les unités ne doivent être ni découpées ni brisées pour produire l'échantillon/les échantillons de laboratoire, sauf dans les cas où la subdivision des unités est spécifiée au tableau 3.
c) Des doubles des échantillons de laboratoire peuvent être préparés.

Lot

Quantité de matière à usage alimentaire livrée en une seule fois et ayant – du moins à la connaissance de la personne habilitée à l'échantillonnage – des caractéristiques uniformes telles que même origine, même producteur, même variété, même emballer, même type de conditionnement, même marque, même expéditeur, etc. Un lot suspect est un lot qui, pour une raison quelconque, est soupçonné de contenir un résidu en quantité excessive. Un lot non suspect est un lot pour lequel il n'y a pas de raison de penser qu'il contient des résidus en quantité excessive.

- Notes: a) Lorsqu'une livraison est composée de lots qui peuvent être identifiés comme provenant de différents acteurs, etc., chaque lot doit être considéré séparément.
b) Une livraison peut comprendre un ou plusieurs lots.
c) Lorsque la taille ou les limites de chaque lot d'une expédition ne sont pas clairement fixées, chaque wagon, camion ou cargaison d'une série peut être considéré comme un lot distinct.
d) Un lot peut être mélangé par des processus de calibrage ou de fabrication, par exemple.

Échantillon primaire

Une ou plusieurs unités prélevées en un seul endroit dans le lot.

Notes: a) L'endroit du lot où l'échantillon primaire est prélevé devrait être choisi de préférence de façon totalement aléatoire; si cela n'est matériellement pas possible, l'endroit devrait être choisi de façon aléatoire dans les parties accessibles du lot.

- b) Le nombre d'unités requises pour constituer un échantillon primaire est déterminé par la taille minimale et par le nombre des échantillons de laboratoire requis.
c) Pour les oeufs et les produits laitiers, lorsque plusieurs échantillons sont prélevés sur un lot, chaque échantillon primaire devrait contribuer dans une même proportion à l'échantillon en vrac.
d) Lorsque les unités sont de taille moyenne ou grande et que le mélange des échantillons en vrac ne permettrait pas d'obtenir des échantillons de laboratoire plus représentatif, ou que les unités (par exemple oeufs) pourraient être endommagées par le mélange, elles peuvent être réparties de manière aléatoire entre les sous-échantillons de laboratoire au moment du prélèvement de l'échantillon/des échantillons primaires.
e) Lorsque les échantillons primaires sont prélevés à plusieurs reprises au cours du chargement ou du déchargement d'un lot, «l'endroit» du prélèvement est en fait un point dans le temps.
f) Les unités ne doivent être ni découpées ni brisées pour obtenir l'échantillon/les échantillons primaires, sauf si la subdivision des unités est spécifiée au tableau 3.

Échantillon

Une ou plusieurs unités sélectionnées dans une population d'unités ou une portion de matière sélectionnée dans une quantité plus importante. Dans le cadre de ces recommandations, un échantillon représentatif devrait représenter le lot, l'échantillon en vrac, l'animal, etc. sur le plan de la teneur en résidus de pesticides, et pas nécessairement par rapport à d'autres caractéristiques.

Échantillonnage

Procédure utilisée pour prélever et constituer un échantillon.

Dispositif d'échantillonnage

- i) Instrument tel que cuillère, louche, sonde, couteau ou fourchette utilisé pour prélever une unité d'un produit en vrac ou de paquets (tels que tonneaux, gros fromages) ou d'unités de viande ou de volaille qui sont trop grands pour être utilisés comme échantillons primaires.
ii) Un instrument tel qu'un diviseur d'échantillons utilisé pour préparer un échantillon de laboratoire à partir d'un échantillon en vrac ou pour préparer une portion à analyser d'un échantillon d'analyse.

- Notes: a) Des dispositifs d'échantillonnage spécifiques sont décrits dans les normes ISO (3) (4) (5) et FIL/IDF (6).
b) Pour les matériaux tels que les feuilles en vrac, la main de l'agent habilité à l'échantillonnage peut être considérée comme un dispositif d'échantillonnage.

(6) Fédération internationale de la laiterie, 1995. Norme FIL/IDF 50C: lait et produits laitiers – modes d'échantillonnage.

Nombre minimal d'échantillons primaires à prélever du lot

Agent habilité à l'échantillonnage

Une personne formée aux procédures d'échantillonnage et, le cas échéant, habilitée par les autorités compétentes à prélever des échantillons.

Note: l'agent habilité à l'échantillonnage est responsable de toutes les procédures, jusque et y compris la préparation, l'emballage et l'expédition de l'échantillon/des échantillons de laboratoire. Il doit être conscient que le respect le plus rigoureux des procédures d'échantillonnage spécifiées s'impose, il doit fournir une documentation complète pour les échantillons et il devrait collaborer étroitement avec le laboratoire.

Taille de l'échantillon

Le nombre d'unités, ou la quantité de matière, qui constitue l'échantillon.

Unité

La plus petite portion d'un lot qui doit être prélevée pour constituer la totalité ou une partie d'un échantillon primaire.

Note: les unités se définissent comme suit:

- a) Lorsqu'un dispositif d'échantillonnage peut être utilisé sans endommager le matériel, il peut servir à constituer des unités. Les oeufs ne peuvent être ni coupés ni brisés pour produire des unités;
- b) gros animaux ou parties ou organes de ceux-ci. Une portion, ou la totalité, d'une partie de l'organe spécifié constitue une unité. Les parties ou organes peuvent être coupés pour former des unités;
- c) petits animaux ou parties ou organes de ceux-ci. Chaque animal entier ou chaque partie d'organe complet peut constituer une unité. Si elles sont emballées, les unités peuvent être identifiées comme au point d). Lorsqu'un dispositif d'échantillonnage peut être utilisé sans affecter les résidus, il peut servir à constituer des unités;
- d) matériels emballés. Le conditionnement individuel le plus petit doit être considéré comme une unité. Lorsque les plus petits conditionnements sont encore très volumineux, ils doivent être échantillonnés comme des produits en vrac, comme au point e). Lorsque les plus petits conditionnements sont très petits, un lot de petits conditionnements peut constituer une unité;
- e) matériels en vrac et gros conditionnements (tels que tonneaux, fromages, etc.) qui sont individuellement trop volumineux pour constituer des échantillons primaires. Les unités sont constituées à l'aide d'un dispositif d'échantillonnage.

4. PROCÉDURES D'ÉCHANTILLONNAGE (7)

4.1. Précautions à prendre

Il convient d'éviter toute contamination ou détérioration des échantillons à tous les stades, étant donné que les résultats des analyses peuvent en être affectés. Chaque lot soumis au contrôle du respect des dispositions doit être échantillonné séparément.

4.2. Collecte d'échantillons primaires

Le nombre minimal d'échantillons primaires à prélever d'un lot figure au tableau 1, ou au tableau 2 dans le cas d'un lot de viande ou de volaille suspect. Chaque échantillon primaire devrait être prélevé à un endroit du lot choisi de manière aléatoire, dans la mesure du possible. Les échantillons primaires doivent être constitués suffisamment de matière pour fournir l'échantillon/les échantillons de laboratoire à prélever du lot.

Note: les dispositifs nécessaires à l'échantillonnage pour les produits laitiers (11) sont décrits par la FIL.

Tableau 1

Nombre minimal d'échantillons primaires à prélever d'un lot

	Nombre minimal d'échantillons primaires à prélever du lot
a) Viande et volaille	
Lot non suspect	1
Lot suspect	Déterminé conformément au tableau 2
	Nombre minimal d'échantillons primaires à prélever du lot
b) Autres produits	
i) Produits, conditionnés ou en vrac, dont on peut penser qu'ils sont bien mélangés ou bien homogènes	1 (un lot peut être mélangé par des processus de calibrage ou de fabrication, par exemple)
ii) Produits, conditionnés ou en vrac, qui peuvent ne pas être bien mélangés ou bien homogènes	Pour les produits constitués de grandes unités, s'agissant de produits alimentaires de base d'origine végétale uniquement, le nombre minimal d'échantillons primaires doit correspondre au nombre minimal d'unités exigées pour l'échantillon de laboratoire
Ou	
Poids du lot (en kg)	
< 50	3
50-500	5
> 500	10

Ou	
Nombre de boîtes, de cartons ou d'autres récipients du lot	
1-25	1
26-100	5
> 100	10

(7) Il est possible d'adopter les recommandations ISO pour l'échantillonnage des céréales ou d'autres produits expédiés en vrac, si nécessaire.

(8) Organisation internationale de normalisation, 1979. Norme ISO 950: céréales – prélèvement d'échantillons (en grains).

(9) Organisation internationale de normalisation, 1979. Norme ISO 951: légumineuses conditionnées – prélèvement d'échantillons.

(10) Organisation internationale de normalisation, 1980. Norme ISO 1839: prélèvement d'échantillons – thé.

(11) Fédération internationale de la laiterie, 1995. Norme FIL/IDF 50C: lait et produits laitiers – modes d'échantillonnage.

Tableau 2

Nombre d'échantillons primaires sélectionnés de manière aléatoire pour avoir la probabilité de trouver au moins un échantillon non conforme dans un lot de viande ou de volaille, pour une incidence donnée de résidus non conformes dans le lot

Incidence des résidus non conformes dans le lot	Nombre minimal d'échantillons primaires à prélever du lot		
	Nombre minimal d'échantillons (no) nécessaires pour détecter un résidu non conforme avec une probabilité de:		
%	90 %	95 %	99 %
90	1	–	2
80	–	2	3
70	2	3	4
60	3	4	5
50	4	5	7
Incidence des résidus non conformes dans le lot	Nombre minimal d'échantillons (no) nécessaires pour détecter un résidu non conforme avec une probabilité de:		
	40	35	30
40	5	6	9
35	6	7	11
30	7	9	13
25	9	11	17
20	11	14	21
15	15	19	29
10	22	29	44
5	45	59	90
1	231	299	459
0,5	460	598	919
0,1	2 301	2 995	4 603

Notes: a) Le tableau suppose un échantillonnage aléatoire.

b) Lorsque le nombre d'échantillons primaires indiqué dans le tableau 2 est supérieur d'environ 10 % au nombre d'unités contenues dans le lot total, le nombre d'échantillons primaires peut être inférieur et doit être calculé comme suit:

$$n = \text{no} / ((1 + (\text{no} - 1)) / N) \text{ où}$$

n = le nombre minimal d'échantillons primaires à prélever

no = le nombre d'échantillons primaires figurant au tableau 2

N = le nombre d'unités pouvant donner un échantillon primaire dans le lot.

c) Lorsqu'un seul échantillon primaire est prélevé, la probabilité de détecter un échantillon non conforme est analogue à l'incidence des résidus non conformes.

d) Pour déterminer avec exactitude les probabilités ou d'autres possibilités de probabilité, ou une incidence différente des échantillons non conformes, le nombre d'échantillons à prélever peut se calculer au moyen de la formule suivante:

$1 - p = (1 - i)^n$ où p est la probabilité et i l'incidence des résidus non conformes présents dans le lot (tous deux exprimés en fractions et non en pourcentages) et où n est le nombre d'échantillons.

4.3. Préparation de l'échantillon en vrac

Les procédures concernant la viande et la volaille sont décrites au tableau 3. Chaque échantillon primaire est considéré comme un échantillon en vrac distinct.

Les procédures concernant les oeufs ou les produits laitiers sont décrites au tableau 5. Les échantillons primaires devraient être combinés et bien mélangés si possible pour constituer l'échantillon en vrac.

S'il n'est pas possible de procéder à un mélange pour constituer l'échantillon en vrac, on peut suivre la procédure suivante. Lorsque les unités peuvent être endommagées (les résidus pouvant ainsi être affectés) par les opérations

de mélange ou de subdivision de l'échantillon en vrac ou lorsque de grandes unités ne peuvent être mélangées pour donner une distribution des résidus plus uniforme les unités devraient être réparties de manière aléatoire entre des échantillons de laboratoire subdivisés au moment du prélèvement des échantillons primaires. Dans ce cas, le résultat à utiliser devrait être la moyenne des résultats valables tirés de l'analyse des échantillons de laboratoire.

Tableau 3

Viande et volaille: description des échantillons primaires et taille minimale des échantillons de laboratoire

	Classification du produit (1)	Exemples	Nature de l'échantillon primaire à prélever	Taille minimale de chaque échantillon de laboratoire
Produits alimentaires primaires d'origine animale				
1.	Viandes de mammifères <i>Note:</i> pour le contrôle de conformité avec les LMR des pesticides liposolubles, les échantillons doivent être prélevés selon la section 2 visée ci-dessous			
1.1.	Gros mammifères, carcasse entière ou demi-carcasse, habituellement ≥ 10 kg	Bovins, ovins, porcins	Diaphragme entier ou partie du diaphragme, complété, le cas échéant, par le muscle cervical	0,5 kg, unité débarrassée de la peau et des os
1.2.	Petits mammifères, carcasse entière	Lapins	Carcasse entière ou pattes de derrière	complété, le cas échéant,
1.3.	Morceaux de viande de mammifères, individuels frais/réfrigérés/congelés, emballés ou non	Quartiers, côtes, steaks, épaules	Unité(s) entière(s) ou portion d'une unité importante	0,5 kg, unité débarrassée des os
1.4.	Morceaux de viande de mammifères, congelés en vrac	Quartiers, côtes	<i>Soit</i> une portion congelée prélevée dans un récipient, <i>soit</i> la totalité (ou des portions) de morceaux individuels	0,5 kg, unité débarrassée des os
2.	Graisses de mammifères y compris la graisse de la carcasse <i>Note:</i> des échantillons de graisse prélevés comme décrit aux sections 2.1, 2.2 et 2.3 peuvent être utilisés pour déterminer la conformité de la graisse, ou du produit tout entier, avec les LMR correspondantes			
2.1.	Gros mammifères à l'abattage, carcasse entière ou demi-carcasse, habituellement ≥ 10 kg	Bovins, ovins, porcins	Graisse de rognons, graisse abdominale ou sous-cutanée prélevée sur un seul animal	0,5 kg
2.2.	Petits mammifères à l'abattage, carcasse entière ou demi-carcasse < 10 kg		Graisse abdominale ou sous-cutanée prélevée sur un ou plusieurs animaux	0,5 kg
2.3.	Morceaux de viande de mammifères	Pattes, côtes, steaks	<i>Soit</i> graisse visible, prélevée sur une ou plusieurs unités, <i>soit</i> unité(s) entière(s) ou portions d'unité(s) entière(s), là où la graisse ne peut être détachée	0,5 kg 2 kg
2.4.	Tissu graisseux de mammifères en vrac		Unités prélevées avec un dispositif d'échantillonnage en 3 endroits au moins	0,5 kg
3.	Abats de mammifères			
3.1.	Foies de mammifères, frais/réfrigérés/congelés		Foie(s) entier(s), ou partie de foie	0,4 kg
	Classification du produit (1)	Exemples	Nature de l'échantillon primaire à prélever	Taille minimale de chaque échantillon de laboratoire
3.2.	Rognons de mammifères, frais/réfrigérés/congelés		Un ou les deux reins, prélevés sur un ou deux animaux	0,2 kg
3.3.	Coeurs de mammifères, frais/réfrigérés/congelés		Coeur(s) entier(s) ou portion du ventricule seulement si le coeur est gros	0,4 kg
3.4.	Autres abats de mammifères, frais/réfrigérés/congelés		Partie ou unité entière provenant d'un ou de plusieurs animaux ou coupe transversale prélevée sur le produit congelé en vrac	0,5 kg
4.	Viandes de volaille <i>Note:</i> pour le contrôle de conformité avec les LMR des pesticides liposolubles, les échantillons doivent être prélevés selon			

la section 5 visée ci-dessous				
4.1.	Carcasses de grands volatiles >2 kg	Dinde, oie, coq, chapon et canard	Cuisses, pilons ou chair autre que le blanc	0,5 kg, unité débarrassée de la peau et des os
4.2.	Carcasses de volatiles moyens, 500 g-2 kg	Poule, pintade, poulet	Cuisses, pilons ou chair autre que le blanc provenant d'au moins 3 volatiles	0,5 kg, unité débarrassée de la peau et des os
4.3.	Carcasses de volatiles moyens, carcasse < 500 g	Caille, pigeon	Carcasses d'au moins 6 volatiles	0,2 kg de tissu musculaire
4.4.	Morceaux de volatiles, frais/réfrigérés/congelés, emballés pour la vente au détail ou en gros	Pattes, quartiers, poitrines et ailes	Unités emballées, ou morceaux individuels	0,5 kg unité débarrassée de la peau et des os
5.	Graisses de volaille, y compris la graisse de la carcasse <i>Note: des échantillons de graisse prélevés comme décrit aux sections 5.1 et 5.2 peuvent être utilisés pour déterminer la conformité de la graisse ou du produit tout entier avec les LMR correspondantes</i>			
5.1.,	Volatiles à l'abattage, carcasses entières ou parties de carcasse	Poulets, dindes	Unités de graisse abdominale prélevée sur au moins 3 volatiles	0,5 kg
5.2.	Morceaux de chair de volatiles	Pattes, blancs de volaille	<i>Soit</i> graisse visible, prélevée sur la (les) unité(s) <i>soit</i> unité(s) entière(s) ou portions d'unité(s) entière(s), lorsque la graisse n'est pas détachable	0,5 kg 2 kg
5.3.	Tissu graisseux en vrac de volatiles		Unités prélevées avec un dispositif d'échantillonnage en 3 endroits au moins	0,5 kg
	Classification du produit (1)	Exemples	Nature de l'échantillon primaire à prélever	Taille minimale de chaque échantillon de laboratoire
6.	Abats de volaille			
6.1.	Abats de volaille comestibles, à l'exception du foie gras d'oie ou de canard et de produits analogues de grande valeur		Unités prélevées sur au moins 6 volatiles, ou coupe transversale prélevée dans un récipient	0,2 kg
6.2.	Foie gras d'oie ou de canard et produits analogues de grande valeur		Unité prélevée sur un volatile ou sur un récipient	0,05 kg
Aliments transformés, d'origine animale				
7.	Produits alimentaires secondaires d'origine animale, viandes séchées Produits comestibles dérivés d'origine animale, graisses animales transformées, y compris les graisses fondues ou extraites Produits alimentaires manufacturés (à un seul ingrédient) d'origine animale, avec ou sans agent de conditionnement ou avec ou sans ingrédients secondaires tels qu'agents aromatisants, épices et condiments, et qui sont normalement préemballés et prêts à la consommation, avec ou sans cuisson Produits alimentaires manufacturés (à plusieurs ingrédients) d'origine animale, un aliment à plusieurs ingrédients composé d'ingrédients, à la fois d'origine animale et végétale, figurera dans cette rubrique si le ou les ingrédients d'origine animale prédominent			
7.1.	Viande de mammifères ou de volaille hachée, cuite, mise en conserve, produits séchés, ou autrement traités, y compris les produits à ingrédients multiples	Jambon, saucisses, boeuf haché, pâté de volaille	Unités emballées, ou section transversale représentative prélevée dans un récipient, ou unité(s) (y compris, le cas échéant, jus), prélevée(s) à l'aide d'un dispositif d'échantillonnage	0,5 kg ou 2 kg si la teneur en graisse est < 5 %

Tableau 5

Oeufs et produits laitiers: description des échantillons primaires et taille minimale des échantillons de laboratoire

Produits alimentaires primaires d'origine animale				
	Classification du produit (1)	Exemples	Nature des échantillons primaires à prélever	Taille minimale de chaque échantillon de laboratoire
1.	oeufs de volailles			
1.1.	Oeufs, à l'exception des oeufs de caille et autres oeufs de ce type		Oeufs entiers	12 oeufs de poule entiers, 6 oeufs d'oie ou de cane entiers
1.2.	Oeufs de caille et oeufs de même type		Oeufs entiers	24 oeufs entiers
2.	Laits		Unités entières ou unités prélevées à l'aide d'un dispositif d'échantillonnage	0,5 l
Aliments transformés d'origine animale				
3.	Aliments secondaires d'origine animale, produits laitiers secondaires tels que laits écrémés, laits condensés et laits en poudre Produits comestibles dérivés d'origine animale, graisses du lait, produits laitiers dérivés tels que beurres, <i>butteroils</i> , crèmes, crèmes en poudre, caséines, etc.			
3.1.	Laits liquides, laits en poudre, laits et crèmes concentrés, crèmes glacées à base laitière, yaourts		Unité(s) emballée(s) ou unité(s) prélevée(s) à l'aide d'un dispositif d'échantillonnage	0,5 l (liquide) ou 0,5 kg (solide)
	i) Les laits et crèmes évaporés en vrac doivent être soigneusement mélangés avant l'échantillonnage, les matières adhérent aux parois et au fond du récipient doivent être détachées et le tout doit être vigoureusement agité. Prélever 2 à 3 litres et agiter de nouveau, avant de prélever l'échantillon du laboratoire ii) Les laits en poudre en vrac doivent être échantillonnés de manière aseptique en enfonçant une sonde sèche au coeur			
3.2.	Beurre	Beurre, beurre de sérum, pâtes à tartiner, à faible teneur en matière grasse, contenant des graisses du beurre, huile butyrique anhydre, graisse du lait anhydre	Unités entières ou parties d'unité(s) emballée(s) ou unité(s) prélevée(s) à l'aide d'un dispositif d'échantillonnage	0,2 kg ou 0,2 l
	Classification du produit (1)	Exemples	Nature des échantillons primaires à prélever	Taille minimale de chaque échantillon de laboratoire
3.3.	Fromages y compris fromages fondus			
	Poids unitaire de 0,3 kg ou plus		Unité(s) entière(s) ou unité(s) découpée(s) à l'aide d'un dispositif d'échantillonnage	0,5 kg
	Poids unitaire < 0,3 kg			0,3 kg
	<i>Note:</i> pour les fromages circulaires, prélever un morceau en faisant deux entailles à partir du centre du fromage. Pour les fromages rectangulaires, prélever un morceau en faisant deux entailles parallèles aux bords.			
3.4.	Produits à base d'oeufs liquides, congelés ou séchés		Unité(s) prélevée(s) de manière aseptique à l'aide d'un dispositif d'échantillonnage	0,5 kg

4.4. Préparation de l'échantillon de laboratoire

Lorsque le volume de l'échantillon en vrac est plus important que nécessaire pour un échantillon de laboratoire, il doit être divisé de façon à obtenir une portion représentative. Un procédé d'échantillonnage, la division en quatre, ou une autre méthode appropriée de réduction du volume peut être utilisé. Toutefois, les oeufs entiers ne doivent être ni coupés ni divisés. Le cas échéant, des doubles des échantillons de laboratoire doivent être prélevés à ce

stade ou peuvent être préparés selon la procédure décrite ci-dessus. Les tailles minimales requises pour les échantillons de laboratoire sont indiquées aux tableaux 3 et 5.

4.5. Fiche d'échantillonnage

L'agent habilité à l'échantillonnage doit noter la nature et l'origine du lot, le nom du propriétaire, du fournisseur ou du transporteur, la date et le lieu de l'échantillonnage et tout autre renseignement pouvant être utile. Tout écart par rapport à la méthode d'échantillonnage recommandée doit être consigné. Un exemplaire signé de la fiche doit accompagner chaque double d'échantillon de laboratoire et un exemplaire doit être conservé par l'agent habilité à l'échantillonnage. Un exemplaire de la fiche d'échantillonnage doit être remis au propriétaire du lot ou à son représentant, qu'il soit destiné ou non à recevoir un échantillon de laboratoire. Si les fiches d'échantillonnage sont établies par ordinateur, elles doivent être remises aux mêmes destinataires et un double vérifiable doit être conservé.

4.6. Conditionnement et envoi des échantillons de laboratoire

L'échantillon de laboratoire doit être placé dans un récipient propre et inerte, qui le protège correctement contre tout risque de contamination, de dommage ou de fuite. Le récipient doit être scellé, solidement étiqueté et la fiche d'accompagnement doit être jointe. Lorsqu'on utilise un code à barres, il est recommandé de fournir aussi les renseignements alphanumériques. L'échantillon doit être envoyé au laboratoire dès que possible. Toute détérioration en cours de transport doit être évitée, par exemple, les échantillons frais doivent être conservés au frais et les échantillons congelés doivent rester congelés. Les échantillons de viande et de volaille doivent être congelés avant l'expédition, à moins qu'ils ne soient transportés au laboratoire avant une éventuelle détérioration.

4.7. Préparation des échantillons à analyser

Il y a lieu d'attribuer à l'échantillon de laboratoire un code particulier qui, de même que la date de réception et la taille de l'échantillon, doit être mentionné sur la fiche d'échantillonnage. La portion du produit à analyser (1) (2), c'est-à-dire l'échantillon à analyser, devrait être séparée dès que possible. Lorsque le niveau de résidus doit être calculé de façon à inclure des parties qui ne sont pas analysées, le poids des portions séparées doit être noté.

4.8. Préparation et stockage de la portion à analyser

L'échantillon destiné à l'analyse doit être fractionné, s'il y a lieu, et bien mélangé, pour permettre le prélèvement de portions représentatives aux fins de l'analyse. La taille de la portion soumise à l'analyse doit être fonction de la méthode d'analyse et de l'efficacité du mélange. Les méthodes utilisées pour le fractionnement et pour le mélange doivent être consignées et ne pas avoir d'incidence sur les résidus présents dans l'échantillon à analyser. Le cas échéant, l'échantillon à analyser doit être traité dans des conditions particulières.

Lorsque le traitement risque d'affecter les résidus et lorsqu'il n'existe pas de solution de rechange praticable, la portion à analyser peut consister en unités entières ou en parties d'unités entières. Si la portion à analyser consiste en un petit nombre d'unités ou de segments, il est vraisemblable qu'elle sera peu représentative de l'échantillon à analyser et un nombre suffisant de portions similaires doit être analysé de manière à indiquer le degré d'incertitude de la valeur moyenne. Si les portions destinées à l'analyse doivent être préalablement stockées, la méthode et la durée du stockage ne doivent pas affecter le niveau des résidus présents. Des portions supplémentaires doivent être prélevées, si nécessaire, en vue de l'analyse de duplication et de confirmation.

5. CRITÈRES DE CONFORMITÉ

Les résultats de l'analyse doivent être obtenus à partir d'un ou plusieurs échantillons de laboratoire prélevés sur un lot et se trouvant dans un état approprié pour l'analyse. Les résultats doivent être corroborés par des données de contrôle de qualité admissibles (13). Si un résidu dépasse une LMR, son identité doit être confirmée et sa concentration vérifiée par l'analyse d'une ou plusieurs portions d'analyse supplémentaires prélevées sur l'échantillon ou les échantillons de laboratoire originaux.

La LMR s'applique à l'échantillon en vrac.

Le lot est jugé conforme à une LMR donnée lorsque le ou les résultats de l'analyse ne dépassent pas cette LMR.

Si les résultats obtenus pour l'échantillon en vrac dépassent la LMR, la décision de rejeter le lot doit tenir compte:

i) des résultats obtenus à partir d'un ou plusieurs échantillons de laboratoire selon le cas, et

ii) de l'exactitude et de la précision de l'analyse, indiquées par les données relatives au contrôle de la qualité.

(13) Procédures de contrôle de la qualité pour l'analyse des résidus de pesticides. Document SANCO/3103/2000.

CHAPITRE IV :

METHODES DE PRELEVEMENT D'ECHANTILLONS ET METHODES D'ANALYSE POUR LE CONTROLE OFFICIEL DES TENEURS EN PLOMB, EN CADMIUM, EN MERCURE, EN ETAIN INORGANIQUE, EN 3-MCPD ET EN BENZO(a) PYRENE DANS LES DENREES ALIMENTAIRES

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). Dans le cas du poisson, la taille de l'animal doit également être comparable;

«sous-lot»: la partie d'un lot de grande taille désignée afin d'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.

B. MODES DE PRÉLÈVEMENT D'ÉCHANTILLONS

B.1. GÉNÉRALITÉS

B.1.1. Personnel

Le prélèvement est effectué par une personne mandatée à cet effet.

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 doivent être prises afin d'éviter toute altération pouvant modifier les teneurs en contaminants ou affecter les analyses ou 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** du présent arrêté.

B.1.5. Préparation de l'échantillon global

L'échantillon global est obtenu en assemblant 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. 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, les pertes de substance à analyser par adsorption sur la paroi interne du récipient 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.

B.1.8. Fermeture et étiquetage des échantillons

Chaque échantillon officiel est scellé sur le lieu de prélèvement et identifié selon les prescriptions en vigueur dans les États membres.

Pour chaque prélèvement, il est dressé un procès-verbal d'échantillonnage, permettant d'identifier sans ambiguïté (la référence au numéro de lot est indiquée) le lot ou sous-lot échantillonné et mentionnant la date et le lieu d'échantillonnage, ainsi que toute information supplémentaire pouvant être utile à l'analyste.

B.2. PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE

Les lots de grande taille sont subdivisés en sous-lots, sous réserve que les sous-lots puissent être séparés physiquement. Pour les produits commercialisés en vrac (les céréales, par exemple), le tableau 1 s'applique.

Pour les autres produits, le tableau 2 est d'application. 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 %.

L'échantillon global doit être d'au moins 1 kilo 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.

S'il s'agit de produits liquides en vrac, dans la mesure du possible et pour autant que la qualité du produit n'en souffre pas, le lot ou le sous-lot est soigneusement mélangé ou homogénéisé, soit par un procédé manuel, soit par un procédé mécanique, juste avant l'échantillonnage. Dans ce cas, on peut supposer une distribution homogène des contaminants concernés à l'intérieur d'un lot ou sous-lot donné. Il suffit dès lors de prélever trois échantillons élémentaires par lot ou sous-lot pour constituer l'échantillon global. Tous les échantillons élémentaires ont un poids semblable. Chaque échantillon élémentaire pèse au moins 100 grammes ou 100 millilitres formant un échantillon global d'au minimum 1 kilogramme ou 1 litre. Toute dérogation à cette méthode est signalée dans le procès-verbal prévu au **point B.1.8** du présent arrêté.

Tableau 1
Subdivision des lots en sous-lots pour les 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 des lots en sous-lots pour les autres produits

Poids du lot (en tonnes)	Poids ou nombre des sous-lots
≥ 15	15-30 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 présente en emballages ou en unités distincts, le nombre d'emballages ou d'unités 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 un emballage ou unité
26-100	5 % environ, au moins deux emballages ou unités
> 100	5 % environ, dix emballages ou unités au maximum

Les teneurs maximales en étain inorganique s’appliquent au contenu de chaque boîte. Il est toutefois nécessaire de recourir à un échantillon global pour des raisons pratiques. Si le résultat du test auquel est soumis un échantillon global de boîtes n’est que légèrement inférieur à la teneur maximale autorisée en étain inorganique et si l’on peut supposer que certaines boîtes sont susceptibles de dépasser cette teneur maximale, des analyses plus approfondies peuvent s’avérer nécessaires.

B.3. ÉCHANTILLONNAGE AU STADE DU COMMERCE DE DÉTAIL

Le prélèvement d’échantillons (ou «l’échantillonnage») de denrées alimentaires au stade du commerce de détail est, dans la mesure du possible, effectué conformément aux dispositions en la matière mentionnées aux points B.1 et B.2 du présent arrêté.

En cas d’impossibilité, une autre méthode de prélèvement au stade du commerce de détail peut être utilisée, à condition qu’elle garantisse une représentativité suffisante du lot ou du sous-lot échantillonné.

PARTIE C

PRÉPARATION ET ANALYSE DES ÉCHANTILLONS

C.1. NORMES DE QUALITÉ APPLICABLES AUX LABORATOIRES

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» (2) 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. Il peut s’agir, par exemple, des «ISO/AOAC/IUPAC Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories» (3).

(2) «The international harmonized protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories», M. Thompson, S.L.R. Ellison and R. Wood, Pure Appl. Chem., 2006, 78, 145-96.

(3) Édité par M. Thompson et R. Wood, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 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.

Procédures spécifiques de préparation de l’échantillon

C.2.2.1. Procédures spécifiques applicables au plomb, au cadmium, au mercure et à l’étain inorganique

L’analyste doit veiller à ce que les échantillons ne soient pas contaminés pendant leur préparation. Dans la mesure du possible, les appareils et équipements entrant en contact avec l’échantillon ne doivent pas contenir les métaux recherchés et doivent être fabriqués en matériaux inertes, par exemple des matières plastiques telles que le polypropylène, le polytétrafluoroéthylène (PTFE), etc. Ils doivent être nettoyés à l’acide pour réduire au minimum le risque de contamination. De l’acier inoxydable de haute qualité peut être utilisé pour les tranchants. De nombreuses procédures spécifiques de préparation des échantillons peuvent être utilisées de manière satisfaisante pour les produits considérés. Celles décrites dans la norme du CEN «Produits alimentaires – dosage des éléments traces –

critères de performance, généralités et préparation des échantillons» ont été jugées satisfaisantes, mais d'autres peuvent être également valables.

Pour l'étain inorganique, il y a lieu de veiller à ce que la totalité de l'étain soit mise en solution, étant donné que des pertes se produisent facilement, en particulier du fait de l'hydrolyse en espèces d'oxyde Sn(IV) hydraté insolubles.

C.2.2.2. Procédures spécifiques applicables au benzo(a)pyrène

L'analyste doit veiller à ce que les échantillons ne soient pas contaminés pendant leur préparation. Les récipients sont rincés à l'acétone ou à l'hexane d'une grande pureté avant de les utiliser, afin de limiter autant que possible le risque de contamination. Dans la mesure du possible, les appareils et équipements entrant en contact avec l'échantillon sont fabriqués en matériaux inertes, par exemple en aluminium, en verre ou en acier inoxydable poli. Les matières plastiques telles que le polypropylène, le PTFE, etc., doivent être évitées car l'analyte peut être adsorbé sur ces matériaux.

C.2.3. Traitement de l'échantillon reçu dans le laboratoire

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

C.2.4. 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 la matière homogénéisée, à moins que cette procédure ne soit contraire à la législation des États membres concernant le droit des exploitants du secteur alimentaire.

(1) Norme EN 13804:2002: «Produits alimentaires – dosage des éléments traces – critères de performance, généralités et préparation des échantillons».

C.3. 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 $r = 2,8 \times sr$.

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

«RSDr» = écart type relatif calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de répétabilité
[[sr/) $\times 100$].

«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 %); $R = 2,8 \times sR$.

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

«RSDR» = écart type relatif, calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de reproductibilité
[[sR/) $\times 100$].

«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 ($n > 20$).

«HORRATr» = le RSDr observé divisé par la valeur du RSDr estimée à partir de l'équation de Horwitz (1) en postulant que $r = 0,66R$.

«HORRATR» = la valeur observée du RSDR divisée par la valeur du RSDR calculée à partir de l'équation de Horwitz.

«u» = l'incertitude de mesure standard.

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

«Uf» = l'incertitude de mesure standard maximale.

C.3.2. Exigences générales

Les méthodes d'analyse utilisées pour le contrôle des denrées alimentaires doivent satisfaire aux dispositions prévues à cet effet.

Les méthodes d'analyse de l'étain total conviennent aux contrôles officiels des teneurs en étain inorganique.

C.3.3. Exigences spécifiques

C.3.3.1. Critères de performance

Dans le cas où aucune méthode spécifique n'est prescrite pour la détermination des teneurs en contaminants dans les denrées alimentaires, les laboratoires sont libres d'appliquer la méthode d'analyse validée de leur choix (dans la mesure du possible, la validation inclut un matériau de référence certifié) à condition qu'elle remplisse les critères de performance spécifiques indiqués dans les tableaux 5 à 7.

Tableau 5

Critères de performance des méthodes d'analyse applicables au plomb, au cadmium, au mercure et à l'étain inorganique

Paramètre	Valeur/commentaire
Applicabilité	Denrées alimentaires figurant dans le présent arrêté
LOD	Pour l'étain inorganique, moins de 5mg/kg Pour les autres éléments, moins d'un dixième de la valeur maximale fixée dans le présent arrêté, sauf si la teneur maximale en plomb est inférieure à 100 µg/kg. Dans ce dernier cas, pas plus du cinquième de la teneur maximale.
LOQ	Pour l'étain inorganique, moins de 10 mg/kg Pour les autres éléments, moins d'un cinquième de la teneur maximale fixée dans le présent arrêté, sauf si la teneur maximale en plomb est inférieure à 100 µg/kg. Dans ce dernier cas, moins de deux cinquièmes de la teneur maximale
Fidélité	HORRATr ou HORRATR inférieures à 2
Récupération	Les dispositions du point D.1.2 s'appliquent
Spécificité	Absence d'interférences dues à la matrice ou spectrales.

Tableau 6

Critères de performance des méthodes d'analyse applicables au 3-MCPD

Critère	Valeur recommandée	Concentration
Echantillons témoins	Inférieure à la limite de détection (LOD)	—
Récupération	75-110 %	entier
LOD	5 µg /kg (ou moins) sur la base de la matière sèche	
LOQ	10 (ou moins) µg /kg sur la base de la matière sèche	—
Fidélité	< 4 µg /kg	20 µg /kg
	< 6 µg /kg	30 µg /kg
	< 7 µg /kg	40 µg /kg
	< 8 µg /kg	50 µg /kg
	< 15 µg /kg	100 µg /kg

Tableau 7

Critères de performance des méthodes d'analyse applicables au benzo(a)pyrène

Paramètre	Valeur/commentaire
Applicabilité	Denrées alimentaires figurant dans le présent arrêté
LOD	Moins de 0,3 µg/kg
LOQ	Moins de 0,9 µg/kg
Fidélité	HORRATr ou HORRATR inférieures à 2.
Récupération	50-120 %
Spécificité	Absence d'interférences dues à la matrice ou spectrales, vérification de la détection positive.

C.3.3.2. Approche de la fonction d'incertitude

Lorsqu'il existe un nombre limité de méthodes d'analyse entièrement validées, on peut choisir d'adopter une démarche fondée sur l'approche de la fonction d'incertitude pour évaluer l'adéquation de la méthode d'analyse. Les méthodes adéquates pour les contrôles officiels doivent produire des résultats présentant une mesure d'incertitude inférieure à l'incertitude standard maximale, calculée au moyen de la formule suivante:

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

dans laquelle:

U_f est l'incertitude de mesure normalisée maximale (µg/kg);

LOD est la limite de détection de la méthode (µg/kg);

C est la concentration présentant un intérêt (µg/kg);

α est un facteur numérique dépendant de la valeur de C. Les valeurs à utiliser sont données dans le tableau 8.

Tableau 8

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

C (µg/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 dans le présent arrêté.

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 doit être mentionné.

Si la méthode d'analyse ne comporte aucune phase d'extraction (pour les métaux, par exemple), 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). Il y a lieu de mentionner que le résultat est indiqué non corrigé au titre de la récupération.

D.1.3. Incertitude de la 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 communautaire relative aux denrées alimentaires et aux aliments pour animaux.

D.2. INTERPRÉTATION DES RÉSULTATS

D.2.1. Acceptation d'un lot ou 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 présent arrêté, 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 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 présent arrêté, 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 ici définies sont applicables 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.

Tableau 4 : Critères de performance des méthodes d'analyse relatives au Plomb, au cadmium et au mercure (eaux et sédiments)

Paramètre	Valeur / commentaire
Applicabilité	Eaux de mer et sédiments
Limite de détection	De plus ou moins 30 % dans le cas des eaux superficielles, 01g/l ou un dixième de la concentration en cadmium, en mercure spécifiée par l'objectif de qualité, la valeur la plus élevée étant à retenir, - dans le cas de sédiments, un dixième de la concentration du cadmium, du mercure de l'échantillon ou 0,1 mg/kg et 0,05 mg/kg Poids sec, séchage effectué entre 105 et 110°C à poids constant, la valeur la plus élevée étant à retenir.
Limite de quantification	Pas plus du cinquième de la valeur, sauf si la valeur pour le plomb est inférieure à 0,1mg/kg. Dans ce dernier cas, pas plus de deux cinquièmes de la valeur précisée
Précision	De plus ou moins 30 %

Dans la mesure du possible, la validation des méthodes utilisées inclura, dans les matériaux de test des essais collectifs, un matériau de référence certifié. Ces méthodes doivent également répondre aux critères de performance qui figurent dans le tableau 3.

CHAPITRE VI :

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.

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.

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.

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.

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. 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

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.

La taille de l'échantillon global, pour les oeufs de poule, est au moins de douze oeufs (pour des lots en vrac comme pour des lots se présentant en emballages distincts, voir tableaux 3 et 4).

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.

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

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 compte tenu de l'incertitude de mesure.

Le lot est considéré comme ne respectant pas la teneur maximale fixée dans le présent arrêté 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 ($CC\alpha$).

Un lot ou sous lot n'est pas conforme si la valeur mesurée est égale ou supérieure à la $CC\alpha$.

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.

(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.

CHAPITRE VII :

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 oeuvre 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, puis elles sont additionnées de façon à donner la concentration totale en composés de type dioxine, exprimée en équivalents toxiques (TEQ).

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.
- Les laboratoires doivent être agréés par un organisme habilité, 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 bio essais 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 (RSDR est l'écart type relatif calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de reproductibilité).
- Les méthodes de dépistage peuvent comprendre des bio essais 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 (RSDR)	< 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 ¹³C et des étalons internes de PCB de type dioxine marqués au ¹³C 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 ¹³C ainsi que la totalité des douze étalons internes de PCB de type dioxine marqués au ¹³C.

Des facteurs de réponse relatifs doivent également être déterminés dans le cas des congénères pour lesquels aucun analogue marqué au ¹³C 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 oeuvre 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 bio essais, 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 bio essais, 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 bio essais 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 bios essais. 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 bio essais cellulaires et au point 7.4 de la présente annexe pour les bio essais 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 bio essais et ceux de la CGHR/SMHR doivent être fournies.

7.3. Prescriptions spécifiques aux bio-essais cellulaires

- Pour les bio-essais, 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 bio essai 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 bios essais réalisés au moyen de kits

- Il convient de veiller à ce que les bios essais 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 +/- 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 CC α 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

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	<i>PCB non ortho</i>	
1,2,3,7,8-PeCDD	1	PCB 77	0,0001
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB 81	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB 126	0,1
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1	PCB 169	0,01
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01		
OCDD	0,0001		
Dibenzofurannes (PCDF)		<i>PCB mono-ortho</i>	
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.

CHAPITRE VIII :

VALEURS LIMITES EN AZOTE BASIQUE VOLATIL TOTAL (ABVT) POUR CERTAINES CATÉGORIES DE PRODUITS DE LA PÊCHE ET MÉTHODES D'ANALYSE À UTILISER

1. Les produits de la pêche non transformés appartenant aux catégories d'espèces mentionnées au chapitre II sont considérés comme impropres à la consommation humaine lorsque l'évaluation organoleptique suscite un doute sur leur fraîcheur et que le contrôle chimique montre que les limites suivantes en ABVT sont dépassées:

a) 25 mg d'azote/100 g de chair des espèces appartenant à la famille des *Sebastes* spp., *Helicolenus dactylopterus*, *Sebastichthys capensis*

b) 30 mg d'azote/100 g de chair des espèces appartenant à la famille des *Pleuronectidae* (à l'exception du flétan: *Hippoglossus* spp.);

c) 35 mg d'azote/100 g de chair des *Salmo salar*, espèces appartenant à la famille des *Merluccidae*, espèces appartenant à la famille des *Gadidae*.

Pour les autres espèces, des spécialistes préconisent les limites en ABVT du tableau ci-dessous.

Relation entre la fraîcheur et la teneur en ABVT (exprimé en mg NH₃/100 g)

TYPE DE PRODUIT	QUALITE EXTRA	QUALITE A	QUALITE B	NON ADMIS
1- Poissons osseux*	< 20	20 à 30	30 à 40	> 40
2- Poissons cartilagineux*	< 40	40 à 80	80 à 200	> 200
3- Crustacés**		< 35	35 à 45	> 45
4- Céphalopodes**		< 36,5	36,5 à 54,6	> 54,6

* Les poissons sont classés en quatre (4) catégories de fraîcheur, alors que ** les crustacés et les Céphalopodes sont classés uniquement en trois (3) classes.

La méthode de référence pour contrôler la teneur en ABVT consiste à distiller un extrait déprotéiné par l'acide perchlorique.

2. La distillation doit être réalisée à l'aide d'un dispositif conforme au schéma présenté ci-dessous.

3. Les méthodes de routine utilisables pour le contrôle de la valeur limite en ABVT sont les suivantes:

- la micro diffusion, décrite par Conway et Byrne (1933),
- la distillation directe, décrite par Antonacopoulos (1968),
- la distillation d'un extrait déprotéiné par l'acide trichloracétique [comité du Codex Alimentarius pour les poissons et produits de la pêche (1968)].

4. L'échantillon doit consister en 100 grammes de chair environ, prélevés en trois endroits différents au moins et mélangés par broyage.

Il est recommandé aux laboratoires officiels l'utilisation en routine de la méthode de référence susmentionnée. En cas de doute ou de litige concernant les résultats de l'analyse effectuée par l'une des méthodes de routine, seule la méthode de référence peut être utilisée pour vérifier ces résultats.

CHAPITRE IX

DÉTERMINATION DE LA CONCENTRATION EN ABVT DANS LES POISSONS ET LES PRODUITS DE LA PÊCHE

Procédure de référence

1. Objet et champ d'application

La présente méthode décrit la procédure de référence pour la détermination de la concentration en ABVT dans les poissons et les produits de la pêche. Elle s'applique à des concentrations comprises entre 5 mg/100 g et 100 mg/100 g au moins.

2. Définition

Par «concentration en ABVT», on entend la teneur en azote des bases azotées volatiles telle que déterminée par la procédure décrite.

Elle s'exprime en mg/100 g.

3. Brève description

Les bases azotées volatiles sont extraites d'un échantillon au moyen d'une solution d'acide perchlorique à 0,6 mol/l. Après alcalinisation, l'extrait est soumis à une distillation à la vapeur et les constituants basiques volatils sont absorbés par un récepteur acide. La concentration en ABVT est déterminée par titrage des bases absorbées.

4. Substances chimiques

Sauf indication contraire, il convient d'utiliser des produits chimiques ayant la qualité de réactifs. L'eau utilisée doit être distillée ou déminéralisée et de pureté au moins équivalente. Sauf indication contraire, on entend par «solution» une solution aqueuse répondant aux caractéristiques suivantes:

- a) solution d'acide perchlorique = 6 g/100 ml;
- b) solution d'hydroxyde de potassium = 20 g/100 ml;
- c) solution standard d'acide chlorhydrique à 0,05 mol/l (0,05 N);

Note: avec un appareil de distillation automatique, le titrage doit se faire avec une solution standard d'acide chlorhydrique à 0,01 mol/l (0,01 N).

- d) solution d'acide borique = 3 g/100 ml;
- e) agent antimoissant à base de silicone;
- f) solution de phénolphtaléine = 1 g/100 ml d'éthanol à 95 %;
- g) indicateur (Tashiro Mixed Indicator): dissoudre 2 g de rouge de méthyle et 1 g de bleu de méthylène dans 1 000 ml d'éthanol à 95 %.

5. Instruments et accessoires

- a) Hachoir donnant un hachis de poisson suffisamment homogène.
- b) Mélangeur à grande vitesse, dont la vitesse de rotation est comprise entre 8 000 et 45000 tours/minute.
- c) Filtre plissé de 150 mm de diamètre à filtrage rapide.
- d) Burette de 5 ml graduée en centième de millilitre.
- e) Dispositif de distillation à la vapeur. Ce dispositif doit être muni d'un système permettant de réguler le débit de vapeur et de produire un volume de vapeur constant sur une période donnée. Il doit être conçu de telle sorte que pendant l'adjonction de substances alcalinisantes, les bases libres résultantes ne puissent s'échapper.

6. Exécution

Avertissement: lors de la manipulation d'acide perchlorique, qui est très corrosif, il convient de prendre les précautions et mesures préventives qui s'imposent. Les échantillons doivent, dans la mesure du possible, être préparés dans les plus brefs délais après leur arrivée, conformément aux instructions suivantes:

a) Préparation de l'échantillon

Broyer soigneusement l'échantillon à analyser dans un hachoir conforme aux spécifications du point 5 a).

Prélever 10 g + 0,1 g de l'échantillon broyé et placer le prélèvement dans un récipient adapté. Ce prélèvement est mélangé avec 90,0 ml d'une solution d'acide perchlorique conforme aux spécifications du point 4 a), homogénéisé pendant deux minutes au moyen d'un mélangeur conforme aux spécifications du point 5 b), puis filtré.

L'extrait ainsi obtenu peut être conservé pendant au moins sept jours à une température comprise entre + 2 et + 6 °C environ.

b) Distillation à la vapeur d'eau

Mettre 50,0 ml de l'extrait obtenu conformément au point a) dans un appareil de distillation à la vapeur [point 5 e)]. Pour une vérification ultérieure de l'alcalinisation de l'extrait, ajouter plusieurs gouttes de phénolphtaléine [point 4 f)]. Après adjonction de quelques gouttes d'agent antimoissant à base de silicone, ajouter à l'extrait 6,5 ml de solution de soude caustique [point 4 b)] et commencer immédiatement la distillation à la vapeur.

Régler le dispositif de distillation de façon à obtenir environ 100 ml de distillat en 10 minutes. Immerger le tube d'écoulement du distillat dans un réceptacle contenant 100 ml d'une solution d'acide borique [point 4 d)], à laquelle ont été ajoutées 3 à 5 gouttes d'indicateur [point 4 g)]. Arrêter la distillation après exactement 10 minutes. Enlever le tube d'écoulement du réceptacle et le rincer à l'eau. Les bases volatiles contenues dans la solution du réceptacle sont déterminées par titrage avec une solution standard d'acide chlorhydrique [point 4 c)].

Le pH du point limite devrait être de $5,0 \pm 0,1$.

c) Titrage

Les analyses doivent être effectuées en double. La méthode appliquée est correcte si la différence entre les deux analyses ne dépasse pas 2 mg/100 g.

d) Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc conformément au point b). À la place de l'extrait, utiliser 50,0 ml de solution d'acide perchlorique [point 4, a)].

7. Calcul de la concentration en ABVT

Calculer la concentration en ABVT par titrage de la solution du réceptacle avec de l'acide chlorhydrique [point 4, c)] en appliquant l'équation suivante:

$$\text{ABVT (en mg/100 g)} = \frac{(V1 - V0) \times 0,14 \times 2 \times 100}{M}$$

V1 = volume d'acide chlorhydrique à 0,01 mol/l en ml pour l'échantillon

V0 = volume d'acide chlorhydrique à 0,01 mol/l en ml pour le témoin

M = masse de l'échantillon en g.

Remarques

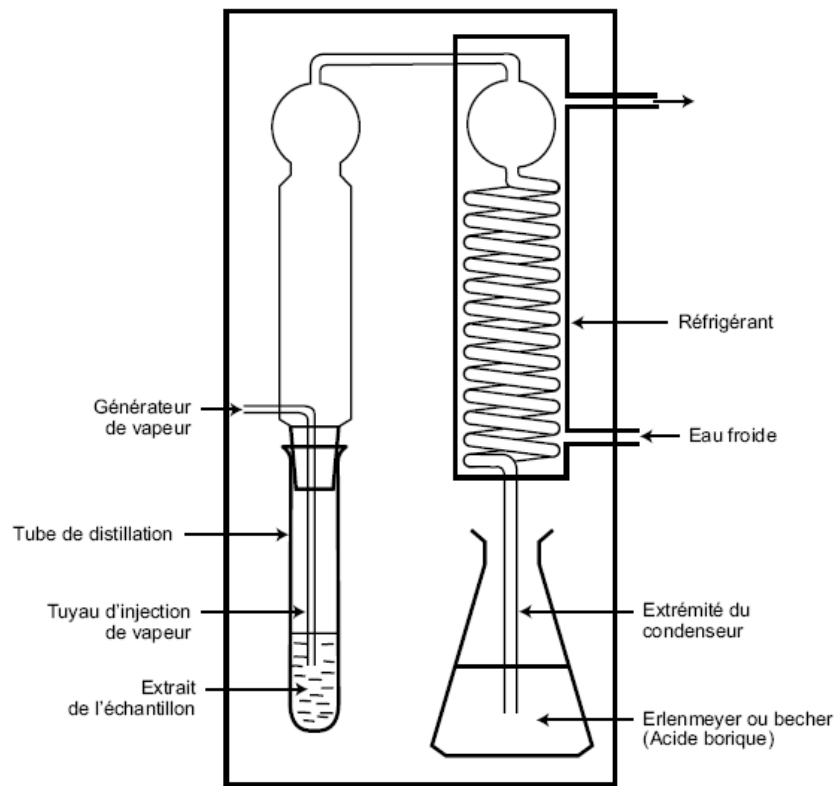
1. Les analyses doivent être effectuées en double. La méthode appliquée est correcte si la différence entre les deux analyses ne dépasse pas 2 mg/100 g.

2. Vérifier l'équipement en distillant des solutions de NH₄Cl équivalant à 50 mg d'ABVT/100 g.

3. Écart type de reproductibilité $S_r = 1,20$ mg/100 g.

Écart type de comparabilité $S_R = 2,50$ mg/100 g.

DISPOSITIF DE DISTILLATION À LA VAPEUR DE L'ABVT



CHAPITRE X

CRITERE DE QUALITE POUR LES METHODES ANALYTIQUES VALIDEES POUR L'ECHANTILLONNAGE, L'IDENTIFICATION ET LA CARACTERISATION DES PRODUITS PRIMAIRES

1- Echantillonnage

Il s'agit essentiellement d'obtenir un échantillon de laboratoire représentatif et homogène.

L'analyse doit veiller à ce que les échantillons ne soient contaminés pendant la préparation de l'échantillon. Il faut rincer les récipients à l'acétone ou à l'hexane d'une grande pureté (P.A, qualité HPLC ou équivalente) avant de les utiliser, afin de limiter autant que possible le risque de contamination. Dans la mesure du possible, les appareils entrant en contact avec l'échantillon doivent être fabriqués en matériaux inertes, par exemple en verre ou en acier inoxydable poli. Il faut éviter les matières plastiques telles que le polypropylène, car l'analyste peut s'adsorber sur ces matériaux.

La totalité de l'échantillon reçu par le laboratoire doit être utilisée pour la préparation du matériau à tester. Seuls les échantillons très bien homogénéisés permettent d'obtenir des résultats reproductibles.

De nombreuses procédures spécifiques de préparation des échantillons peuvent être utilisées de manière satisfaisante.

2. Identification et caractérisation

2.1 Définitions

Aux fins de la présente annexe, on entend par :

Masse sous solvant : la masse matériau après prélèvement du solvant, qui est normalement de l'eau.

Fraction volatile : la partie de la masse sans solvant qui est volatile et analysable par chromatographie en phase gazeuse.

- Identification d'un produit primaire les résultats d'une analyse descriptive qui identifie les substances présentes dans le produit primaire
- Caractérisation d'un produit primaire l'identification des principales fractions physico-chimiques ainsi que la quantification et l'identification des constituants chimiques.

LQ : la limite de quantification

LD : la limite de détection

Si : l'écart type pour un laboratoire unique, calculé à partir des résultats obtenus dans les conditions de répétabilité définies par la norme ISO 5725-1 (1) [= écart type de répétabilité estimé dans une méthode à laboratoire unique conformément aux directives harmonisées concernant la validation des méthodes d'analyse par un laboratoire unique (2)].

Sr : l'écart type moyen interlaboratoire, calculé à partir des résultats obtenus dans les conditions de répétabilité définies par la norme ISO 5725 – 1 (1) lors d'un essai collaboratif associant au moins huit laboratoires et effectué conformément au procédé pour la conception, la conduite et l'interprétation des études de performance de méthodes (3)

SR : l'écart type inter laboratoire, calculé à partir des résultats obtenus dans les conditions de répétabilité définies par la norme ISO 5725-1 (1) et conformément au protocole pour la conception, la conduite et l'interprétation des études de performance de méthodes (3).

RSDi : l'écart type relatif pour un laboratoire unique (Si exprimé en pourcentage de la valeur mesurée).

RSD r l'écart type relatif moyen de répétabilité (Sr exprimé en pourcentage de la valeur mesurée).

RSDR : l'écart type relatif de reproductibilité (SR exprimé en pourcentage de la valeur mesurée)

- (1) ISO 5725-1: *exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure – Partie 1: principes généraux et définitions*. Genève, 1994.
 (2) Thompson, M., S.L.R. Ellison, et R. Wood, *Harmonized Guidelines for Single-Laboratory Validation of Methods of Analysis*. Pure and Applied Chemistry, 2002. **74**(5): p. 835-855.
 (3) Horwitz, W., *Protocol for the design, conduct and interpretation of method-performance studies*. Pure and Applied Chemistry, 1995. **67**(2): p. 331-343.

2.2 Exigences

La méthode validée pour l'identification et la caractérisation choisie par le laboratoire satisfait aux critères de qualité mentionnés aux tableaux 1 et 2

Tableau 1 : Critères de qualité pour les méthodes d'identification et de quantification des constituants chimiques dans la masse sans solvant et la fraction volatile des produits primaires

Paramètre	Valeur: commentaire
Masse sans solvant	Au moins 50% en masse doivent être identifiés et quantifiés
Fraction volatile	Au moins 80% en masse doivent être identifiés et quantifiés

Tableau 2 : Critères de qualité minimaux pour la méthode d'analyse des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP)

Analyses	RSD i (*)	RSDr (*)	RSDR (*)	LD (***)	LQ (***)	Plage de concentration (***)	Récupération (*)
	%	%	%	µg/kg	µg/kg	µg/kg	%
Benzo (a) pyrène	20	20	40	1,5	5,0	5,0 - 15	75 -110
Benzo (a) anthracène	20	20	40	3,0	10	10 -30	75 -110
Cyclopenta(cd) pyrène (**) Dibenzo(a,e) pyrène (**) Dibenzo (a,i) pyrène (**) Dibenzo (a,h) pyrène (**)	35	35	70	5,0	15	15 -45	50 -110
Chrysène 5-méthylchrysène benzo (b) fluoranthène benzo (j) fluoranthène benzo (k) fluoranthène indeno (123-cd) pyrène dibenzo (a,h) anthracène benzo (g,h,i) pérylène dibenzo (a,l) pyrène	25	25	50	5,0	15	10 -30	60 -110

(*) Sur l'ensemble de la plage de concentration

(**) Les valeurs RSDi, RSDr et RSDR sont relativement élevés en raison du peu de stabilité des analytes dans le condensat de fumée primaire

(***) val