RÈGLEMENT (CE) Nº 627/2006 DE LA COMMISSION

du 21 avril 2006

portant application du règlement (CE) nº 2065/2003 du Parlement européen et du Conseil en ce qui concerne les critères de qualité pour les méthodes analytiques validées pour l'échantillonnage, l'identification et la caractérisation des produits de fumée primaires

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté européenne,

vu le règlement (CE) nº 2065/2003 du Parlement européen et du Conseil du 10 novembre 2003 relatif aux arômes de fumée utilisés ou destinés à être utilisés dans ou sur les denrées alimentaires [1], et notamment son article 17, paragraphe 3,

considérant ce qui suit:

(1) Le règlement (CE) nº 2065/2003 prévoit l'établissement d'une liste des produits primaires autorisés à être utilisés en l'état dans ou sur des denrées alimentaires et pour la production d'arômes de fumée destinés à être utilisés dans ou sur les denrées alimentaires dans la Communauté. La liste doit contenir, entre autres, une description claire et une caractérisation de chaque produit primaire.

(2) Des informations détaillées sur la composition chimique qualitative et quantitative du produit primaire sont nécessaires à la réalisation de l'évaluation scientifique. Les portions qui n'ont pas été identifiées, c'est-à-dire la quantité de substances dont la structure chimique n'est pas connue, doivent être aussi réduites que possible.

(3) Il est dès lors nécessaire de fixer des critères de performance minimaux, dénommés en l'occurrence «critères de qualité», auxquels la méthode d'analyse doit satisfaire afin de garantir que les laboratoires utiliseront des méthodes atteignant le niveau de performance requis.

(4) De manière générale, les aliments fumés sont une source de préoccupations sur le plan sanitaire, en raison surtout de la présence possible d'hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP).

(5) La personne qui a l'intention de mettre sur le marché des produits primaires doit fournir toutes les informations nécessaires à l'évaluation de la sécurité. Ces informations doivent contenir une proposition de méthode validée pour l'échantillonnage, l'identification et la caractérisation du produit primaire.

(6) 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 [2] fixe des prescriptions générales concernant les méthodes d'échantillonnage et d'analyse.

(7) Le comité scientifique de l'alimentation humaine a mentionné quinze HAP potentiellement génotoxiques et cancérogènes pour l'homme dans un avis sur les risques pour la santé humaine découlant de la présence des HAP dans les denrées alimentaires, émis le 4 décembre 2002 [3]. Ils constituent un groupe prioritaire dans le contexte de l'évaluation du risque d'effets nocifs sur la santé liés, à long terme, à l'absorption par voie alimentaire d'hydrocarbures aromatiques polycycliques. Leur présence dans les produits primaires doit par conséquent être analysée.

(8) L'Institut des matériaux et mesures de référence du Centre commun de recherche de la Commission a participé à des études collaboratives portant sur l'analyse de la composition chimique des produits primaires et la quantification de la concentration des quinze HAP précités dans lesdits produits primaires. Les résultats de ces recherches sont partiellement publiés dans le «Report on the Collaborative Trial for Validation of two Methods for the Quantification of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons in Primary Smoke Condensates» [4].

(9) Il est nécessaire, pour décrire la précision de la méthode, de préciser l'écart type de répétabilité tel qu'il est défini dans la norme ISO 5725-1 [5]. Il doit être estimé sur la base des données provenant d'un exercice de validation par un laboratoire unique donnant S_i, conformément aux directives harmonisées concernant la validation des méthodes d'analyse par un laboratoire unique [6] ou d'un essai collaboratif donnant S_r et S_R, conformément au protocole pour la conception, la conduite et l'interprétation des études de performance des méthodes [7].

[1] JO L 309 du 26.11.2003, p. 1.

[2] JO L 191 du 28.5.2004, p. 1.

[3] SCF/CS/CNTM/PAH/29 Final, 4 décembre 2002.

[4] EU-Report LA-NA-21679-EN-C, ISBN 92-894-9629-0.

[5] ISO5725-1: *exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure. Partie 1: principes généraux et définitions* 1994: Genève.

[6] Thompson, M., S.L.R. Ellison, et R. Wood, *Harmonized Guidelines for Single-Laboratory Validation of Methods of Analysis.* Pure and Applied Chemistry, 2002. **74**(5): p. 835-855.

[7] Horwitz, W., *Protocol for the design, conduct and interpretation of method-performance studies.* Pure and Applied Chemistry, 1995. **67**(2): p. 331-343.

(10) La validation complète des méthodes d'analyse de la composition des produits primaires, avec identification d'un maximum de composants, n'est pas réalisable. Le nombre élevé d'analytes implique une quantité de travail incalculable et donc impossible à réaliser. Toutefois, s'il est fait appel à la spectrométrie de masse pour détecter les composants, les spectres de masse obtenus peuvent être comparés avec les données publiées [1] ou avec les bibliothèques de spectres de masse, et une tentative d'identification des composants peut être effectuée.

(11) Sur la base des résultats obtenus dans l'étude de validation interlaboratoire sur les HAP et conformément à la décision 2002/657/CE de la Commission [2], des critères de qualité minimaux ont été proposés pour toute méthode d'analyse applicable pour la détermination des HAP dans tous les produits primaires.

(12) Conformément à la recommandation contenue dans les directives internationales harmonisées de l'ISO, de l'UICPA et de l'AOAC concernant l'utilisation des taux de récupération dans les mesures analytiques, les résultats d'analyse doivent être corrigés au titre de la récupération.

(13) L'Autorité européenne de sécurité des aliments a apporté son concours scientifique et technique à l'élaboration des critères de qualité pour les méthodes validées pour l'identification et la caractérisation des produits de fumée primaires, définis au présent règlement.

(14) Les critères de qualité peuvent être adaptés à l'évolution des connaissances scientifiques et technologiques.

(15) Les mesures prévues au 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

Les critères de qualité pour les méthodes analytiques validées pour l'échantillonnage, l'identification et la caractérisation des produits de fumée primaires, visés à l'annexe II, point 4, du règlement (CE) n° 2065/2003, sont définis à l'annexe du présent règlement.

Article 2

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

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

Fait à Bruxelles, le 21 avril 2006.

Par la Commission
Markos KYPRIANOU
Membre de la Commission

[1] http://www.irmm.jrc.be/html/activities/intense_sweeteners_and_smoke_flavourings/liquid_smoke_components.xls
Faix, O., et al., Holz als Roh- & Werkstoff, 1991. **49**: p. 213-219.
Faix, O., et al., Holz als Roh- & Werkstoff, 1991. **49**: p. 299-304.
Faix, O., D. Meier, et I. Fortmann, Holz als Roh- & Werkstoff, 1990. **48**: p. 281-285.
Faix, O., D. Meier, et I. Fortmann, Holz als Roh- & Werkstoff, 1990. **48**: p. 351-354.

[2] JO L 221 du 17.8.2002, p. 8. Décision modifiée en dernier lieu par la décision 2004/25/CE (JO L 6 du 10.1.2004, p. 38).

ANNEXE

Critères de qualité pour les méthodes analytiques validées pour l'échantillonnage, l'identification et la caractérisation des produits de fumée primaires

1. **Échantillonnage**

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

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

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

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

2. **Identification et caractérisation**

2.1. *Définitions*

Aux fins de la présente annexe, on entend par:

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

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

Identification d'un produit primaire: les résultats d'une analyse descriptive qui identifie les substances présentes dans le produit primaire.

Caractérisation d'un produit primaire: l'identification des principales fractions physico-chimiques ainsi que la quantification et l'identification des constituants chimiques.

LQ: la limite de quantification.

LD: la limite de détection.

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

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

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

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

RSD_r: l'écart type relatif moyen de répétabilité (S_r exprimé en pourcentage de la valeur mesurée).

RSD_R: l'écart type relatif de reproductibilité (S_R exprimé en pourcentage de la valeur mesurée).

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

2.2. *Exigences*

Sans préjudice de l'article 11 du règlement (CE) nº 882/2004, la méthode validée pour l'identification et la caractérisation choisie par le laboratoire satisfait aux critères de qualité mentionnés aux tableaux 1 et 2.

Tableau 1

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

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

Tableau 2

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

Analyte(s) HAP	RSD_i (*)	RSD_r (*)	RSD_R (*)	LD (***)	LQ (***)	Plage de concentration (***)	Récupération (*)
	%	%	%	µg/kg	µg/kg	µg/kg	%
benzo[*a*]pyrène	20	20	40	1,5	5,0	5,0-15	75-110
benzo[*a*]anthracène	20	20	40	3,0	10	10-30	75-110
cyclopenta(*cd*)pyrène (**) dibenzo(*a,e*)pyrène (**) dibenzo(*a,i*)pyrène (**) dibenzo(*a,h*)pyrène (**)	35	35	70	5,0	15	15-45	50-110
chrysène 5-méthylchrysène benzo[*b*]fluoranthène benzo[*j*]fluoranthène benzo[*k*]fluoranthène indeno[123-*cd*]pyrène dibenzo[*a,h*]anthracène benzo(*ghi*)pérylène dibenzo(*a,l*)pyrène	25	25	50	5,0	15	10-30	60-110

(*) Sur l'ensemble de la plage de concentration.
(**) Les valeurs RSD_i, RSD_r et RSD_R sont relativement élevées en raison du peu de stabilité des analytes dans le condensat de fumée primaire.
(***) Valeurs corrigées au titre de la récupération.