Ce document constitue un outil de documentation et n'engage pas la responsabilité des institutions

►**B** **RÈGLEMENT (CE) Nº 401/2006 DE LA COMMISSION**

du 23 février 2006

portant fixation des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en mycotoxines des denrées alimentaires

(Texte présentant de l'intérêt pour l'EEE)

(JO L 70 du 9.3.2006, p. 12)

Modifié par:

		Journal officiel		
		n°	page	date
►**M1**	Règlement (UE) nº 178/2010 de la Commission du 2 mars 2010	L 52	32	3.3.2010
►**M2**	Règlement (UE) nº 519/2014 de la Commission du 16 mai 2014	L 147	29	17.5.2014

Rectifié par:

►**C1** Rectificatif, JO L 7 du 11.1.2012, p. 11 (178/2010)

▼B

RÈGLEMENT (CE) Nº 401/2006 DE LA COMMISSION

du 23 février 2006

portant fixation des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en mycotoxines des denrées alimentaires

(Texte présentant de l'intérêt pour l'EEE)

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté européenne,

vu le règlement (CE) nº 882/2004 du Parlement européen et du Conseil du 29 avril 2004 relatif aux contrôles officiels effectués pour s'assurer de la conformité avec la législation sur les aliments pour animaux et les denrées alimentaires et avec les dispositions relatives à la santé animale et au bien-être des animaux ([1]), et notamment son article 11, paragraphe 4,

considérant ce qui suit:

(1) Le règlement (CE) nº 466/2001 de la Commission du 8 mars 2001 portant fixation de teneurs maximales pour certains contaminants dans les denrées alimentaires ([2]) établit les limites maximales applicables à diverses mycotoxines dans certaines denrées alimentaires.

(2) Le prélèvement d'échantillons joue un rôle très important dans la détermination précise des teneurs en mycotoxines, qui sont réparties d'une manière très hétérogène dans un lot. Il convient par conséquent d'établir les critères généraux auxquels les modes de prélèvement d'échantillons doivent satisfaire.

(3) Il est également nécessaire de fixer les critères généraux devant être respectés par les méthodes d'analyse pour que les laboratoires de contrôle utilisent des méthodes présentant des niveaux de performance comparables.

(4) La directive 98/53/CE de la Commission du 16 juillet 1998 portant fixation de modes de prélèvement d'échantillons et de méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs maximales pour certains contaminants dans les denrées alimentaires ([3]) établit les modes de prélèvement d'échantillons et les critères de performance des méthodes d'analyse devant être utilisés pour le contrôle officiel des teneurs en aflatoxines des denrées alimentaires.

(5) La directive 2002/26/CE de la Commission du 13 mars 2002 portant fixation des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en ochratoxine A des denrées alimentaires ([4]), la directive 2003/78/CE de la Commission du 11 août 2003 portant fixation des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en patuline des denrées alimentaires ([5]) et la directive 2005/38/CE de la Commission du 6 juin 2005 portant fixation des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des

([1]) JO L 165 du 30.4.2004, p. 1; rectifié au JO L 191 du 28.5.2004, p. 1.
([2]) JO L 77 du 16.3.2001, p. 1. Règlement modifié en dernier lieu par le règlement (CE) nº 199/2006 (JO L 32 du 4.2.2006, p. 34).
([3]) JO L 201 du 17.7.1998, p. 93. Directive modifiée en dernier lieu par la directive 2004/43/CE (JO L 113 du 20.4.2004, p. 14).
([4]) JO L 75 du 16.3.2002, p. 38. Directive modifiée en dernier lieu par la directive 2005/5/CE (JO L 27 du 29.1.2005, p. 38).
([5]) JO L 203 du 12.8.2003, p. 40.

▼B

teneurs des denrées alimentaires en toxines de *Fusarium* ([1]) établissent de manière similaire les modes de prélèvement d'échantillons et critères de performance concernant respectivement l'ochratoxine A, la patuline et les toxines de *Fusarium*.

(6) Si possible, il convient, pour un même produit, d'utiliser le même mode de prélèvement pour le contrôle des mycotoxines. Par conséquent, les modes de prélèvement d'échantillons et les critères de performance des méthodes d'analyse destinés au contrôle officiel de toutes les mycotoxines devraient faire l'objet d'un seul et unique acte juridique, qui en facilitera l'utilisation.

(7) La répartition des aflatoxines dans un lot est extrêmement hétérogène, notamment dans les lots de produits alimentaires présentant des particules de grande taille comme les figues sèches ou les arachides. Afin d'obtenir la même représentativité, le poids de l'échantillon global, pour les lots de produits alimentaires caractérisés par des particules de grande taille, devrait être supérieur à celui des denrées aux particules plus fines. La répartition des mycotoxines dans les produits transformés étant généralement moins hétérogène que dans les produits céréaliers non transformés, il convient de simplifier les dispositions régissant le prélèvement d'échantillons pour les produits transformés.

(8) Les directives 98/53/CE, 2002/26/CE, 2003/78/CE et 2005/38/CE devraient donc être abrogées.

(9) La date d'application du présent règlement devrait coïncider avec celle du règlement (CE) n° 856/2005 de la Commission du 6 juin 2005 modifiant le règlement (CE) n° 466/2001 en ce qui concerne les toxines de *Fusarium* ([2]).

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

A ARRÊTÉ LE PRÉSENT RÈGLEMENT:

Article premier

Le prélèvement d'échantillons destinés au contrôle officiel des teneurs en mycotoxines des denrées alimentaires est réalisé conformément aux méthodes définies à l'annexe I.

Article 2

La préparation des échantillons et les méthodes d'analyse utilisées pour le contrôle officiel des teneurs en mycotoxines des denrées alimentaires respectent les critères énoncés à l'annexe II.

Article 3

Les directives 98/53/CE, 2002/26/CE, 2003/78/CE et 2005/38/CE sont abrogées.

Les références aux directives abrogées s'entendent comme faites au présent règlement.

([1]) JO L 143 du 7.6.2005, p. 18.
([2]) JO L 143 du 7.6.2005, p. 3.

▼B

Article 4

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

Il s'applique à compter du 1er juillet 2006.

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

▼B

ANNEXE I ([1])

MODES DE PRÉLÈVEMENT DES ÉCHANTILLONS POUR LE CONTRÔLE OFFICIEL DES TENEURS EN MYCOTOXINES DES DENRÉES ALIMENTAIRES

A. DISPOSITIONS GÉNÉRALES

Les contrôles officiels sont réalisés conformément aux dispositions du règlement (CE) nº 882/2004. Les dispositions générales suivantes s'appliquent sans préjudice des dispositions dudit règlement.

A.1. **Objet et champ d'application**

Les échantillons destinés au contrôle officiel des teneurs en mycotoxines des denrées alimentaires sont prélevés selon les méthodes décrites dans la présente annexe. Les échantillons globaux ainsi obtenus sont considérés comme étant représentatifs des lots. Le respect des limites maximales fixées dans le règlement (CE) nº 466/2001 est établi sur la base des teneurs décelées dans les échantillons de laboratoire.

A.2. **Définitions**

Aux fins de la présente annexe, on entend par:

A.2.1. «lot»: une quantité identifiable d'une denrée alimentaire, 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'emballeur, l'expéditeur ou le marquage;

A.2.2. «sous-lot»: la partie d'un grand lot à laquelle doit s'appliquer le mode de prélèvement et qui a été désignée à cet effet; chaque sous-lot doit être physiquement séparé et identifiable;

A.2.3. «échantillon élémentaire»: une quantité de matière prélevée en un seul point du lot ou du sous-lot;

A.2.4. «échantillon global»: l'agrégation de tous les échantillons élémentaires prélevés sur le lot ou le sous-lot;

A.2.5. «échantillon de laboratoire»: un échantillon destiné au laboratoire.

A.3. **Dispositions générales**

A.3.1. *Personnel*

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

A.3.2. *Produit à échantillonner*

Tous les lots à analyser font l'objet d'un échantillonnage séparé. Conformément aux règles spécifiques de prélèvement d'échantillons applicables aux différentes mycotoxines, les grands lots sont subdivisés en sous-lots, à échantillonner séparément.

A.3.3. *Précautions à prendre*

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

— la teneur en mycotoxines, le travail d'analyse ou la représentativité de l'échantillon global;

— la sécurité alimentaire des lots à échantillonner.

([1]) Un guide destiné aux autorités chargées de garantir la conformité avec la législation de l'UE sur les aflatoxines est disponible à l'adresse suivante: http://europa.eu.int/comm/food/food/chemicalsafety/contaminants/aflatoxin_guidance_fr.pdf. Ce document fournit des informations pratiques complémentaires, qui sont néanmoins subordonnées aux dispositions du présent règlement

▼B

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

A.3.4. *Échantillons élémentaires*

Dans la mesure du possible, les échantillons élémentaires sont prélevés en divers points répartis sur l'ensemble du lot ou du sous-lot. Toute dérogation à cette règle est signalée dans le procès-verbal prévu au point A.3.8 de la présente annexe.

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

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

A.3.6. *Échantillons identiques*

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

A.3.7. *Conditionnement et envoi des échantillons*

Chaque échantillon est placé dans un récipient propre, en matériau inerte, offrant une protection adéquate contre les risques de contamination et les dommages pouvant résulter du transport. Toutes les précautions nécessaires sont prises pour éviter une modification de la composition de l'échantillon lors du transport ou du stockage.

A.3.8. *Fermeture et étiquetage des échantillons*

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

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

A.4. **Différents types de lots**

Les denrées alimentaires peuvent être commercialisées en vrac, dans des conteneurs ou dans des emballages individuels, tels que des sacs ou des conditionnements pour la vente au détail. Le mode de prélèvement d'échantillons peut être employé pour la totalité des différentes formes sous lesquelles les produits sont mis sur le marché.

Sans préjudice des dispositions spécifiques énoncées dans d'autres parties de la présente annexe, la formule suivante peut être utilisée comme guide pour l'échantillonnage des lots commercialisés dans des emballages individuels, tels que des sacs ou des conditionnements pour la vente au détail.

$$\text{Fr équence d}' \text{ échantillonnage n} = \frac{\text{Poids du lot} \times \text{poids de l}' \text{ échantillon él émentaire}}{\text{Poids de l}' \text{ échantillon global} \times \text{poids de l'unit é de vente au d étail}}$$

— poids: à exprimer en kilos

— fréquence d'échantillonnage: nombre d'emballages individuels séparant le prélèvement de deux échantillons élémentaires, chaque prélèvement est réalisé tous les tantièmes sacs (les chiffres décimaux sont arrondis au nombre entier le plus proche).

B. MODE DE PRÉLÈVEMENT D'ÉCHANTILLONS POUR LES CÉRÉALES ET LES PRODUITS CÉRÉALIERS

Ce mode de prélèvement est à utiliser pour le contrôle officiel des teneurs maximales en aflatoxine B1, en aflatoxines totales, en ochratoxine A et en toxines de *Fusarium* fixées pour les céréales et les produits céréaliers.

▼B

B.1. **Poids de l'échantillon élémentaire**

Le poids de l'échantillon élémentaire est d'environ 100 grammes, à moins qu'il ne soit défini autrement dans la présente partie B.

Dans le cas de lots conditionnés pour la vente au détail, le poids de l'échantillon élémentaire dépend du poids de l'unité de vente au détail.

Pour les unités de vente au détail pesant plus de 100 grammes, l'échantillon global pèsera donc plus de 10 kg.

Si le poids de chaque unité de vente au détail dépasse de beaucoup les 100 grammes, il convient de retirer 100 grammes de chacune de ces unités pour constituer l'échantillon élémentaire. Cette opération peut être effectuée au moment du prélèvement de l'échantillon ou au laboratoire. Néanmoins, si un tel mode de prélèvement risque d'aboutir à des conséquences commerciales inacceptables du fait de la détérioration du lot (à cause de la forme de l'emballage, du moyen de transport, etc.), un autre mode de prélèvement peut être employé. À titre d'exemple, si un produit de valeur est commercialisé dans des unités de vente au détail de 500 grammes ou de 1 kg, l'échantillon global peut être obtenu en réunissant un nombre d'échantillons élémentaires inférieur à celui indiqué dans les tableaux 1 et 2, à condition que son poids soit égal au poids requis pour l'échantillon global, tel qu'indiqué dans lesdits tableaux.

Si l'unité de vente au détail pèse moins de 100 grammes et que cette différence de poids est peu importante, on considère qu'une unité équivaut à un échantillon élémentaire, ce qui aboutit à un échantillon global de moins de 10 kg. Si l'unité de vente au détail pèse nettement moins que 100 grammes, l'échantillon élémentaire est constitué de deux unités ou plus pour que son poids se rapproche le plus possible de 100 grammes.

B.2. **Résumé général du mode d'échantillonnage pour les céréales et les produits céréaliers**

▼M2

Tableau 1

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

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

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

▼B

B.3. **Mode de prélèvement d'échantillons pour les céréales et les produits céréaliers en cas de lots d'un poids supérieur ou égal à 50 tonnes**

— À condition que les sous-lots puissent être séparés physiquement, chaque lot est subdivisé en sous-lots conformément au tableau 1. Étant donné que le poids d'un lot n'est pas toujours un multiple exact du poids des sous-lots, le poids du sous-lot peut dépasser le poids indiqué d'au plus 20 %. Si le lot n'est pas ou ne peut pas être physiquement séparé en sous-lots, cent échantillons élémentaires au minimum sont prélevés de celui-ci. ►M2 Pour les lots de plus de 500 tonnes, le nombre d'échantillons élémentaires est déterminé à l'annexe I, partie L.2. ◄

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

▼B

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

— S'il n'est pas possible d'utiliser le mode de prélèvement décrit sous ce point en raison des conséquences commerciales inacceptables qu'entraînerait une dégradation du lot (à cause de la forme de l'emballage, du moyen de transport, etc.), un autre mode de prélèvement peut être employé, pour autant qu'il soit aussi représentatif que possible et fasse l'objet d'une description complète, dûment documentée. On peut aussi recourir à un autre mode de prélèvement lorsque, concrètement, il est impossible d'utiliser le mode d'échantillonnage mentionné ci-dessus. Tel est notamment le cas si des lots importants de céréales sont stockés dans des entrepôts ou si les céréales sont stockées dans des silos ►M2 [1] ◄.

B.4. **Mode de prélèvement d'échantillons pour les céréales et les produits céréaliers en cas de lots pesant moins de 50 tonnes**

Pour des lots de céréales et de produits céréaliers de moins de 50 tonnes, le plan d'échantillonnage est réalisé avec un nombre d'échantillons élémentaires compris entre dix et cent, en fonction du poids du lot, ce qui aboutit à un échantillon global de 1 à 10 kg. Pour les très petits lots (≤ 0,5 tonne) de céréales et de produits céréaliers, un nombre inférieur d'échantillons élémentaires peut être prélevé, mais, dans ce cas, l'échantillon global réunissant tous les échantillons élémentaires doit aussi peser au moins 1 kg.

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

Tableau 2

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

Poids du lot (en tonnes)	Nombre d'échantillons élémentaires	Poids de l'échantillon global (en kg)
≤ 0,05	3	1
> 0,05-≤ 0,5	5	1
> 0,5-≤ 1	10	1
> 1-≤ 3	20	2
> 3-≤ 10	40	4
> 10-≤ 20	60	6
> 20-≤ 50	100	10

B.5. **Prélèvement d'échantillons au stade du commerce de détail**

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

[1] L'échantillonnage de ce type de lots est effectué conformément aux règles énoncées dans la partie L. Des orientations sur l'échantillonnage des grands lots sont fournies dans un document qui est disponible sur le site web suivant: http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/guidance-sampling-final.pdf
Les règles d'échantillonnage prévues dans la norme ISO 24333:2009 ou celles de l'Association du commerce des grains et aliments du bétail («GAFTA 124»), appliquées par les exploitants du secteur alimentaire pour assurer le respect des dispositions légales, équivalent aux règles d'échantillonnage énoncées dans la partie L.
En ce qui concerne l'échantillonnage de lots en vue du contrôle des toxines de *Fusarium*, les règles d'échantillonnage prévues dans la norme ISO 24333:2009 ou celles de l'Association du commerce des grains et aliments du bétail («GAFTA 124»), appliquées par les exploitants du secteur alimentaire pour assurer le respect des dispositions légales, équivalent aux règles d'échantillonnage énoncées dans la partie B.

▼B

Si cela s'avère impossible, un autre mode de prélèvement d'échantillons peut être employé à ce stade, pour autant qu'il garantisse un échantillon global suffisamment représentatif du lot échantillonné et fasse l'objet d'une description complète, dûment documentée. L'échantillon global doit de toute façon peser au moins 1 kg ([1]).

B.6. **Acceptation d'un lot ou d'un sous-lot**

— Acceptation si l'échantillon de laboratoire ne dépasse pas la limite maximale, compte tenu de la correction au titre de la récupération et de l'incertitude de mesure;

— rejet si l'échantillon de laboratoire dépasse sans conteste la limite maximale, compte tenu de la correction au titre de la récupération et de l'incertitude de mesure.

C. MODE DE PRÉLÈVEMENT D'ÉCHANTILLONS POUR LES FRUITS SÉCHÉS, Y COMPRIS LES RAISINS SECS ET LEURS PRODUITS DÉRIVÉS, MAIS À L'EXCEPTION DES FIGUES SÈCHES

Ce mode de prélèvement est à utiliser pour le contrôle officiel des teneurs maximales établies pour:

— l'aflatoxine B1 et les aflatoxines totales dans les fruits séchés, à l'exception des figues sèches, et

— l'ochratoxine A dans les raisins secs (raisins secs de Corinthe, «raisins secs» et sultanines).

C.1. **Poids de l'échantillon élémentaire**

Le poids de l'échantillon élémentaire est d'environ 100 grammes, à moins qu'il ne soit défini autrement dans la présente partie C.

Dans le cas de lots conditionnés pour la vente au détail, le poids de l'échantillon élémentaire dépend du poids de l'unité de vente au détail.

Pour les unités de vente au détail pesant plus de 100 grammes, l'échantillon global pèsera donc plus de 10 kg.

Si le poids de chaque unité de vente au détail dépasse de beaucoup les 100 grammes, il convient de retirer 100 grammes de chacune de ces unités pour constituer l'échantillon élémentaire. Cette opération peut être effectuée au moment du prélèvement de l'échantillon ou au laboratoire. Néanmoins, si un tel mode de prélèvement risque d'aboutir à des conséquences commerciales inacceptables du fait de la détérioration du lot (à cause de la forme de l'emballage, du moyen de transport, etc.), un autre mode de prélèvement peut être employé. À titre d'exemple, si un produit de valeur est commercialisé dans des unités de vente au détail de 500 grammes ou de 1 kg, l'échantillon global peut être obtenu en réunissant un nombre d'échantillons élémentaires inférieur à celui indiqué dans les tableaux 1 et 2, à condition que son poids corresponde au poids requis pour l'échantillon global, tel qu'indiqué dans lesdits tableaux.

Si l'unité de vente au détail pèse moins de 100 grammes et que cette différence de poids est peu importante, on considère qu'une unité équivaut à un échantillon élémentaire, ce qui aboutit à un échantillon global de moins de 10 kg. Si l'unité de vente au détail pèse nettement moins de 100 grammes, l'échantillon élémentaire est constitué de deux unités ou plus pour que son poids se rapproche le plus possible de 100 grammes.

([1]) Si la portion à échantillonner est trop petite pour obtenir un échantillon global de 1 kg, le poids de ce dernier peut être inférieur.

▼B

C.2. **Résumé général du mode d'échantillonnage pour les fruits séchés, à l'exception des figues**

Tableau 1

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

Produit	Poids du lot (en tonnes)	Poids ou nombre des sous-lots	Nombre d'échantillons élémentaires	Poids de l'échantillon global (en kg)
Fruits séchés	≥ 15	15-30 tonnes	100	10
	< 15	—	10-100 (*)	1-10

(*) Selon le poids du lot — voir tableau 2 de la présente partie de l'annexe.

C.3. **Mode de prélèvement d'échantillons pour les fruits séchés (lots ≥ 15 tonnes), à l'exception des figues**

— À condition que les sous-lots puissent être séparés physiquement, chaque lot est subdivisé en sous-lots conformément au tableau 1. Étant donné que le poids d'un lot n'est pas toujours un multiple exact du poids des sous-lots, le poids du sous-lot peut dépasser le poids indiqué d'au plus 20 %.

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

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

— S'il n'est pas possible d'utiliser le mode de prélèvement décrit sous ce point en raison des conséquences commerciales inacceptables qu'entraînerait une dégradation du lot (à cause de la forme de l'emballage, du moyen de transport, etc.), un autre mode de prélèvement peut être employé, pour autant qu'il soit aussi représentatif que possible et fasse l'objet d'une description complète, dûment documentée.

C.4. **Mode de prélèvement d'échantillons pour les fruits séchés (lots < 15 tonnes), à l'exception des figues**

Pour des lots de moins de 15 tonnes de fruits séchés, à l'exception des figues, le plan d'échantillonnage est réalisé avec un nombre d'échantillons élémentaires compris entre dix et cent, en fonction du poids du lot, ce qui aboutit à un échantillon global de 1 à 10 kg.

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

Tableau 2

Nombre d'échantillons élémentaires à prélever en fonction du poids du lot de fruits séchés

Poids du lot (en tonnes)	Nombre d'échantillons élémentaires	Poids de l'échantillon global (en kg)
≤ 0,1	10	1
> 0,1-≤ 0,2	15	1,5
> 0,2-≤ 0,5	20	2
> 0,5-≤ 1,0	30	3
> 1,0-≤ 2,0	40	4
> 2,0-≤ 5,0	60	6
> 5,0-≤ 10,0	80	8
> 10,0-≤ 15,0	100	10

▼B

C.5. **Échantillonnage au stade du commerce de détail**

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

Si cela s'avère impossible, un autre mode de prélèvement d'échantillons peut être employé à ce stade, pour autant qu'il garantisse un échantillon global suffisamment représentatif du lot échantillonné et fasse l'objet d'une description complète, dûment documentée. L'échantillon global doit de toute façon peser au moins 1 kg ([1]).

C.6. **Règles spécifiques d'échantillonnage pour les fruits séchés, à l'exception des figues sèches, commercialisés sous vide**

Pour les lots dont le poids est supérieur ou égal à 15 tonnes, au moins vingt-cinq échantillons élémentaires formant un échantillon global de 10 kg sont prélevés et, pour les lots de moins de 15 tonnes, 25 % du nombre d'échantillons élémentaires mentionnés au tableau 2 sont prélevés pour aboutir à un échantillon global dont le poids sera celui requis dans le même tableau.

C.7. **Acceptation d'un lot ou d'un sous-lot**

— Acceptation si l'échantillon de laboratoire ne dépasse pas la limite maximale, compte tenu de la correction au titre de la récupération et de l'incertitude de mesure;

— rejet si l'échantillon de laboratoire dépasse sans conteste la limite maximale, compte tenu de la correction au titre de la récupération et de l'incertitude de mesure.

D. MODE DE PRÉLÈVEMENT D'ÉCHANTILLONS POUR LES FIGUES SÈCHES, LES ARACHIDES ET LES FRUITS À COQUE

Ce mode de prélèvement est à utiliser pour le contrôle officiel des teneurs maximales en aflatoxine B1 et en aflatoxines totales fixées pour les figues sèches, les arachides et les fruits à coque.

▼M1

D.1 **Mode de prélèvement d'échantillons pour les figues sèches**

Ce mode de prélèvement est à utiliser pour le contrôle officiel des teneurs maximales en aflatoxine B1 et en aflatoxines totales fixées pour les figues sèches.

D.1.1. *Poids de l'échantillon élémentaire*

Le poids de l'échantillon élémentaire est d'environ 300 grammes, à moins qu'il ne soit défini autrement dans la présente partie D.1.

Dans le cas de lots conditionnés pour la vente au détail, le poids de l'échantillon élémentaire dépend du poids de l'unité de vente au détail.

Pour les unités de vente au détail pesant plus de 300 grammes, l'échantillon global pèsera donc plus de 30 kg. Si le poids de chaque unité de vente au détail dépasse de beaucoup les 300 grammes, il convient de retirer 300 grammes de chacune de ces unités pour constituer l'échantillon élémentaire. Cette opération peut être effectuée au moment du prélèvement de l'échantillon ou au laboratoire. Néanmoins, si un tel mode de prélèvement risque d'aboutir à des conséquences commerciales inacceptables

([1]) Si la portion à échantillonner est trop petite pour obtenir un échantillon global de 1 kg, le poids de ce dernier peut être inférieur.

▼M1

du fait de la détérioration du lot (à cause de la forme de l'emballage, du moyen de transport, etc.), un autre mode de prélèvement peut être employé. À titre d'exemple, si un produit de valeur est commercialisé dans des unités de vente au détail de 500 grammes ou 1 kg, l'échantillon global peut être obtenu en réunissant un nombre d'échantillons élémentaires inférieur à celui indiqué dans les tableaux 1, 2 et 3, à condition que son poids corresponde au poids requis pour l'échantillon global, tel qu'indiqué dans lesdits tableaux.

Si l'unité de vente au détail pèse moins de 300 grammes et que cette différence de poids est peu importante, on considère qu'une unité équivaut à un échantillon élémentaire, ce qui aboutit à un échantillon global de moins de 30 kg. Si l'unité de vente au détail pèse nettement moins de 300 grammes, l'échantillon élémentaire est constitué de deux unités ou plus pour que son poids se rapproche le plus possible de 300 grammes.

D.1.2. *Résumé général du mode d'échantillonnage pour les figues sèches*

Tableau 1

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

Produit	Poids du lot (en tonnes)	Poids ou nombre de sous-lots	Nombre d'échantillons élémentaires	Poids de l'échantillon global (en kg)
Figues sèches	≥ 15	15-30 tonnes	100	30
	< 15	—	10-100 (*)	≤ 30

(*) Selon le poids du lot – voir tableau 2 de la partie D.1 de la présente annexe.

D.1.3. *Mode de prélèvement d'échantillons pour les figues sèches (lots 15 tonnes)*

— À condition que les sous-lots puissent être séparés physiquement, chaque lot est subdivisé en sous-lots conformément au tableau 1. Étant donné que le poids d'un lot n'est pas toujours un multiple exact du poids des sous-lots, le poids des sous-lots peut dépasser le poids indiqué jusqu'à concurrence de 20 %.

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

— Nombre d'échantillons élémentaires: cent.

— Poids de l'échantillon global = 30 kg; grossièrement mélangé, ce dernier doit être divisé en trois échantillons de laboratoire égaux, de 10 kg chacun, avant d'être broyé (cette division en trois échantillons de laboratoire n'est pas nécessaire s'il s'agit de figues sèches soumises à un traitement ultérieur de triage ou à d'autres traitements physiques et si un équipement permettant d'homogénéiser un échantillon de 30 kg est disponible).

— Chaque échantillon de laboratoire de 10 kg est finement broyé et soigneusement mélangé pour que l'homogénéisation obtenue soit complète, conformément aux dispositions de l'annexe II.

— S'il n'est pas possible d'utiliser le mode de prélèvement décrit ci-dessus en raison des conséquences commerciales inacceptables qu'entraînerait une détérioration du lot (à cause de la forme de l'emballage, du moyen de transport, etc.), un autre mode de prélèvement peut être employé, pour autant qu'il soit aussi représentatif que possible et fasse l'objet d'une description complète, dûment documentée.

D.1.4. *Mode de prélèvement d'échantillons pour les figues sèches (lots < 15 tonnes)*

Le nombre d'échantillons élémentaires à prélever, au minimum dix et au maximum cent, dépend du poids du lot.

▼M1

Les chiffres figurant dans le tableau 2 ci-dessous peuvent être utilisés pour déterminer le nombre d'échantillons élémentaires à prélever ainsi que la division ultérieure de l'échantillon global.

Tableau 2

Nombre d'échantillons élémentaires à prélever en fonction du poids du lot et du nombre de subdivisions de l'échantillon global

Poids du lot (en tonnes)	Nombre d'échantillons élémentaires	Poids de l'échantillon global (en kg) (pour les produits conditionnés pour la vente au détail, le poids de l'échantillon global peut varier – voir le point D.1.1)	Nombre d'échantillons de laboratoire constitués à partir de l'échantillon global
≤ 0.1	10	3	1 (aucune division)
> 0,1 – ≤ 0,2	15	4,5	1 (aucune division)
> 0,2 – ≤ 0,5	20	6	1 (aucune division)
> 0,5 – ≤ 1,0	30	9 (- < 12 kg)	1 (aucune division)
> 1,0 – ≤ 2,0	40	12	2
> 2,0 – ≤ 5,0	60	18 (- < 24 kg)	2
> 5,0 – ≤ 10,0	80	24	3
> 10,0 – ≤ 15,0	100	30	3

— Poids de l'échantillon global ≤ 30 kg; grossièrement mélangé, ce dernier doit être divisé en deux ou trois échantillons de laboratoire égaux pesant au plus 10 kg avant d'être broyé (cette division en deux ou trois échantillons de laboratoire n'est pas nécessaire s'il s'agit de figues sèches soumises à un traitement ultérieur de triage ou à d'autres traitements physiques et si un équipement permettant d'homogénéiser un échantillon d'au plus 30 kg est disponible).

S'il pèse moins de 30 kg, l'échantillon global est divisé en échantillons de laboratoire conformément aux instructions ci-dessous:

— < 12 kg: pas de division en échantillons de laboratoire,

— ≥ 12 - < 24 kg: division en deux échantillons de laboratoire,

— ≥ 24 kg: division en trois échantillons de laboratoire.

— Chaque échantillon de laboratoire est finement broyé et soigneusement mélangé pour que l'homogénéisation obtenue soit complète, conformément aux dispositions de l'annexe II.

— S'il n'est pas possible d'utiliser le mode de prélèvement décrit ci-dessus en raison des conséquences commerciales inacceptables qu'entraînerait une détérioration du lot (par exemple, à cause de la forme de l'emballage ou du moyen de transport), un autre mode de prélèvement peut être employé, pour autant qu'il soit aussi représentatif que possible et fasse l'objet d'une description complète, dûment documentée.

D.1.5. *Mode de prélèvement d'échantillons pour les produits dérivés et les aliments composés*

D.1.5.1. Produits dérivés à particules très fines (distribution homogène de la contamination par les aflatoxines)

— Nombre d'échantillons élémentaires: cent; pour les lots de moins de 50 tonnes, le nombre d'échantillons élémentaires varie de dix à cent en fonction du poids du lot (voir le tableau 3).

▼M1

Tableau 3

Nombre d'échantillons élémentaires à prélever en fonction du poids du lot

Poids du lot (en tonnes)	Nombre d'échantillons élémentaires	Poids de l'échantillon global (en kg)
≤ 1	10	1
> 1 – ≤ 3	20	2
> 3 – ≤ 10	40	4
> 10 – ≤ 20	60	6
> 20 – ≤ 50	100	10

— Le poids de l'échantillon élémentaire doit être d'environ 100 grammes. Si le lot est conditionné pour la vente au détail, le poids de l'échantillon élémentaire dépend du poids de l'unité de vente au détail.

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

D.1.5.2. Autres produits dérivés aux particules relativement grosses (distribution hétérogène de la contamination par les aflatoxines)

Mode de prélèvement d'échantillons et critères d'acceptation analogues à ceux utilisés pour les figues sèches (D.1.3 et D.1.4).

D.1.6. *Échantillonnage au stade du commerce de détail*

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

Si cela s'avère impossible, d'autres modes performants de prélèvement d'échantillons peuvent être employés à ce stade, pour autant qu'ils garantissent un échantillon global suffisamment représentatif du lot échantillonné et fassent l'objet d'une description complète, dûment documentée. L'échantillon global doit de toute façon peser au moins 1 kg ([1]).

D.1.7. *Mode spécifique de prélèvement d'échantillons pour les figues sèches et les produits dérivés commercialisés sous vide*

D.1.7.1. Figues sèches

Pour les lots dont le poids est supérieur ou égal à 15 tonnes, au moins cinquante échantillons élémentaires formant un échantillon global de 30 kg sont prélevés et, pour les lots de moins de 15 tonnes, 50 % du nombre d'échantillons élémentaires mentionnés au tableau 2 sont prélevés pour aboutir à un échantillon global dont le poids sera celui requis dans le même tableau.

D.1.7.2. Produits à fines particules dérivés de figues sèches

Pour les lots dont le poids est supérieur ou égal à 50 tonnes, au moins vingt-cinq échantillons élémentaires formant un échantillon global de 10 kg sont prélevés et, pour les lots de moins de 50 tonnes, 25 % du nombre d'échantillons élémentaires mentionnés au tableau 3 sont prélevés pour aboutir à un échantillon global dont le poids sera celui requis dans le même tableau.

([1]) Si la portion à échantillonner est trop petite pour obtenir un échantillon global de 1 kg, le poids de ce dernier peut être inférieur.

▼M1

D.1.8. *Acceptation d'un lot ou sous-lot*

Figues sèches soumises à un traitement de triage ou à un autre traitement physique:

— acceptation si l'échantillon global ou la moyenne des échantillons de laboratoire est conforme à la limite maximale, compte tenu de la correction au titre de la récupération et de l'incertitude de mesure,

— rejet si l'échantillon global ou la moyenne des échantillons de laboratoire dépasse sans conteste la limite maximale, compte tenu de la correction au titre de la récupération et de l'incertitude de mesure.

Figues sèches directement destinées à la consommation humaine:

— acceptation si aucun des échantillons de laboratoire ne dépasse la limite maximale, compte tenu de la correction au titre de la récupération et de l'incertitude de mesure,

— rejet si un ou plusieurs échantillons de laboratoire dépassent sans conteste la limite maximale, compte tenu de la correction au titre de la récupération et de l'incertitude de mesure.

Dans le cas où l'échantillon global pèse 12 kg ou moins:

— acceptation si l'échantillon de laboratoire ne dépasse pas la limite maximale, compte tenu de la correction au titre de la récupération et de l'incertitude de mesure,

— rejet si l'échantillon de laboratoire dépasse sans conteste la limite maximale, compte tenu de la correction au titre de la récupération et de l'incertitude de mesure.

D.2. **Mode de prélèvement d'échantillons pour les arachides, les autres graines oléagineuses, les noyaux d'abricot et les fruits à coque**

Ce mode de prélèvement est à utiliser pour le contrôle officiel des teneurs maximales en aflatoxine B1 et en aflatoxines totales fixées pour les arachides, les autres graines oléagineuses, les noyaux d'abricot et les fruits à coque. ►**M2** Ce mode de prélèvement est également à utiliser pour le contrôle officiel des teneurs maximales en ochratoxine A, en aflatoxine B1 et en aflatoxines totales fixées pour les épices à particules relativement grandes (d'une dimension comparable à celle des arachides ou d'une dimension supérieure, comparable à celle des noix muscades). ◄

D.2.1. *Poids de l'échantillon élémentaire*

Le poids de l'échantillon élémentaire est d'environ 200 grammes, à moins qu'il ne soit défini autrement dans la présente partie D.2.

Dans le cas de lots conditionnés pour la vente au détail, le poids de l'échantillon élémentaire dépend du poids de l'unité de vente au détail.

Pour les unités de vente au détail pesant plus de 200 grammes, l'échantillon global pèsera donc plus de 20 kg. Si le poids de chaque unité de vente au détail dépasse de beaucoup les 200 grammes, il convient de retirer 200 grammes de chacune de ces unités pour constituer l'échantillon élémentaire. Cette opération peut être effectuée au moment du prélèvement de l'échantillon ou au laboratoire. Néanmoins, si un tel mode de prélèvement risque d'aboutir à des conséquences commerciales inacceptables du fait de la détérioration du lot (à cause de la forme de l'emballage, du moyen de transport, etc.), un autre mode de prélèvement peut être employé. À titre d'exemple, si un produit de valeur est commercialisé dans des unités de vente au détail de 500 grammes

▼M1

ou 1 kg, l'échantillon global peut être obtenu en réunissant un nombre d'échantillons élémentaires inférieur à celui indiqué dans les tableaux 1, 2 et 3, à condition que son poids corresponde au poids requis pour l'échantillon global, tel qu'indiqué dans lesdits tableaux.

Si l'unité de vente au détail pèse moins de 200 grammes et que cette différence de poids est peu importante, on considère qu'une unité équivaut à un échantillon élémentaire, ce qui aboutit à un échantillon global de moins de 20 kg. Si l'unité de vente au détail pèse nettement moins de 200 grammes, l'échantillon élémentaire est constitué de deux unités ou plus pour que son poids se rapproche le plus possible de 200 grammes.

D.2.2. *Résumé général du mode d'échantillonnage pour les arachides, les autres graines oléagineuses, les noyaux d'abricot et les fruits à coque*

Tableau 1

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

▼C1

Produit	Poids du lot (en tonnes)	Poids ou nombre de sous-lots	Nombre d'échantillons élémentaires	Poids de l'échantillon global (en kg)
Arachides, autres graines oléagineuses, noyaux d'abricot et fruits à coque	≥ 500	100 tonnes	100	20
	> 125 et < 500	5 sous-lots	100	20
	≥ 15 et ≤ 125	25 tonnes	100	20
	< 15	—	10-100 (*)	≤ 20

(*) Selon le poids du lot – voir tableau 2 de la partie D.2 de la présente annexe.

▼M1

D.2.3. *Mode de prélèvement d'échantillons pour les arachides, les autres graines oléagineuses, les noyaux d'abricot et les fruits à coque (lots ≥ 15 tonnes)*

— À condition que les sous-lots puissent être séparés physiquement, chaque lot est subdivisé en sous-lots conformément au tableau 1. Étant donné que le poids d'un lot n'est pas toujours un multiple exact du poids des sous-lots, le poids des sous-lots peut dépasser le poids indiqué jusqu'à concurrence de 20 %.

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

— Nombre d'échantillons élémentaires: cent.

— Poids de l'échantillon global = 20 kg; grossièrement mélangé, ce dernier doit être divisé en deux échantillons de laboratoire égaux, de 10 kg chacun, avant d'être broyé (cette division en deux échantillons de laboratoire n'est pas nécessaire s'il s'agit d'arachides, d'autres graines oléagineuses, de noyaux d'abricot et de fruits à coque soumis à un traitement ultérieur de triage ou à d'autres traitements physiques et si un équipement permettant d'homogénéiser un échantillon de 20 kg est disponible).

— Chaque échantillon de laboratoire de 10 kg est finement broyé et soigneusement mélangé pour que l'homogénéisation obtenue soit complète, conformément aux dispositions de l'annexe II.

— S'il n'est pas possible d'utiliser le mode de prélèvement décrit ci-dessus en raison des conséquences commerciales qu'entraînerait une détérioration du lot (à cause de la forme de l'emballage, du moyen de transport, etc.), un autre mode de prélèvement peut être employé, pour autant qu'il soit aussi représentatif que possible et fasse l'objet d'une description complète, dûment documentée.

▼M1

D.2.4. *Mode de prélèvement d'échantillons pour les arachides, les autres graines oléagineuses, les noyaux d'abricot et les fruits à coque (lots < 15 tonnes)*

Le nombre d'échantillons élémentaires à prélever, au minimum dix et au maximum cent, dépend du poids du lot.

Les chiffres figurant dans le tableau 2 ci-dessous peuvent être utilisés pour déterminer le nombre d'échantillons élémentaires à prélever ainsi que la division ultérieure de l'échantillon global.

Tableau 2

Nombre d'échantillons élémentaires à prélever en fonction du poids du lot et du nombre de subdivisions de l'échantillon global

Poids du lot (en tonnes)	Nombre d'échantillons élémentaires	Poids de l'échantillon global (en kg) (pour les produits conditionnés pour la vente au détail, le poids de l'échantillon global peut varier – voir le point D.2.1)	Nombre d'échantillons de laboratoire constitués à partir de l'échantillon global
≤ 0,1	10	2	1 (aucune division)
> 0,1 – ≤ 0,2	15	3	1 (aucune division)
> 0,2 – ≤ 0,5	20	4	1 (aucune division)
> 0,5 – ≤ 1,0	30	6	1 (aucune division)
> 1,0 – ≤ 2,0	40	8 (- < 12 kg)	1 (aucune division)
> 2,0 – ≤ 5,0	60	12	2
> 5,0 – ≤ 10,0	80	16	2
> 10,0 – ≤ 15,0	100	20	2

— Poids de l'échantillon global ≤ 20 kg; grossièrement mélangé, ce dernier doit être, le cas échéant, divisé en deux échantillons de laboratoire égaux pesant au plus 10 kg chacun, avant d'être broyé (cette division en deux échantillons de laboratoire n'est pas nécessaire s'il s'agit d'arachides, d'autres graines oléagineuses, de noyaux d'abricot et de fruits à coque soumis à un traitement ultérieur de triage ou à d'autres traitements physiques et si un équipement permettant d'homogénéiser un échantillon de 20 kg est disponible).

S'il pèse moins de 20 kg, l'échantillon global est divisé en échantillons de laboratoire conformément aux instructions ci-dessous:

— < 12 kg: pas de division en échantillons de laboratoire

— ≥ 12 kg: division en deux échantillons de laboratoire.

— Chaque échantillon de laboratoire est finement broyé et soigneusement mélangé pour que l'homogénéisation obtenue soit complète, conformément aux dispositions de l'annexe II.

— S'il n'est pas possible d'utiliser le mode de prélèvement décrit ci-dessus en raison des conséquences commerciales inacceptables qu'entraînerait une détérioration du lot (par exemple, à cause de la forme de l'emballage ou du moyen de transport), un autre mode de prélèvement peut être employé, pour autant qu'il soit aussi représentatif que possible et fasse l'objet d'une description complète, dûment documentée.

▼M1

D.2.5. *Mode de prélèvement d'échantillons pour les produits dérivés, à l'exception de l'huile végétale, et les aliments composés*

D.2.5.1. Produits dérivés (autres que l'huile végétale) à particules très fines, tels que la farine ou la pâte d'arachides (distribution homogène de la contamination par les aflatoxines)

— Nombre d'échantillons élémentaires: cent; pour les lots de moins de 50 tonnes, le nombre d'échantillons élémentaires varie de dix à cent en fonction du poids du lot (voir le tableau 3).

Tableau 3

Nombre d'échantillons élémentaires à prélever en fonction du poids du lot

Poids du lot (en tonnes)	Nombre d'échantillons élémentaires	Poids de l'échantillon global (en kg)
≤ 1	10	1
> 1 – ≤ 3	20	2
> 3 – ≤ 10	40	4
> 10 – ≤ 20	60	6
> 20 – ≤ 50	100	10

— Le poids de l'échantillon élémentaire doit être d'environ 100 grammes. Si le lot est conditionné pour la vente au détail, le poids de l'échantillon élémentaire dépend du poids de l'unité de vente au détail.

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

D.2.5.2. Produits dérivés aux particules relativement grosses (distribution hétérogène de la contamination par les aflatoxines)

Mode de prélèvement d'échantillons et critères d'acceptation analogues à ceux utilisés pour les arachides, les autres graines oléagineuses, les noyaux d'abricot et les fruits à coque (D.2.3 et D.2.4).

D.2.6. *Échantillonnage au stade du commerce de détail*

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

Si cela s'avère impossible, d'autres modes performants de prélèvement d'échantillons peuvent être employés à ce stade, pour autant qu'ils garantissent un échantillon global suffisamment représentatif du lot échantillonné et fassent l'objet d'une description complète, dûment documentée. L'échantillon global doit de toute façon peser au moins 1 kg ([1]).

D.2.7. *Mode spécifique de prélèvement d'échantillons pour les arachides, les autres graines oléagineuses, les noyaux d'abricot, les fruits à coque et les produits dérivés commercialisés sous vide*

D.2.7.1. Pistaches, arachides, noix du Brésil

Pour les lots dont le poids est supérieur ou égal à 15 tonnes, au moins cinquante échantillons élémentaires formant un échantillon global de 20 kg sont prélevés et, pour les lots de moins de 15 tonnes, 50 % du nombre d'échantillons élémentaires mentionnés au

([1]) Si la portion à échantillonner est trop petite pour obtenir un échantillon global de 1 kg, le poids de ce dernier peut être inférieur.

▼M1

tableau 2 sont prélevés pour aboutir à un échantillon global dont le poids sera celui requis dans le même tableau.

D.2.7.2. Noyaux d'abricot, fruits à coque autres que les pistaches et les noix du Brésil, autres graines oléagineuses

Pour les lots dont le poids est supérieur ou égal à 15 tonnes, au moins vingt-cinq échantillons élémentaires formant un échantillon global de 20 kg sont prélevés et, pour les lots de moins de 15 tonnes, 25 % du nombre d'échantillons élémentaires mentionnés au tableau 2 sont prélevés pour aboutir à un échantillon global dont le poids sera celui requis dans le même tableau.

D.2.7.3. Produits à fines particules dérivés de fruits à coque, de noyaux d'abricot et d'arachides

Pour les lots dont le poids est supérieur ou égal à 50 tonnes, au moins vingt-cinq échantillons élémentaires formant un échantillon global de 10 kg sont prélevés et, pour les lots de moins de 50 tonnes, 25 % du nombre d'échantillons élémentaires mentionnés au tableau 3 sont prélevés pour aboutir à un échantillon global dont le poids sera celui requis dans le même tableau.

D.2.8. *Acceptation d'un lot ou sous-lot*

Pour les arachides, les autres graines oléagineuses, les noyaux d'abricot et les fruits à coque soumis à un traitement de triage ou à un autre traitement physique:

— acceptation si l'échantillon global ou la moyenne des échantillons de laboratoire est conforme à la limite maximale, compte tenu de la correction au titre de la récupération et de l'incertitude de mesure,

— rejet si l'échantillon global ou la moyenne des échantillons de laboratoire dépasse sans conteste la limite maximale, compte tenu de la correction au titre de la récupération et de l'incertitude de mesure.

Pour les arachides, les autres graines oléagineuses, les noyaux d'abricot et les fruits à coque directement destinés à la consommation humaine:

— acceptation si aucun des échantillons de laboratoire ne dépasse la limite maximale, compte tenu de la correction au titre de la récupération et de l'incertitude de mesure,

— rejet si un échantillon de laboratoire ou les deux dépassent sans conteste la limite maximale, compte tenu de la correction au titre de la récupération et de l'incertitude de mesure.

Dans le cas où l'échantillon global pèse 12 kg ou moins:

— acceptation si l'échantillon de laboratoire ne dépasse pas la limite maximale, compte tenu de la correction au titre de la récupération et de l'incertitude de mesure,

— rejet si l'échantillon de laboratoire dépasse sans conteste la limite maximale, compte tenu de la correction au titre de la récupération et de l'incertitude de mesure.

▼B

E. MODE DE PRÉLÈVEMENT D'ÉCHANTILLONS POUR LES ÉPICES

▼M2

Ce mode de prélèvement est à utiliser pour le contrôle officiel des teneurs maximales en ochratoxine A, en aflatoxine B1 et en aflatoxines totales fixées pour les épices, sauf s'il s'agit d'épices à particules relativement grandes (répartition hétérogène de la contamination aux mycotoxines).

▼B

E.1. **Poids de l'échantillon élémentaire**

Le poids de l'échantillon élémentaire est d'environ 100 grammes, à moins qu'il ne soit défini autrement dans la présente partie E.

Dans le cas de lots conditionnés pour la vente au détail, le poids de l'échantillon élémentaire dépend du poids de l'unité de vente au détail.

Pour les unités de vente au détail pesant plus de 100 grammes, l'échantillon global pèsera donc plus de 10 kg.

Si le poids de chaque unité de vente au détail dépasse de beaucoup les 100 grammes, il convient de retirer 100 grammes de chacune de ces unités pour constituer l'échantillon élémentaire. Cette opération peut être effectuée au moment du prélèvement de l'échantillon ou au laboratoire. Néanmoins, si un tel mode de prélèvement risque d'aboutir à des conséquences commerciales inacceptables du fait de la détérioration du lot (à cause de la forme de l'emballage, du moyen de transport, etc.), un autre mode de prélèvement peut être employé. À titre d'exemple, si un produit de valeur est commercialisé dans des unités de vente au détail de 500 grammes ou de 1 kg, l'échantillon global peut être obtenu en réunissant un nombre d'échantillons élémentaires inférieur à celui indiqué dans les tableaux 1 et 2, à condition que son poids corresponde au poids requis pour l'échantillon global, tel qu'indiqué dans lesdits tableaux.

Si l'unité de vente au détail pèse moins de 100 grammes et que cette différence de poids est peu importante, on considère qu'une unité équivaut à un échantillon élémentaire, ce qui aboutit à un échantillon global de moins de 10 kg. Si l'unité de vente au détail pèse nettement moins de 100 grammes, l'échantillon élémentaire est constitué de deux unités ou plus pour que son poids se rapproche le plus possible de 100 grammes.

E.2. **Résumé général du mode d'échantillonnage pour les épices**

Tableau 1

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

Produit	Poids du lot (en tonnes)	Poids ou nombre des sous-lots	Nombre d'échantillons élémentaires	Poids de l'échantillon global (en kg)
Épices	≥ 15	25 tonnes	100	10
	< 15	—	5-100 (*)	0,5-10

(*) Selon le poids du lot — voir tableau 2 de la présente partie de l'annexe.

E.3. **Mode de prélèvement d'échantillons pour les épices (lots ≥ 15 tonnes)**

— À condition que les sous-lots puissent être séparés physiquement, chaque lot est subdivisé en sous-lots conformément au tableau 1. Étant donné que le poids d'un lot n'est pas toujours un multiple exact du poids des sous-lots, le poids du sous-lot peut dépasser le poids indiqué d'au plus 20 %.

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

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

— S'il n'est pas possible d'utiliser le mode de prélèvement décrit ci-dessus en raison des conséquences commerciales inacceptables qu'entraînerait la détérioration du lot (à cause de la forme de l'emballage, du moyen de transport, etc.), un autre mode de prélèvement peut être

▼B

employé, pour autant que celui-ci soit aussi représentatif que possible et fasse l'objet d'une description complète, dûment documentée.

E.4. **Mode de prélèvement d'échantillons pour les épices (lots < 15 tonnes)**

Pour des lots d'épices de moins de 15 tonnes, le plan d'échantillonnage est réalisé avec un nombre d'échantillons élémentaires compris entre 5 et 100, en fonction du poids du lot, ce qui aboutit à un échantillon global de 0,5 à 10 kg.

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

Tableau 2

Nombre d'échantillons élémentaires à prélever en fonction du poids du lot d'épices

Poids du lot (en tonnes)	Nombre d'échantillons élémentaires	Poids de l'échantillon global (en kg)
≤ 0,01	5	0,5
> 0,01-≤ 0,1	10	1
> 0,1-≤ 0,2	15	1,5
> 0,2-≤ 0,5	20	2
> 0,5-≤ 1,0	30	3
> 1,0-≤ 2,0	40	4
> 2,0-≤ 5,0	60	6
> 5,0-≤ 10,0	80	8
> 10,0-≤ 15,0	100	10

E.5. **Échantillonnage au stade du commerce de détail**

Le prélèvement d'échantillons de denrées alimentaires au stade du commerce de détail est, dans la mesure du possible, effectué conformément aux dispositions sur ce sujet mentionnées dans la présente partie.

Si cela s'avère impossible, un autre mode de prélèvement d'échantillons peut être employé à ce stade, pour autant qu'il garantisse un échantillon global suffisamment représentatif du lot échantillonné et fasse l'objet d'une description complète, dûment documentée. L'échantillon global doit de toute façon peser au moins 0,5 kg ([1]).

E.6. **Mode spécifique de prélèvement d'échantillons pour les épices commercialisées sous vide**

Pour les lots dont le poids est supérieur ou égal à 15 tonnes, au moins vingt-cinq échantillons élémentaires formant un échantillon global de 10 kg sont prélevés et, pour les lots de moins de 15 tonnes, 25 % du nombre d'échantillons élémentaires mentionnés au tableau 2 sont prélevés pour aboutir à un échantillon global dont le poids sera celui requis dans le même tableau.

E.7. **Acceptation d'un lot ou d'un sous-lot**

— Acceptation si l'échantillon de laboratoire ne dépasse pas la limite maximale, compte tenu de la correction au titre de la récupération et de l'incertitude de mesure;

— rejet si l'échantillon de laboratoire dépasse sans conteste la limite maximale, compte tenu de la correction au titre de la récupération et de l'incertitude de mesure.

([1]) Si la portion à échantillonner est trop petite pour obtenir un échantillon global de 0,5 kg, le poids de ce dernier peut être inférieur.

▼B

F. MODE DE PRÉLÈVEMENT D'ÉCHANTILLONS POUR LE LAIT ET LES PRODUITS LAITIERS, LES PRÉPARATIONS POUR NOURRISSONS ET LES PRÉPARATIONS DE SUITE, Y COMPRIS LE LAIT POUR NOURRISSONS ET LE LAIT DE SUITE

Ce mode de prélèvement est à utiliser pour le contrôle officiel des teneurs maximales en aflatoxine M1 fixées pour le lait et les produits laitiers ainsi que les préparations pour nourrissons et les préparations de suite, y compris le lait pour nourrissons, le lait de suite et les aliments diététiques pour nourrissons (lait et produits laitiers) destinés à des fins médicales spéciales.

F.1. **Modes de prélèvement d'échantillons pour le lait, les produits laitiers, les préparations pour nourrissons et les préparations de suite, y compris le lait pour nourrissons et le lait de suite**

L'échantillon global doit être d'au moins 1 kg ou 1 litre, sauf si cela est impossible, par exemple quand l'échantillon est composé d'une seule bouteille.

Le nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever du lot est indiqué dans le tableau 1. Le nombre d'échantillons élémentaires fixé dépend de la forme habituelle sous laquelle les produits concernés sont commercialisés. S'il s'agit de produits liquides vendus en vrac, dans la mesure du possible et pour autant que la qualité du produit n'en souffre pas, le lot est soigneusement mélangé, soit par un procédé manuel, soit par un procédé mécanique, juste avant l'échantillonnage. Puisque, dans ce cas, la répartition de l'aflatoxine M1 dans un lot donné est supposée homogène, il suffit de prélever trois échantillons élémentaires par lot pour constituer l'échantillon global.

Tous les échantillons élémentaires, qui seront probablement souvent des bouteilles ou des briques, ont un poids semblable. Chaque échantillon élémentaire pèse au moins 100 grammes pour que l'échantillon global atteigne au minimum 1 kg ou 1 litre. Toute dérogation à ce mode de prélèvement est signalée dans le procès-verbal prévu au point A.3.8 de l'annexe I.

Tableau 1

Nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever sur le lot

Forme de commercialisation	Volume ou poids du lot (en litres ou en kg)	Nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever	Volume ou poids minimal de l'échantillon global (en litres ou en kg)
Vrac	—	3-5	1
Bouteilles/briques	≤ 50	3	1
Bouteilles/briques	De 50 à 500	5	1
Bouteilles/briques	> 500	10	1

F.2. **Échantillonnage au stade du commerce de détail**

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

▼B

Si cela s'avère impossible, un autre mode de prélèvement d'échantillons peut être employé à ce stade, pour autant qu'il garantisse un échantillon global suffisamment représentatif du lot échantillonné et fasse l'objet d'une description complète, dûment documentée ([1]).

F.3. **Acceptation d'un lot ou d'un sous-lot**

— Acceptation si l'échantillon de laboratoire ne dépasse pas la limite maximale, compte tenu de la correction au titre de la récupération et de l'incertitude de mesure (ou de la limite de décision — voir l'annexe II, point 4.4);

— rejet si l'échantillon de laboratoire dépasse sans conteste la limite maximale, compte tenu de la correction au titre de la récupération et de l'incertitude de mesure (ou de la limite de décision — voir l'annexe II, point 4.4).

▼M1

G. MODE DE PRÉLÈVEMENT D'ÉCHANTILLONS POUR LE CAFÉ, LES PRODUITS À BASE DE CAFÉ, LE BOIS DE RÉGLISSE ET L'EXTRAIT DE RÉGLISSE

Ce mode de prélèvement est à utiliser pour le contrôle officiel des teneurs maximales en ochratoxine A des grains de café torréfié, du café torréfié moulu, du café soluble, du bois de réglisse et de l'extrait de réglisse.

G.1. **Poids de l'échantillon élémentaire**

Le poids de l'échantillon élémentaire est d'environ 100 grammes, à moins qu'il ne soit défini autrement dans la présente partie G.

Dans le cas de lots conditionnés pour la vente au détail, le poids de l'échantillon élémentaire dépend du poids de l'unité de vente de détail.

Pour les unités de vente au détail pesant plus de 100 grammes, l'échantillon global pèsera donc plus de 10 kg. Si le poids de chaque unité de vente au détail dépasse de beaucoup les 100 grammes, il convient de retirer 100 grammes de chacune de ces unités pour constituer l'échantillon élémentaire. Cette opération peut être effectuée au moment du prélèvement de l'échantillon ou au laboratoire. Néanmoins, si un tel mode de prélèvement risque d'aboutir à des conséquences commerciales inacceptables du fait de la détérioration du lot (à cause de la forme de l'emballage, du moyen de transport, etc.), un autre mode de prélèvement peut être employé. À titre d'exemple, si un produit de valeur est commercialisé dans des unités de vente au détail de 500 grammes ou 1 kg, l'échantillon global peut être obtenu en réunissant un nombre d'échantillons élémentaires inférieur à celui indiqué dans les tableaux 1 et 2, à condition que son poids corresponde au poids requis pour l'échantillon global, tel qu'indiqué dans lesdits tableaux.

Si l'unité de vente au détail pèse moins de 100 grammes et que cette différence de poids est peu importante, on considère qu'une unité équivaut à un échantillon élémentaire, ce qui aboutit à un échantillon global de moins de 10 kg. Si l'unité de vente au détail pèse nettement moins de 100 grammes, l'échantillon élémentaire est constitué de deux unités ou plus pour que son poids se rapproche le plus possible de 100 grammes.

G.2. **Résumé général du mode d'échantillonnage pour le café torréfié, le café torréfié moulu, le café soluble, le bois de réglisse et l'extrait de réglisse**

([1]) Si la portion à échantillonner est trop petite pour obtenir un échantillon global de 1 kg, le poids de ce dernier peut être inférieur.

▼M1

Tableau 1

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

Produit	Poids du lot (en tonnes)	Poids ou nombre de sous-lots	Nombre d'échantillons élémentaires	Poids de l'échantillon global (en kg)
Les grains de café torréfié, le café torréfié soluble, le café soluble, le bois de réglisse et l'extrait de réglisse	≥ 15	15-30 tonnes	100	10
	< 15	—	10-100 (*)	1-10

(*) Selon le poids du lot – voir tableau 2 de la présente partie de l'annexe.

G.3. **Mode de prélèvement d'échantillons pour les grains de café torréfié, le café torréfié moulu, le café soluble, le bois de réglisse et l'extrait de réglisse (lots ≥ 15 tonnes)**

— À condition que les sous-lots puissent être séparés physiquement, chaque lot est subdivisé en sous-lots conformément au tableau 1. Étant donné que le poids d'un lot n'est pas toujours un multiple exact du poids des sous-lots, le poids du sous-lot peut différer du poids indiqué d'au plus 20 %.

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

— Nombre d'échantillons élémentaires: cent.

— Poids de l'échantillon global = 10 kg.

— S'il n'est pas possible d'utiliser le mode de prélèvement décrit ci-dessus en raison des conséquences commerciales inacceptables qu'entraînerait une détérioration du lot (par exemple, à cause de la forme de l'emballage ou du moyen de transport), un autre mode de prélèvement peut être employé, pour autant qu'il soit aussi représentatif que possible et fasse l'objet d'une description complète, dûment documentée.

G.4. **Mode de prélèvement d'échantillons pour les grains de café torréfié, le café torréfié moulu, le café soluble, le bois de réglisse et l'extrait de réglisse (lots < 15 tonnes)**

Pour des lots de grains de café torréfié, de café torréfié moulu, de café soluble, de racine de réglisse et d'extrait de réglisse de moins de 15 tonnes, le plan d'échantillonnage est réalisé avec un nombre d'échantillons élémentaires compris entre dix et cent, en fonction du poids du lot, ce qui aboutit à un échantillon global de 1 à 10 kg.

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

Tableau 2

Nombre d'échantillons élémentaires à prélever en fonction du poids du lot de grains de café torréfié, de café torréfié moulu, de café soluble, de racine de réglisse et d'extrait de réglisse

Poids du lot (en tonnes)	Nombre d'échantillons élémentaires	Poids de l'échantillon global (en kg)
≤ 0,1	10	1
> 0,1 - ≤ 0,2	15	1,5
> 0,2 - ≤ 0,5	20	2
> 0,5 - ≤ 1,0	30	3
> 1,0 - ≤ 2,0	40	4
> 2,0 - ≤ 5,0	60	6

▼M1

Poids du lot (en tonnes)	Nombre d'échantillons élémentaires	Poids de l'échantillon global (en kg)
> 5,0 - ≤ 10,0	80	8
> 10,0 - ≤ 15,0	100	10

G.5. **Mode de prélèvement d'échantillons pour les grains de café torréfié, le café torréfié moulu, le café soluble, le bois de réglisse et l'extrait de réglisse commercialisés sous vide**

Pour les lots dont le poids est supérieur ou égal à 15 tonnes, au moins vingt-cinq échantillons élémentaires formant un échantillon global de 10 kg sont prélevés et, pour les lots de moins de 15 tonnes, 25 % du nombre d'échantillons élémentaires mentionnés au tableau 2 sont prélevés pour aboutir à un échantillon global dont le poids sera celui requis dans le même tableau.

G.6. **Échantillonnage au stade du commerce de détail**

Le prélèvement d'échantillons de denrées alimentaires au stade du commerce de détail est, dans la mesure du possible, effectué conformément aux dispositions sur ce sujet mentionnées dans la présente partie.

Si cela s'avère impossible, un autre mode de prélèvement d'échantillons peut être employé à ce stade, pour autant qu'il garantisse un échantillon global suffisamment représentatif du lot échantillonné et fasse l'objet d'une description complète, dûment documentée. L'échantillon global doit de toute façon peser au moins 1 kg ([1]).

G.7. **Acceptation d'un lot ou d'un sous-lot**

— Acceptation si l'échantillon de laboratoire ne dépasse pas la limite maximale, compte tenu de la correction au titre de la récupération et de l'incertitude de mesure.

— Rejet si l'échantillon de laboratoire dépasse sans conteste la limite maximale, compte tenu de la correction au titre de la récupération et de l'incertitude de mesure.

▼B

H. MODE DE PRÉLÈVEMENT D'ÉCHANTILLONS POUR LES JUS DE FRUITS, Y COMPRIS LE JUS ET LE MOÛT DE RAISIN, LE CIDRE ET LE VIN

Ce mode de prélèvement est à utiliser pour le contrôle officiel des teneurs maximales établies pour:

— l'ochratoxine A dans le vin, le jus et le moût de raisin,

— la patuline dans les jus de fruits, nectars, spiritueux, cidres et autres boissons fermentées produites à partir de pommes ou contenant du jus de pomme.

H.1. **Mode de prélèvement d'échantillons**

L'échantillon global est d'au moins 1 litre, sauf si cela est impossible, par exemple quand l'échantillon est composé d'une seule bouteille.

Le nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever du lot est indiqué dans le tableau 1. Le nombre d'échantillons élémentaires fixé dépend de la forme habituelle sous laquelle les produits concernés sont commercialisés. 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 est soigneusement mélangé, soit par un procédé manuel, soit par un

([1]) Si la portion à échantillonner est trop petite pour obtenir un échantillon global de 1 kg, le poids de ce dernier peut être inférieur.

▼B

procédé mécanique, juste avant l'échantillonnage. Puisque, dans ce cas, la répartition de l'ochratoxine A et de la patuline dans un lot donné peut être supposée homogène, il suffit dès lors de prélever trois échantillons élémentaires par lot pour constituer l'échantillon global.

Tous les échantillons élémentaires, qui seront probablement souvent des bouteilles ou des briques, ont un poids semblable. Chaque échantillon élémentaire pèse au moins 100 grammes pour que l'échantillon global atteigne au minimum 1 litre. Toute dérogation à ce mode de prélèvement est signalée dans le procès-verbal prévu au point A.3.8 de l'annexe I.

Tableau 1

Nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever sur le lot

Forme de commercialisation	Volume du lot (en litres)	Nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever	Volume minimal de l'échantillon global (en litres)
Vrac (jus de fruit, spiritueux, cidre, vin)	—	3	1
Bouteilles/briques (jus de fruit, spiritueux, cidre)	≤ 50	3	1
Bouteilles/briques (jus de fruit, spiritueux, cidre)	De 50 à 500	5	1
Bouteilles/briques (jus de fruit, spiritueux, cidre)	> 500	10	1
Bouteilles/briques de vin	≤ 50	1	1
Bouteilles/briques de vin	De 50 à 500	2	1
Bouteilles/briques de vin	> 500	3	1

H.2. **Échantillonnage au stade du commerce de détail**

Le prélèvement d'échantillons de denrées alimentaires au stade du commerce de détail est, dans la mesure du possible, effectué conformément aux dispositions mentionnées dans la présente partie ([1]).

Si cela s'avère impossible, un autre mode de prélèvement d'échantillons peut être employé à ce stade, pour autant qu'il garantisse un échantillon global suffisamment représentatif du lot échantillonné et fasse l'objet d'une description complète, dûment documentée.

H.3. **Acceptation d'un lot ou d'un sous-lot**

— Acceptation si l'échantillon de laboratoire ne dépasse pas la limite maximale, compte tenu de la correction au titre de la récupération et de l'incertitude de mesure;

— rejet si l'échantillon de laboratoire dépasse sans conteste la limite maximale, compte tenu de la correction au titre de la récupération et de l'incertitude de mesure.

▼M2

I. MODE DE PRÉLÈVEMENT D'ÉCHANTILLONS POUR LES PRODUITS SOLIDES À BASE DE POMMES

Ce mode de prélèvement est à utiliser pour le contrôle officiel des teneurs maximales en patuline fixées pour les produits solides à base de pommes, y compris ceux destinés aux nourrissons et aux enfants en bas âge.

▼B

I.1. **Mode de prélèvement d'échantillons**

L'échantillon global doit peser au moins 1 kg, sauf si cela est impossible, par exemple en cas d'échantillonnage d'une seule unité de conditionnement.

([1]) Si la portion à échantillonner est trop petite pour obtenir un échantillon global de 1 litre, le volume de ce dernier peut être inférieur.

▼B

Le nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever du lot est indiqué dans le tableau 1. ►M2 ——————— ◄

Tous les échantillons élémentaires ont un poids semblable. Chaque échantillon élémentaire pèse au moins 100 grammes pour que l'échantillon global atteigne au minimum 1 kg.

Toute dérogation à ce mode de prélèvement est signalée dans le procès-verbal prévu au point A.3.8 de l'annexe I.

Tableau 1

Nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever sur le lot

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

Si le lot est constitué d'unités distinctes de conditionnement, le nombre d'unités à prélever pour former l'échantillon global est indiqué dans le tableau 2.

Tableau 2

Nombre d'unités de conditionnement (échantillons élémentaires) à prélever pour former l'échantillon global si le lot se compose d'unités distinctes

Nombre d'unités de conditionnement comprises dans le lot	Nombre d'unités de conditionnement à prélever	Poids de l'échantillon global (en kg)
De 1 à 25	1 unité	1
De 26 à 100	5 % environ, au moins 2 unités	1
> 100	5 % environ, 10 unités au maximum	1

I.2. **Échantillonnage au stade du commerce de détail**

Le prélèvement d'échantillons de denrées alimentaires au stade du commerce de détail est, dans la mesure du possible, effectué conformément aux dispositions sur ce sujet mentionnées dans la présente partie.

Si cela s'avère impossible, un autre mode de prélèvement d'échantillons peut être employé à ce stade, pour autant qu'il garantisse un échantillon global suffisamment représentatif du lot échantillonné et fasse l'objet d'une description complète, dûment documentée ([1]).

I.3. **Acceptation d'un lot ou d'un sous-lot**

— Acceptation si l'échantillon de laboratoire est conforme à la limite maximale, compte tenu de l'incertitude de mesure et de la correction au titre de la récupération,

— rejet si l'échantillon de laboratoire dépasse sans conteste la limite maximale, compte tenu de l'incertitude de mesure et de la correction au titre de la récupération.

([1]) Si la portion à échantillonner est trop petite pour obtenir un échantillon global de 1 kilo, le poids de ce dernier peut être inférieur.

▼B

J. MODE DE PRÉLÈVEMENT D'ÉCHANTILLONS POUR LES ALIMENTS POUR BÉBÉS ET LES ALIMENTS TRANSFORMÉS À BASE DE CÉRÉALES, DESTINÉS AUX NOURRISSONS ET AUX ENFANTS EN BAS ÂGE

Ce mode de prélèvement est à utiliser pour le contrôle officiel des teneurs maximales établies pour:

— les aflatoxines, l'ochratoxine A et les toxines de *Fusarium* dans les aliments pour bébés et les aliments transformés à base de céréales, destinés aux nourrissons et aux enfants en bas âge,

— les aflatoxines et l'ochratoxine A dans les aliments diététiques pour nourrissons (autres que le lait et les produits laitiers) destinés à des fins médicales spéciales,

— la patuline dans les aliments pour bébés autres que les aliments transformés à base de céréales, destinés aux nourrissons et aux enfants en bas âge. Pour le contrôle des teneurs maximales en patuline des jus de fruits et des produits solides à base de pommes destinés aux nourrissons et aux enfants en bas âge, il convient d'employer le mode de prélèvement décrit à la partie I de l'annexe I.

J.1. **Mode de prélèvement d'échantillons**

— Le mode de prélèvement d'échantillons pour les céréales et les produits céréaliers décrit au point B.4 de l'annexe I est à utiliser pour les denrées alimentaires destinées aux nourrissons et aux enfants en bas âge. En conséquence, le nombre d'échantillons élémentaires à prélever dépend du poids du lot et est compris entre dix et cent, conformément aux dispositions prévues au tableau 2 du point B.4, à l'annexe I.

Pour les très petits lots (≤ 0,5 tonne), un nombre inférieur d'échantillons élémentaires peut être prélevé, mais dans ce cas, l'échantillon global réunissant tous les échantillons élémentaires doit aussi peser au moins 1 kg.

— Le poids de l'échantillon élémentaire est d'environ 100 grammes. Dans le cas de lots conditionnés pour la vente au détail, le poids de l'échantillon élémentaire dépend du poids de l'unité de vente au détail et, dans le cas de très petits lots (≤ 0,5 tonne), ce poids est tel qu'en rassemblant les échantillons élémentaires, on obtient un échantillon global pesant au moins 1 kg. Toute dérogation à ce mode de prélèvement est à signaler dans le procès-verbal prévu au point A.3.8.

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

J.2. **Échantillonnage au stade du commerce de détail**

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

Si cela s'avère impossible, un autre mode de prélèvement d'échantillons peut être employé à ce stade, pour autant qu'il garantisse un échantillon global suffisamment représentatif du lot échantillonné et fasse l'objet d'une description complète, dûment documentée ([1]).

J.3. **Acceptation d'un lot ou d'un sous-lot**

— Acceptation si l'échantillon de laboratoire ne dépasse pas la limite maximale, compte tenu de la correction au titre de la récupération et de l'incertitude de mesure;

— rejet si l'échantillon de laboratoire dépasse sans conteste la limite maximale, compte tenu de la correction au titre de la récupération et de l'incertitude de mesure.

▼M1

K. MODE DE PRÉLÈVEMENT D'ÉCHANTILLONS POUR LES HUILES VÉGÉTALES

Ce mode de prélèvement est à utiliser pour le contrôle officiel des teneurs maximales en mycotoxines, notamment en aflatoxine B1, en aflatoxines totales et en zéaralénone fixées pour les huiles végétales.

([1]) Si la portion à échantillonner est trop petite pour obtenir un échantillon global de 1 kilo, le poids de ce dernier peut être inférieur.

▼M1

K.1. **Mode de prélèvement d'échantillons pour les huiles végétales**

— Chaque échantillon élémentaire doit peser environ au moins 100 grammes (ml) (en fonction de la nature du lot, de l'huile végétale en vrac par exemple, au moins trois échantillons élémentaires d'environ 350 ml doivent être prélevés), ce qui aboutit à un échantillon global d'au moins 1 kg (litre).

— Le nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever du lot est indiqué dans le tableau 1. Le lot est soigneusement mélangé, autant que faire se peut, soit par un procédé manuel, soit par un procédé technique, juste avant l'échantillonnage. Dans ce cas, on peut supposer une distribution homogène de l'aflatoxine à l'intérieur d'un lot donné; il suffit dès lors de prélever trois échantillons élémentaires par lot pour constituer l'échantillon global.

Tableau 1

Nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever sur le lot

Mode de commercialisation	Poids du lot (en kg) Volume du lot (en litres)	Nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever
Vrac (*)	—	3
Briques	≤ 50	3
Briques	> 50 à 500	5
Briques	> 500	10

(*) À condition que le sous-lot puisse être séparé physiquement, les grands lots en vrac/les lots d'huiles végétales sont subdivisés en sous-lots conformément au tableau 2 de la présente annexe.

Tableau 2

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

Produit	Poids du lot (en tonnes)	Poids ou nombre de sous-lots	Nombre d'échantillons élémentaires	Poids minimal de l'échantillon global (en kg)
Huiles végétales	≥ 1 500	500 tonnes	3	1
	> 300 et < 1 500	3 sous-lots	3	1
	≥ 50 et ≤ 300	100 tonnes	3	1
	< 50	—	3	1

K.2. **Mode de prélèvement d'échantillons pour les huiles végétales au stade du commerce de détail**

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

Si cela s'avère impossible, d'autres modes performants de prélèvement d'échantillons peuvent être employés à ce stade, pour autant qu'ils garantissent un échantillon global suffisamment représentatif du lot échantillonné et fassent l'objet d'une description complète, dûment documentée. L'échantillon global doit de toute façon peser au moins 1 kg ([1]).

([1]) Si la portion à échantillonner est trop petite pour obtenir un échantillon global de 1 kg, le poids de ce dernier peut être inférieur.

▼M1

K.3. **Acceptation d'un lot ou d'un sous-lot**

— Acceptation si l'échantillon de laboratoire ne dépasse pas la limite maximale, compte tenu de la correction au titre de la récupération et de l'incertitude de mesure.

— Rejet si l'échantillon de laboratoire dépasse sans conteste la limite maximale, compte tenu de la correction au titre de la récupération et de l'incertitude de mesure.

▼M2

L. MÉTHODE D'ÉCHANTILLONNAGE DES TRÈS GRANDS LOTS OU DES LOTS STOCKÉS OU TRANSPORTÉS DE TELLE MANIÈRE QU'IL EST IMPOSSIBLE DE PRÉLEVER DES ÉCHANTILLONS DANS L'ENSEMBLE DU LOT

L.1. **Principes généraux**

Si le mode de transport ou de stockage d'un lot ne permet pas que des échantillons élémentaires soient prélevés dans l'ensemble du lot, il est préférable que l'échantillonnage soit effectué lorsque le lot est en mouvement (échantillonnage dynamique).

Dans le cas des grands entrepôts destinés au stockage de denrées alimentaires, il convient d'encourager les opérateurs à installer dans l'entrepôt des équipements permettant de prélever (automatiquement) des échantillons dans l'ensemble du lot stocké.

Lorsque les procédures d'échantillonnage prévues dans la présente partie (partie L) sont appliquées, l'exploitant du secteur alimentaire ou son représentant devraient en être informés. Si l'exploitant du secteur alimentaire ou son représentant remettent en cause la procédure d'échantillonnage, ils doivent permettre à l'autorité compétente de prélever des échantillons dans l'ensemble du lot, à leurs propres frais.

L'échantillonnage d'une partie du lot est autorisé, à condition que la quantité de la partie échantillonnée représente au moins 10 % du lot à échantillonner. Si l'échantillonnage d'une partie d'un lot de denrées alimentaires appartenant à la même catégorie ou correspondant à la même description permet de constater que cette partie du lot ne satisfait pas aux exigences de l'Union, la totalité du lot est réputée non conforme, sauf si un examen plus poussé ne révèle aucun indice de non-conformité du reste du lot.

Les dispositions pertinentes concernant, par exemple, le poids de l'échantillon élémentaire, énoncées dans les autres parties de la présente annexe, s'appliquent à l'échantillonnage des très grands lots et des lots stockés ou transportés de telle manière qu'il est impossible de prélever des échantillons dans l'ensemble du lot.

L.2. **Nombre d'échantillons élémentaires à prélever dans le cas de très grands lots**

Dans le cas de portions échantillonnées de grande taille (> 500 tonnes), le nombre d'échantillons élémentaires à prélever = 100 échantillons élémentaires + √tonnes. Néanmoins, si le lot pèse moins de 1 500 tonnes et peut être subdivisé en sous-lots conformément au tableau 1 de la partie B et si les sous-lots peuvent être séparés physiquement, le nombre d'échantillons élémentaires à prélever est celui prévu dans la partie B.

L.3. **Grands lots transportés par navire**

L.3.1. *Échantillonnage dynamique de grands lots transportés par navire*

L'échantillonnage de grands lots transportés par navire est effectué de préférence lorsque le produit est en mouvement (échantillonnage dynamique).

L'échantillonnage doit être fait par cale (entité qui peut être physiquement séparée). Néanmoins, les cales sont vidées partiellement l'une après l'autre, de sorte que la séparation physique initiale n'existe plus après le transfert dans les installations de stockage. L'échantillonnage peut donc être réalisé sur la base de la séparation physique initiale ou sur la base de la séparation après transfert dans les installations de stockage.

▼M2

Le déchargement d'un navire peut durer plusieurs jours. Normalement, l'échantillonnage doit être effectué à intervalles réguliers pendant la durée entière du déchargement. Toutefois, il n'est pas toujours possible ou opportun qu'un inspecteur officiel soit présent lors de l'échantillonnage pendant toute l'opération de déchargement. Par conséquent, la réalisation d'un échantillonnage sur une partie (portion échantillonnée) du lot est autorisée. Le nombre d'échantillons élémentaires est fonction de la taille de la portion échantillonnée.

Même si l'échantillon officiel est prélevé automatiquement, la présence d'un inspecteur est requise. Néanmoins, si l'échantillonnage automatique est effectué selon des paramètres préétablis qui ne peuvent être modifiés durant l'échantillonnage et si les échantillons élémentaires sont collectés dans un réceptacle scellé empêchant toute fraude, la présence d'un inspecteur n'est requise qu'au début de l'échantillonnage, chaque fois que le réceptacle contenant les échantillons doit être changé et à la fin de l'échantillonnage.

L.3.2. *Échantillonnage statique de lots transportés par navire*

Si l'échantillonnage est effectué de façon statique, la procédure prévue pour les installations de stockage (silos) accessibles par le haut doit être appliquée (voir le point L.5.1).

L'échantillonnage doit être effectué sur la partie accessible (par le haut) du lot/de la cale. Le nombre d'échantillons élémentaires est fonction de la taille de la portion échantillonnée.

L.4. **Échantillonnage de grands lots stockés dans des entrepôts**

L'échantillonnage doit être effectué sur la partie accessible du lot. Le nombre d'échantillons élémentaires est fonction de la taille de la portion échantillonnée.

L.5. **Échantillonnage dans des installations de stockage (silos)**

L.5.1. *Échantillonnage dans des silos (facilement) accessibles par le haut*

L'échantillonnage doit être effectué sur la partie accessible du lot. Le nombre d'échantillons élémentaires est fonction de la taille de la portion échantillonnée.

L.5.2. *Échantillonnage dans des silos inaccessibles par le haut (silos fermés)*

L.5.2.1. Silos inaccessibles par le haut (silos fermés) d'une capacité supérieure à 100 tonnes

Les denrées alimentaires entreposées dans des silos de ce type ne peuvent faire l'objet d'un échantillonnage statique. Par conséquent, lorsque les denrées alimentaires entreposées dans le silo doivent faire l'objet d'un échantillonnage et qu'il n'est pas possible de déplacer le lot, il doit être convenu avec l'opérateur qu'il informe l'inspecteur du moment où le silo sera déchargé, partiellement ou entièrement, afin de permettre l'échantillonnage des denrées alimentaires en mouvement.

L.5.2.2. Silos inaccessibles par le haut (silos fermés) d'une capacité inférieure à 100 tonnes

Contrairement à ce qui est prévu au point L.1 (partie échantillonnée d'au moins 10 %), la procédure d'échantillonnage consiste à transférer dans un réceptacle une quantité comprise entre 50 et 100 kg et à y prélever l'échantillon. La taille de l'échantillon global correspond au lot entier et le nombre d'échantillons élémentaires dépend de la quantité de denrées alimentaires transférée du silo vers le réceptacle en vue de l'échantillonnage.

L.6. **Échantillonnage de denrées alimentaires en vrac dans de grands conteneurs fermés**

Il est fréquent que de tels lots ne puissent faire l'objet d'un échantillonnage que quand ils sont déchargés. Dans certains cas, il est impossible de décharger ce type de conteneurs au point d'importation ou de contrôle; c'est pourquoi l'échantillonnage devrait avoir lieu lorsqu'ils sont déchargés. L'opérateur doit informer l'inspecteur du lieu et du moment du déchargement des conteneurs.

▼**M2**

M. MÉTHODE D'ÉCHANTILLONNAGE DES COMPLÉMENTS ALIMENTAIRES À BASE DE RIZ FERMENTÉ AVEC DE LA LEVURE ROUGE *MONASCUS PURPUREUS*

Ce mode de prélèvement est à utiliser pour le contrôle officiel de la teneur maximale en citrinine fixée pour les compléments alimentaires à base de riz fermenté avec de la levure rouge *Monascus purpureus*.

Procédure d'échantillonnage et taille de l'échantillon

La procédure d'échantillonnage est fondée sur la supposition que les compléments alimentaires à base de riz fermenté avec de la levure rouge *Monascus purpureus* sont commercialisés dans des emballages de vente contenant d'ordinaire de 30 à 120 capsules par emballage.

Taille de l'échantillon (nombre d'emballages de vente)	Nombre d'emballages de vente à prélever	Taille de l'échantillon
1 - 50	1	Toutes les capsules
51 - 250	2	Toutes les capsules
251 - 1 000	4	La moitié des capsules de chaque emballage de vente prélevé
> 1 000	4 + 1 emballages de vente par 1 000 emballages de vente, sans dépasser 25 emballages de vente	≤ 10 emballages de vente: la moitié des capsules de chaque emballage de vente > 10 emballages de vente: un nombre égal de capsules de chaque emballage de vente pour aboutir à un échantillon équivalant au contenu de 5 emballages de vente

▼B

ANNEXE II

CRITÈRES APPLICABLES À LA PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS ET AUX MÉTHODES D'ANALYSE UTILISÉES POUR LE CONTRÔLE OFFICIEL DES TENEURS EN MYCOTOXINES DES DENRÉES ALIMENTAIRES

1. INTRODUCTION

1.1. **Précautions**

Les mycotoxines étant généralement réparties de façon hétérogène, les échantillons sont préparés, et surtout homogénéisés, avec le plus grand soin.

Lorsque l'homogénéisation a lieu au laboratoire, la totalité de l'échantillon reçu au laboratoire doit être homogénéisée.

Au cours de l'analyse des aflatoxines, il convient d'éviter autant que possible la lumière du jour, car l'aflatoxine se décompose progressivement sous l'influence de la lumière ultraviolette.

1.2. **Calcul de la proportion coque/amande dans les fruits à coque entiers**

Les limites fixées pour les aflatoxines par le règlement (CE) nº 466/2001 s'appliquent à la partie comestible. La teneur en aflatoxines de la partie comestible peut être déterminée comme suit:

— les échantillons de fruits à coque peuvent être décortiqués pour que la teneur en aflatoxines soit déterminée dans la partie comestible;

— la procédure de préparation de l'échantillon peut s'appliquer au fruit avec sa coque. Le mode de prélèvement et la méthode d'analyse doivent prévoir une estimation du poids des amandes dans l'échantillon global. Celui-ci est estimé après établissement d'un facteur approprié caractérisant la proportion entre la coque et l'amande dans les fruits entiers. Cette proportion sert à déterminer la quantité d'amandes dans l'échantillon global utilisé pour la préparation et la méthode d'analyse de l'échantillon.

Une centaine de fruits à coque entiers sont prélevés de manière aléatoire sur le lot ou retirés de chaque échantillon global pour être mis de côté. Pour chaque échantillon de laboratoire, on peut obtenir le rapport recherché en pesant les fruits entiers, en enlevant leur coque et en pesant les portions de coques et d'amandes.

La proportion entre la coque et l'amande, une fois déterminée par le laboratoire à partir d'un certain nombre d'échantillons, peut être prise en compte dans les travaux d'analyse ultérieurs. Toutefois, s'il est constaté qu'un échantillon de laboratoire dépasse les limites fixées, la proportion est déterminée, pour cet échantillon, à l'aide de la centaine de fruits mis de côté.

2. TRAITEMENT DE L'ÉCHANTILLON REÇU DANS LE LABORATOIRE

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

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

3. ÉCHANTILLONS IDENTIQUES

Les échantillons identiques destinés à des mesures exécutoires, au commerce (défense) et à des fins de référence (arbitrage) sont prélevés sur le produit homogénéisé, pour autant que cette procédure n'aille pas à l'encontre de la législation des États membres concernant le droit des exploitants du secteur alimentaire.

▼B

4. MÉTHODE D'ANALYSE À UTILISER PAR LE LABORATOIRE ET EXIGENCES DE CONTRÔLE

4.1. **Définitions**

Certaines des définitions les plus courantes que les laboratoires sont tenus d'utiliser sont indiquées ci-après.

r = répétabilité, valeur en dessous de laquelle on peut s'attendre à ce que la différence absolue entre les résultats de deux tests individuels, obtenus dans des conditions de répétabilité (c'est-à-dire même échantillon, même opérateur, même appareillage, même laboratoire et court intervalle de temps), se situe dans une limite donnée de probabilité (en principe 95 %) d'où $r = 2{,}8 \times s_r$.

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

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

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

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

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

▼M2

4.2. **Exigences générales**

Les méthodes analytiques de confirmation utilisées pour le contrôle des denrées alimentaires doivent satisfaire aux dispositions de l'annexe III, points 1 et 2, du règlement (CE) nº 882/2004.

4.3. **Exigences spécifiques**

4.3.1. *Exigences spécifiques pour les méthodes de confirmation*

4.3.1.1. Critères de performance

L'utilisation de méthodes de confirmation entièrement validées (à savoir les méthodes validées au moyen d'études collaboratives portant sur les matrices pertinentes) est recommandée lorsque ces méthodes conviennent et sont disponibles. D'autres méthodes de confirmation validées et appropriées (telles les méthodes validées en interne sur des matrices pertinentes appartenant au groupe de produits considéré) peuvent également être utilisées, à condition qu'elles satisfassent aux critères de performance énoncés dans les tableaux figurant ci-après.

Si possible, la validation des méthodes validées en interne doit se faire au moyen d'un matériau de référence certifié.

▼**M2**

a) Critères de performance pour les aflatoxines

Critère	Plage de concentration	Valeur recommandée	Valeur maximale autorisée
Valeurs à blanc	Toutes	Négligeable	—
Récupération — Aflatoxine M1	0,01 - 0,05 µg/kg	60 à 120 %	
	> 0,05 µg/kg	70 à 110 %	
Récupération — Aflatoxines B_1, B_2, G_1, G_2	< 1,0 µg/kg	50 à 120 %	
	1 - 10 µg/kg	70 à 110 %	
	> 10 µg/kg	80 à 110 %	
Reproductibilité RSD_R	Toutes	Dérivée de l'équation de Horwitz (*) (**)	2 × la valeur dérivée de l'équation de Horwitz (*) (**)

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

Note:

— Valeurs à appliquer à la fois à B_1 et à la somme de $B_1 + B_2 + G_1 + G_2$.
— Si les sommes des différentes aflatoxines $B_1 + B_2 + G_1 + G_2$ doivent être enregistrées, la réponse de chacune d'elles au système d'analyse doit être connue ou équivalente.

b) Critères de performance pour l'ochratoxine A

Teneur µg/kg	Ochratoxine A		
	RSD_r %	RSD_R %	Récupération %
< 1	≤ 40	≤ 60	De 50 à 120
≥ 1	≤ 20	≤ 30	De 70 à 110

c) Critères de performance pour la patuline

Teneur µg/kg	Patuline		
	RSD_r %	RSD_R %	Récupération %
< 20	≤ 30	≤ 40	De 50 à 120
20 — 50	≤ 20	≤ 30	De 70 à 105
> 50	≤ 15	≤ 25	De 75 à 105

d) Critères de performance pour le désoxynivalénol

Teneur µg/kg	Désoxynivalénol		
	RSD_r %	RSD_R %	Récupération %
> 100 — ≤ 500	≤ 20	≤ 40	De 60 à 110
> 500	≤ 20	≤ 40	De 70 à 120

▼M2

e) Critères de performance pour la zéaralénone

Teneur µg/kg	Zéaralénone		
	RSD_r %	RSD_R %	Récupération %
≤ 50	≤ 40	≤ 50	De 60 à 120
> 50	≤ 25	≤ 40	De 70 à 120

f) Critères de performance pour les fumonisines B_1 et B_2 prises séparément

Teneur µg/kg	Fumonisines B_1 et B_2 prises séparément		
	RSD_r %	RSD_R %	Récupération %
≤ 500	≤ 30	≤ 60	De 60 à 120
> 500	≤ 20	≤ 30	De 70 à 110

g) Critères de performance pour les toxines T-2 et HT-2 prises séparément

Teneur µg/kg	Toxines T-2 et HT-2 prises séparément		
	RSD_r %	RSD_R %	Récupération %
15-250	≤ 30	≤ 50	De 60 à 130
> 250	≤ 25	≤ 40	De 60 à 130

h) Critères de performance pour la citrinine

Teneur µg/kg	Citrinine			
	RSD_r %	RSD_R recommandé %	RSD_R maximal autorisé %	Récupération %
Toutes	0,66 × RSD_R	Dérivée de l'équation de Horwitz (*) (**)	2 × la valeur dérivée de l'équation de Horwitz (*) (**)	De 70 à 120

i) Notes concernant les critères de performance pour les mycotoxines:

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

— Les valeurs relatives à la fidélité sont calculées à partir de l'équation de Horwitz, en particulier à partir de l'équation initiale de Horwitz (pour les concentrations $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$) (*) et à partir de l'équation modifiée de Horwitz (pour les concentrations $C < 1,2 \times 10^{-7}$) (**).

(*) Équation de Horwitz pour les concentrations $1,2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0,138$:

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

(réf.: W. Horwitz, L.R. Kamps et K.W. Boyer, *J. Assoc. Off. Analy. Chem.*, 1980, 63, 1344)

(**) Équation modifiée de Horwitz (*) pour les concentrations $C < 1,2 \times 10^{-7}$:

$RSD_R = 22$ %

(réf.: M. Thompson, *Analyst*, 2000, 125, p. 385-386)

équation dans laquelle:

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

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

Il s'agit d'une équation générale relative à la fidélité dont il a été constaté qu'elle est indépendante de l'analyte et de la matrice et uniquement dépendante de la concentration pour la plupart des méthodes d'analyse de routine.

▼M2

4.3.1.2. Adaptation à l'usage prévu

Il est permis d'adopter une démarche fondée sur l'adaptation à l'usage prévu ([1]) pour évaluer si les méthodes validées en interne peuvent servir de méthodes de remplacement aux fins du contrôle officiel. Les méthodes retenues aux fins du contrôle officiel doivent produire des résultats dont l'incertitude de mesure normalisée (u) est inférieure à l'incertitude de mesure normalisée maximale, laquelle est calculée au moyen de la formule suivante:

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

où:

— *Uf* est l'incertitude de mesure normalisée maximale (µg/kg),

— LOD est la limite de détection que permet d'atteindre la méthode (µg/kg),

— α est un facteur numérique constant dépendant de la valeur de C. Les valeurs à utiliser sont indiquées dans le tableau ci-après,

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

Si la méthode d'analyse donne des résultats présentant des mesures d'incertitude inférieures à l'incertitude normalisée maximale, la méthode est réputée aussi valable qu'une méthode satisfaisant aux critères de performance énoncés au point 4.3.1.1.

Tableau

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

4.3.2. *Exigences spécifiques pour les méthodes de dépistage semi-quantitatives*

4.3.2.1. Champ d'application

Les exigences s'appliquent aux méthodes bioanalytiques fondées sur l'immunoreconnaissance ou la fixation à un récepteur (ELISA, bandelettes réactives, dispositifs à flux latéral, immunodétecteurs, etc.) et aux méthodes physico-chimiques fondées sur la chromatographie ou la détection directe par spectrométrie de masse (SM en milieu ambiant, par exemple). Les autres méthodes (telle la chromatographie sur couche mince) ne sont pas exclues si les signaux émis se rapportent directement aux mycotoxines considérées et permettent que le principe décrit ci-dessous soit applicable.

Les exigences spécifiques s'appliquent aux méthodes donnant comme résultat de la mesure une valeur numérique [réponse (relative) d'un lecteur de bandelettes réactives, signal du couplage de la chromatographie en phase liquide (CL) et de la spectrométrie de masse, etc.] et auxquelles s'appliquent les règles statistiques ordinaires.

Les exigences ne s'appliquent pas aux méthodes qui ne donnent pas des valeurs numériques (mais se limitent, par exemple, à signaler la présence ou l'absence), lesquelles requièrent d'autres modes de validation. Les exigences spécifiques applicables à ces méthodes sont énoncées au point 4.3.3.

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

▼M2

Le présent document décrit les procédures de validation des méthodes de dépistage par validation interlaboratoire, de vérification de la performance d'une méthode validée au terme d'un exercice interlaboratoire et de validation monolaboratoire d'une méthode de dépistage.

4.3.2.2. Terminologie

Concentration cible du dépistage (STC): la concentration présentant un intérêt pour la détection de la mycotoxine dans un échantillon. Lorsqu'il s'agit de vérifier le respect des limites réglementaires, la STC est égale à la teneur maximale applicable. Si l'objectif est autre ou si aucune teneur maximale n'est fixée, la STC est prédéfinie par le laboratoire.

Méthode de dépistage: la méthode servant à sélectionner, avec un degré de certitude donné, les échantillons dont la teneur en mycotoxines dépasse la concentration cible du dépistage (STC). Pour le dépistage des mycotoxines, une certitude de 95 % est considérée comme adaptée à l'usage prévu. Le résultat du dépistage est soit «négatif», soit «suspect». Les méthodes de dépistage doivent offrir une grande capacité de traitement d'échantillons à la fois efficace et économique, augmentant les chances de découvrir de nouveaux cas d'exposition élevée des consommateurs et de risques pour leur santé. Ces méthodes sont fondées sur des méthodes de bioanalyse, de CL-SM ou de CLHP. Les résultats dépassant la valeur seuil doivent être vérifiés; à cet effet, l'échantillon original est soumis à une nouvelle analyse complète réalisée au moyen d'une méthode de confirmation.

Échantillon négatif: un échantillon dont la teneur en mycotoxine est inférieure à la STC avec une certitude de 95 % (ce niveau de certitude signifie qu'il y a 5 % de risque que l'échantillon ait été déclaré erronément négatif).

Échantillon faussement négatif ou faux négatif: un échantillon dont la teneur en mycotoxine est supérieure à la STC, mais qui a été déclaré négatif.

Échantillon suspect: un échantillon qui dépasse la valeur seuil (voir infra) et dont la teneur en mycotoxine peut être supérieure à la STC. Tout échantillon suspect est soumis à une analyse de confirmation qui doit permettre d'identifier et de quantifier avec précision la mycotoxine.

Échantillon faussement suspect: un échantillon négatif déclaré suspect.

Méthodes de confirmation: les méthodes qui fournissent des informations complètes ou complémentaires permettant l'identification de la mycotoxine et sa quantification univoque au niveau considéré.

Valeur seuil: la réaction, le signal ou la concentration, obtenus au moyen de la méthode de dépistage, au-dessus desquels l'échantillon est réputé suspect. Le seuil est déterminé pendant la validation, compte tenu de la variabilité de la mesure.

Échantillon témoin (blanc de matrice) négatif: un échantillon dont on sait qu'il est exempt ([1]) de la mycotoxine à dépister à la suite, par exemple, d'une détermination antérieure réalisée au moyen d'une méthode de confirmation d'une sensibilité suffisante. Si aucun échantillon témoin ne peut être obtenu, le matériau présentant la teneur la plus basse possible peut être utilisé aussi longtemps que la teneur permet de conclure que la méthode de dépistage est adaptée à sa destination.

Échantillon témoin positif: un échantillon contenant la mycotoxine à la concentration cible du dépistage, par exemple un matériau de référence certifié, un matériau dont le contenu est connu (un matériau d'essai provenant d'essais d'aptitude, par exemple) ou un matériau ayant été suffisamment caractérisé au moyen d'une méthode de confirmation. Faute d'un tel échantillon, il s'agit d'un mélange d'échantillons présentant des niveaux de contamination différents ou d'un échantillon enrichi préparé en laboratoire et suffisamment caractérisé, à condition qu'il puisse être prouvé que le niveau de contamination a été vérifié.

([1]) Un échantillon est considéré comme exempt de l'analyte si la quantité présente dans l'échantillon ne dépasse pas un cinquième de la STC. Si la teneur peut être quantifiée au moyen d'une méthode de confirmation, elle doit être prise en compte lors de l'examen de validation.

▼M2

4.3.2.3. Procédure de validation

La validation vise à démontrer que la méthode de dépistage est adaptée à l'usage auquel elle est destinée. Elle se fait par détermination de la valeur seuil et par détermination du taux d'échantillons faussement négatifs et d'échantillons faussement suspects. Des caractéristiques de la performance telles que la sensibilité, la sélectivité et la fidélité sont inhérentes à ces deux paramètres.

Les méthodes de dépistage peuvent faire l'objet d'une validation inter-laboratoire ou monolaboratoire. Si les données d'une validation inter-laboratoire d'une méthode sont déjà disponibles pour une combinaison mycotoxine/matrice/STC donnée, un laboratoire appliquant la méthode pourra se contenter de vérifier les performances de celle-ci.

4.3.2.3.1. Validation initiale par validation monolaboratoire

Mycotoxines

La validation doit être faite pour chaque mycotoxine concernée. Si des méthodes de bioanalyse produisent une réponse combinée pour un groupe donné de mycotoxines (les aflatoxines B_1, B_2, G_1 et G_2 et les fumonisines B_1 et B_2, par exemple), leur applicabilité doit être démontrée et les limites de l'essai doivent être mentionnées dans la définition du champ d'application de la méthode. La réactivité croisée non souhaitée (réaction, par exemple, du déoxynivalénol-3-glycoside, du 3-acétyldéoxynivalénol ou du 15-acétyldéoxynivalénol aux méthodes immunologiques de dépistage du déoxynivalénol) ne devrait pas augmenter le taux d'échantillons faussement négatifs pour les mycotoxines ciblées, mais elle pourrait augmenter le taux d'échantillons faussement suspects. La réalisation d'analyses de confirmation visant à identifier et à quantifier précisément les mycotoxines devrait limiter cette augmentation indésirable.

Matrices

Une validation initiale devrait être réalisée pour chaque produit ou, lorsqu'il est avéré que la méthode est utilisable pour des produits multiples, pour chaque groupe de produits. Dans le second cas, un produit représentatif et présentant un intérêt est sélectionné dans le groupe concerné (voir ci-après tableau A).

Ensemble d'échantillons

Le nombre minimal d'échantillons requis en vue de la validation est fixé à 20 échantillons témoins négatifs homogènes et à 20 échantillons témoins positifs homogènes contenant la mycotoxine à la STC, analysés dans des conditions de fidélité intermédiaire (RSD_{Ri}) pendant une période s'étalant sur cinq jours. Facultativement, des ensembles supplémentaires de 20 échantillons dans lesquels la mycotoxine est présente à des teneurs différentes peuvent être ajoutés à l'ensemble constitué pour la validation, pour que l'on puisse se faire une idée de la plage dans laquelle la méthode permet de discriminer les différentes concentrations de la mycotoxine.

Concentration

La méthode doit être validée pour chaque STC à utiliser lors des applications de routine.

4.3.2.3.2. Validation initiale au moyen d'études collaboratives

La validation au moyen d'études collaboratives doit se faire conformément à un protocole des essais collaboratifs internationalement reconnu (par exemple la norme ISO 5725:1994 ou le protocole international harmonisé de l'UICPA) qui requiert l'utilisation des données valides d'au moins huit laboratoires. Par ailleurs, la seule différence par rapport aux validations monolaboratoires réside dans le fait que les $\geq$ 20 échantillons par produit/teneur peuvent être répartis également entre les laboratoires participants, chaque laboratoire recevant au minimum deux échantillons.

▼M2

4.3.2.4. Détermination de la valeur seuil et du taux de résultats faussement suspect des échantillons blancs

Les réponses (relatives) concernant les échantillons témoins négatifs et positifs servent de base de calcul des paramètres requis.

Méthodes de dépistage à réponse proportionnelle à la concentration de la mycotoxine

La formule suivante s'applique aux méthodes de dépistage à réponse proportionnelle à la concentration de la mycotoxine:

$$Valeur\ seuil = R_{STC} — valeur\ t_{0,05} * SD_{STC}$$

R_{STC} = réponse moyenne des échantillons témoins positifs (à la STC)

valeur t: valeur t unicaudale pour un taux de résultats faussement négatifs de 5 % (voir tableau B ci-après)

SD_{STC} = écart-type

Méthodes de dépistage à réponse inversement proportionnelle à la concentration de la mycotoxine

Par analogie, pour les méthodes de dépistage à réponse inversement proportionnelle à la concentration de la mycotoxine, la valeur seuil est déterminée comme suit:

$$Valeur\ seuil = R_{STC} + valeur\ t_{0,05} * SD_{STC}$$

Si l'on utilise cette valeur t spécifique pour déterminer la valeur seuil, le taux de résultats faussement négatifs est fixé par défaut à 5 %.

Évaluation de l'adaptation à l'usage

Les résultats relatifs aux échantillons témoins négatifs servent à estimer le taux correspondant de résultats faussement suspects. La valeur t calculée correspond au cas où le résultat d'un échantillon témoin négatif est supérieur à la valeur seuil et donc erronément considéré comme suspect.

Valeur t = (valeur seuil — $moyenne_{blanc}$)/SD_{blanc}dans les méthodes de dépistage à réponse proportionnelle à la concentration de la mycotoxine

ou

valeur t = ($moyenne_{blanc}$ — valeur seuil)/SD_{blanc}dans les méthodes de dépistage à réponse inversement proportionnelle à la concentration de la mycotoxine

À partir de la valeur t obtenue sur la base des degrés de liberté calculés à partir du nombre d'expériences, la probabilité d'échantillons faussement suspects dans une distribution unicaudale peut être calculée (fonction TDIST de la feuille de calcul, par exemple) ou trouvée dans un tableau relatif à la distribution de t.

La valeur correspondante de la distribution unicaudale de t indique le taux de résultats faussement suspects.

Ce concept est décrit en détail, exemple à l'appui, dans *Analytical and Bioanalytical Chemistry* DOI 10.1007/s00216 -013-6922-1.

4.3.2.5. Extension du champ d'application de la méthode

4.3.2.5.1. Extension du champ d'application à d'autres mycotoxines

Lorsque le champ d'application d'une méthode de dépistage existante est étendu à d'autres mycotoxines, la validité de la méthode doit être démontrée au moyen d'une validation complète.

▼M2

4.3.2.5.2. Extension du champ d'application à d'autres produits

S'il est avéré ou probable que la méthode de dépistage est applicable à d'autres produits, sa validité doit être vérifiée pour ces autres produits. Si le nouveau produit appartient à un groupe de produits (voir tableau A ci-après) pour lequel la méthode a déjà fait l'objet d'une validation initiale, la réalisation d'une validation supplémentaire limitée est suffisante. À cet effet, un minimum de 10 échantillons témoins négatifs homogènes et de 10 échantillons témoins positifs homogènes (à la STC) doivent être analysés dans des conditions de fidélité intermédiaire. Les échantillons témoins positifs doivent tous présenter des valeurs dépassant la valeur seuil. Si ce critère n'est pas rempli, une validation complète est requise.

4.3.2.6. Vérification de méthodes déjà validées au moyen d'études collaboratives

La performance des méthodes de dépistage déjà validées au moyen d'une étude collaborative doit être vérifiée. À cet effet, un minimum de 6 échantillons témoins négatifs et de 6 échantillons témoins positifs (à la STC) doivent être analysés. Les échantillons témoins positifs doivent tous présenter des valeurs dépassant la valeur seuil. Si ce critère n'est pas rempli, le laboratoire doit réaliser une analyse des causes profondes de cette situation afin de déceler pourquoi il ne peut pas répéter le résultat obtenu lors de l'étude collaborative. Après avoir pris les mesures correctrices nécessaires, le laboratoire doit revérifier la performance de la méthode en interne. Si le laboratoire n'est pas capable de vérifier les résultats de l'étude collaborative, il doit établir sa propre valeur seuil dans le cadre d'une validation monolaboratoire complète.

4.3.2.7. Vérification/validation continue de la méthode

Après validation initiale de la méthode, le laboratoire collecte des données de validation supplémentaires en joignant au moins deux échantillons témoins positifs à chaque lot d'échantillons soumis à un dépistage. L'un des échantillons témoins positifs est un échantillon connu (un échantillon utilisé, par exemple, lors de la validation initiale) et l'autre provient d'un produit différent appartenant au même groupe de produits (si l'analyse porte sur un seul produit, l'échantillon consiste en un autre échantillon de ce produit). Un échantillon témoin négatif peut également être joint. Les résultats obtenus pour les deux échantillons témoins positifs sont ajoutés aux données de validation existantes.

La valeur seuil est reprécisée et la validité de la méthode est réexaminée au moins une fois par an. La vérification continue de la méthode vise plusieurs objectifs:

— assurer le contrôle qualité du lot d'échantillons soumis à un dépistage,

— fournir des informations sur la robustesse de la méthode dans les conditions prévalant dans le laboratoire appliquant la méthode,

— démontrer l'applicabilité de la méthode aux différents produits,

— permettre une adaptation des valeurs seuils en cas de dérive graduelle au fil du temps.

4.3.2.8. Rapport de validation

Le rapport de validation doit comporter:

— une partie consacrée à la STC,

— une partie consacrée à la valeur seuil atteinte,

▼M2

Note: La valeur seuil doit comporter le même nombre de chiffres significatifs que la STC. Les valeurs numériques servant à calculer la valeur seuil doivent avoir au moins un chiffre significatif de plus que la STC.

— une partie consacrée au taux calculé d'échantillons faussement suspects,

— une partie portant sur la manière dont le taux d'échantillons faussement suspects a été établi.

Note: La partie du rapport consacrée au taux calculé d'échantillons faussement suspects mentionne si la méthode est adaptée à l'usage prévu alors qu'elle précise le nombre d'échantillons blancs (ou présentant un faible niveau de contamination) qui seront soumis à une vérification.

Tableau A

Groupes de produits entrant en considération pour la validation des méthodes de dépistage

Groupes de produits	Catégories de produits	Produits représentatifs de la catégorie
Forte teneur en eau	Jus de fruit	Jus de pomme, jus de raisin
	Boissons alcoolisées	Vin, bière, cidre
	Légumes-racines et légumes-tubercules	Gingembre frais
	Purées à base de céréales ou de fruits	Purées destinées aux nourrissons et aux enfants en bas âge
Forte teneur en huile	Fruits à coque	Noix communes, noisettes, châtaignes
	Graines oléagineuses et produits dérivés	Graines de colza, graines de tournesol, graines de coton, fèves de soja, arachides, graines de sésame, etc.
	Fruits oléagineux et produits dérivés	Huiles et pâtes (beurre d'arachide et tahini, par exemple)
Forte teneur en fécule et/ou protéines et faible teneur en eau et en matières grasses	Céréales et produits dérivés	Froment (blé), seigle, orge, maïs, riz, avoine Pain complet, pain blanc, crackers, céréales pour petit déjeuner, pâtes
	Produits diététiques	Poudres sèches destinées à la préparation d'aliments pour nourrissons et enfants en bas âge
Forte teneur en acide et forte teneur en eau (*)	Agrumes	
«Produits difficiles ou uniques» (**)		Fèves de cacao et produits dérivés, copra et produits dérivés, café, thé Épices, réglisse
Forte teneur en sucre et faible teneur en eau	Fruits séchés	Figues, raisins, groseilles, sultanines
Lait et produits laitiers	Lait	Lait de vache, de chèvre et de bufflonne
	Fromage	Fromage de vache et de chèvre
	Produits laitiers (lait en poudre, par exemple)	Yaourt, crème

(*) Si l'on utilise un tampon pour stabiliser le pH dans la phase d'extraction, ce groupe de produits peut être incorporé dans le groupe «Forte teneur en eau».

(**) Les «Produits difficiles ou uniques» ne devraient faire l'objet d'une validation complète que s'ils sont fréquemment analysés. S'ils ne sont analysés qu'occasionnellement, la validation peut se limiter à un contrôle des seuils d'inscription au moyen d'extraits de blanc enrichis.

▼M2

Tableau B

Valeur t unicaudale pour un taux d'échantillons faussement négatifs de 5 %

Degrés de liberté	Nombre d'identiques	Valeur t (5 %)
10	11	1,812
11	12	1,796
12	13	1,782
13	14	1,771
14	15	1,761
15	16	1,753
16	17	1,746
17	18	1,74
18	19	1,734
19	20	1,729
20	21	1,725
21	22	1,721
22	23	1,717
23	24	1,714
24	25	1,711
25	26	1,708
26	27	1,706
27	28	1,703
28	29	1,701
29	30	1,699
30	31	1,697
40	41	1,684
60	61	1,671
120	121	1,658
∞	∞	1,645

4.3.3. *Exigences pour les méthodes de dépistage qualitatives (méthodes ne donnant pas de valeurs numériques)*

Plusieurs organismes de normalisation (tels que l'AOAC et l'ISO) s'occupent actuellement de l'élaboration de lignes directrices pour la validation de méthodes d'essai binaires. Très récemment, l'AOAC a rédigé une ligne directrice concernant cette question. Ce document peut être considéré comme celui qui contient les orientations les plus modernes dans le domaine. Par conséquent, les méthodes donnant des résultats binaires (le contrôle visuel de bandelettes réactives, par exemple) devraient être validées conformément à cette ligne directrice.

http://www.aoac.org/imis15_prod/AOAC_Docs/ISPAM/Qual_Chem_Guideline_Final_Approved_031412.pdf

4.4. **Estimation de l'incertitude de mesure, calcul du taux de récupération et enregistrement des résultats** [1]

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

▼M2

4.4.1. *Méthodes de confirmation*

Le résultat de l'analyse doit être enregistré comme suit:

a) corrigé au titre de la récupération, le taux de récupération étant indiqué. La correction de la récupération n'est pas nécessaire lorsque le taux de récupération est compris entre 90 et 110 %;

b) sous la forme «x +/–U», où x est le résultat de l'analyse et U l'incertitude de mesure élargie, calculée à l'aide d'un coefficient de couverture 2 qui donne un niveau de confiance d'environ 95 %.

Pour les denrées alimentaires d'origine animale, il est aussi possible de prendre en compte l'incertitude de mesure en établissant la limite de décision (CCα), conformément à la décision 2002/657/CE de la Commission ([1]) (point 3.1.2.5 de l'annexe I — cas de substances pour lesquelles une limite autorisée est fixée).

Néanmoins, si le résultat de l'analyse est nettement (> 50 %) inférieur à la teneur maximale ou beaucoup plus élevé que la teneur maximale (à savoir plus de cinq fois supérieur à la teneur maximale), et à condition que les procédures appropriées en matière de qualité aient été suivies et que l'analyse vise uniquement à contrôler si les dispositions légales sont respectées, ce résultat peut être mentionné sans correction de la récupération, et la mention du taux de récupération et de l'incertitude de mesure peut être omise dans ce cas.

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

4.4.2. *Méthodes de dépistage*

Le résultat du dépistage est déclaré «conforme» ou «suspecté d'être non conforme».

Est «suspecté d'être non conforme» l'échantillon qui dépasse la valeur seuil et dont la teneur en mycotoxine peut être supérieure à la STC. Tout échantillon suspect est soumis à une analyse de confirmation qui doit permettre d'identifier et de quantifier avec précision la mycotoxine.

Est «conforme» l'échantillon dont la teneur en mycotoxine est inférieure à la STC avec une certitude de 95 % (ce niveau de certitude signifie qu'il y a 5 % de risque que l'échantillon ait été déclaré erronément négatif). Le résultat de l'analyse est enregistré comme étant «inférieur à la concentration cible du dépistage (< STC)» et le niveau de la STC est indiqué.

▼B

4.5. **Normes de qualité applicables aux laboratoires**

Le laboratoire doit respecter les dispositions de l'article 12 du règlement (CE) nº 882/2004 relatif aux contrôles officiels effectués pour s'assurer de la conformité avec la législation sur les aliments pour animaux et les denrées alimentaires et avec les dispositions relatives à la santé animale et au bien-être des animaux ([2]).

([1]) Décision 2002/657/CE de la Commission du 14 août 2002 portant modalités d'application de la directive 96/23/CE du Conseil en ce qui concerne les performances des méthodes d'analyse et l'interprétation des résultats (JO L 221 du 17.8.2002, p. 8).

([2]) Voir aussi les dispositions transitoires prévues à l'article 18 du règlement de la Commission (CE) nº 2076/2005 du 5 décembre 2005 portant dispositions d'application transitoires des règlements (CE) nº 853/2004, (CE) nº 854/2004 et (CE) nº 882/2004 du Parlement européen et du Conseil et modifiant les règlements (CE) nº 853/2004 et (CE) nº 854/2004 (JO L 338 du 22.12.2005, p. 83).