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

►**B**

# 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**

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

(JO L 201 du 17.7.1998, p. 93)

Modifiée par:

| | | Journal officiel | | |
|---|---|---|---|---|
| | | nº | page | date |
| ►**M1** | Directive 2002/27/CE de la Commission du 13 mars 2002 | L 75 | 44 | 16.3.2002 |
| ►**M2** | Directive 2003/121/CE de la Commission du 15 décembre 2003 | L 332 | 38 | 19.12.2003 |

▼B

# 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

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

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté européenne,

vu la directive 85/591/CEE du Conseil du 20 décembre 1985 concernant l'introduction de modes de prélèvement d'échantillons et de méthodes d'analyse communautaires pour le contrôle des denrées destinées à l'alimentation humaine ([1]), et notamment son article 1er,

considérant que le règlement (CE) nº 1525/98 de la Commission du 16 juillet 1998 modifiant le règlement (CE) nº 194/97 portant fixation de teneurs maximales pour certains contaminants dans les denrées alimentaires ([2]) fixe des limites maximales pour les aflatoxines dans certaines denrées alimentaires;

considérant que la directive 93/99/CEE du Conseil du 29 octobre 1993 relative à des mesures additionnelles concernant le contrôle officiel des denrées alimentaires ([3]) introduit un système de normes de qualité pour les laboratoires chargés par les États membres du contrôle officiel des denrées alimentaires;

considérant que l'échantillonnage joue un rôle très important dans la fidélité de la détermination de la teneur des aflatoxines, qui se présentent en général de manière très hétérogène dans les lots;

considérant qu'il est nécessaire de fixer les critères généraux auxquels les méthodes d'analyse doivent satisfaire afin que les laboratoires chargés des contrôles utilisent des méthodes d'analyse d'un niveau de performance comparable;

considérant que les dispositions concernant le mode de prélèvement et les méthodes d'analyse sont établies sur la base des connaissances actuelles et qu'elles pourront être adaptées à l'évolution des connaissances scientifiques et techniques;

considérant que les modes de prélèvement utilisés actuellement par les autorités compétentes dans les États membres diffèrent considérablement; que, dans certains États membres, les autorités compétentes ne sont pas en mesure de mettre en application à bref délai toutes les dispositions de la présente directive; qu'il est donc nécessaire de prévoir un délai approprié pour mettre ces dispositions en application;

considérant que les États membres devront modifier progressivement leurs modes de prélèvement afin de respecter, au terme du délai de mise en application, les dispositions prévues dans les annexes de la présente directive; que, à cette fin, il conviendra d'examiner régulièrement avec les États membres la mise en application de ces dispositions;

considérant que les mesures prévues dans la présente directive sont conformes à l'avis du comité permanent des denrées alimentaires,

A ARRÊTÉ LA PRÉSENTE DIRECTIVE:

*Article premier*

Les États membres prennent toutes les mesures utiles pour que les prélèvements des échantillons pour le contrôle officiel des teneurs

([1]) JO L 372 du 31. 12. 1985, p. 50.
([2]) Voir page 43 du présent Journal officiel.
([3]) JO L 290 du 24. 11. 1993, p. 14.

▼B

maximales en aflatoxines de denrées alimentaires soient effectués conformément aux modes décrits à l'annexe I de la présente directive.

*Article 2*

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

*Article 3*

Les États membres mettent en vigueur, le 31 décembre 2000 au plus tard, les dispositions législatives, réglementaires et administratives nécessaires pour se conformer aux dispositions de la présente directive. Ils en informent immédiatement la Commission.

Lorsque les États membres adoptent ces dispositions, celles-ci contiennent une référence à la présente directive ou sont accompagnées d'une telle référence lors de leur publication officielle. Les modalités de cette référence sont arrêtées par les États membres.

*Article 4*

La présente directive entre en vigueur le vingtième jour suivant celui de sa publication au *Journal officiel des Communautés européennes*.

Les États membres sont destinataires de la présente directive.

▼B

*ANNEXE I*

**Modes de prélèvement des échantillons pour le contrôle officiel des teneurs en aflatoxines de certaines denrées alimentaires**

1. **Objet et domaine d'application**

Les échantillons destinés aux contrôles officiels de la teneur en aflatoxines sur et dans les denrées alimentaires sont prélevés conformément aux modalités indiquées ci-après. Les échantillons globaux ainsi obtenus sont considérés comme étant représentatifs des lots. La conformité des lots, en ce qui concerne les teneurs maximales fixées dans le règlement (CE) nº 1525/98, est déterminée en fonction des teneurs trouvées dans les échantillons de laboratoire.

2. **Définitions**

| | |
|---|---|
| *Lot:* | quantité de denrée alimentaire identifiable, livrée en une fois, dont 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. |
| *Sous-lot:* | partie désignée d'un grand lot afin d'appliquer le mode de prélèvement à cette partie désignée. Chaque sous-lot doit être physiquement séparé et identifiable. |
| *Échantillon élémentaire:* | quantité de matière prélevée en un seul point du lot ou du sous-lot. |
| *Échantillon global:* | agrégation de tous les échantillons élémentaires prélevés sur le lot ou sous-lot. |
| *Échantillon de laboratoire:* | échantillon destiné au laboratoire (sous-échantillon). |

3. **Dispositions générales**

3.1. *Personnel*

Le prélèvement doit être effectué par une personne mandatée à cet effet, selon les prescriptions en vigueur dans l'État membre.

3.2. *Produit à échantillonner*

Tout lot à analyser fait l'objet d'un échantillonnage séparé. Conformément aux dispositions spécifiques prévues au point 5 de la présente annexe, les grands lots doivent être subdivisés en sous-lots, qui doivent faire l'objet d'un échantillonnage séparé.

3.3. *Précautions à prendre*

Au cours de l'échantillonnage et de la préparation des échantillons de laboratoire, des précautions doivent être prises afin d'éviter toute altération pouvant modifier la teneur en aflatoxines ou affecter les analyses ou la représentativité de l'échantillon global.

3.4. *Échantillons élémentaires*

Dans la mesure du possible, prélever ceux-ci en divers points du lot ou sous-lot. Signaler toute dérogation à cette règle dans le procès-verbal prévu au point 3.8.

3.5. *Préparation de l'échantillon global et des échantillons de laboratoire (sous-échantillons)*

L'échantillon global est obtenu par le mélange grossier des échantillons élémentaires. Après ce mélange, l'échantillon global doit être divisé en

▼B

sous-échantillons égaux conformément aux dispositions spécifiques prévues au point 5 de la présente annexe.

Le mélange est nécessaire afin de garantir que chaque sous-échantillon contient des portions du lot ou sous-lot entier.

3.6. *Préparation des échantillons identiques*

Des échantillons identiques sont prélevés, à des fins de contrôle, de droit de recours et de référence, sur l'échantillon de laboratoire homogénéisé, à condition que cette procédure soit conforme aux dispositions légales en vigueur dans l'État membre.

3.7. *Conditionnement et envoi des échantillons de laboratoire*

Placer chaque échantillon de laboratoire dans un récipient propre, en matériau inerte, le protégeant convenablement contre tout facteur de contamination et tout dommage pouvant résulter du transport. Prendre également toutes les précautions nécessaires pour éviter toute modification de la composition de l'échantillon de laboratoire pouvant survenir au cours du transport ou du stockage.

3.8. *Fermeture et étiquetage des échantillons*

Chaque échantillon officiel est scellé sur le lieu de prélèvement et identifié selon les prescriptions en vigueur dans l'État membre. Pour chaque prélèvement d'échantillon, établir un procès-verbal d'échantillonnage permettant d'identifier sans ambiguïté le lot échantillonné et donner la date et le lieu d'échantillonnage ainsi que toute information supplémentaire pouvant être utile à l'analyste.

4. **Dispositions explicatives**

4.1. *Différents types de lots*

Les produits peuvent être commercialisés en vrac, dans des conteneurs, dans des emballages individuels (sacs, emballages de détail), etc. Le mode d'échantillonnage peut être appliqué aux différentes formes sous lesquelles les produits sont mis sur le marché.

Sans préjudice des dispositions spécifiques prévues au point 5 de la présente annexe, la formule suivante peut être utilisée comme guide pour l'échantillonnage des lots commercialisés en sacs ou en emballages individuels:

$$\text{Fréquence d'échantillonnage} = \frac{\text{Poids du lot} \times \text{poids de l'échantillon élémentaire}}{\text{Poids de l'échantillon global} \times \text{poids d'un emballage individuel}}$$

— Poids: à exprimer en kg.

Fréquence d'échantillonnage: nombre d'emballages individuels séparant le prélèvement de deux échantillons élémentaires, chaque prélèvement étant réalisé tous les tantièmes emballages individuels.

▼M1

4.2. *Poids de l'échantillon élémentaire*

Le poids de l'échantillon élémentaire est d'environ 300 grammes, à moins qu'il ne soit défini autrement au point 5 de la présente annexe et à l'exclusion des épices, pour lesquelles le poids de l'échantillon élémentaire est d'environ 100 grammes. Dans le cas des lots présentés dans des emballages pour la vente au détail, le poids de l'échantillon élémentaire dépend de celui de l'emballage.

▼B

4.3. *Nombre d'échantillons élémentaires pour les lots < 15 tonnes*

Sauf indication contraire au point 5 de la présente annexe, le nombre d'échantillons élémentaires à prélever dépend du poids du lot, avec un minimum de 10 et un maximum de 100. Les chiffres du tableau suivant peuvent être utilisés pour déterminer le nombre d'échantillons élémentaires à prélever.

▼B

**Tableau 1:** *Nombre d'échantillons élémentaires à prélever dépendant du poids du lot*

| Poids du lot (en tonnes) | Nombre d'échantillons élémentaires |
|---|---|
| ≤ 0,1 | 10 |
| > 0,1 - ≤ 0,2 | 15 |
| > 0,2 - ≤ 0,5 | 20 |
| > 0,5 - ≤ 1,0 | 30 |
| > 1,0 - ≤ 2,0 | 40 |
| > 2,0 - ≤ 5,0 | 60 |
| > 5,0 - ≤ 10,0 | 80 |
| > 10,0 - ≤ 15,0 | 100 |

5. **Dispositions spécifiques**

5.1. *Résumé général du mode d'échantillonnage pour les arachides, les fruits à coque, les fruits séchés* ►M1 *, les épices* ◄ *et les céréales*

**Tableau 2:** *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 | Échantillon global Poids/kg |
|---|---|---|---|---|
| Figues séchées et autres fruits séchés | ≥ 15 | 15-30 tonnes | 100 | 30 |
| | < 15 | — | 10-100 (*) | ≤ 30 |
| Arachides, pistaches, noix du Brésil et autres fruits à coque | ≥ 500 | 100 tonnes | 100 | 30 |
| | > 125 et < 500 | 5 sous-lots | 100 | 30 |
| | ≥ 15 et ≤ 125 | 25 tonnes | 100 | 30 |
| | < 15 | — | 10-100 (*) | ≤ 30 |
| Céréales | ≥ 1 500 | 500 tonnes | 100 | 30 |
| | > 300 et < 1 500 | 3 sous-lots | 100 | 30 |
| | ≥ 50 et ≤ 300 | 100 tonnes | 100 | 30 |
| | < 50 | — | 10-100 (*) | 1-10 |
| ▼M1 Épices | ≥ 15 | 25 tonnes | 100 | 10 |
| | < 15 | — | 10-100 (*) | 1-10 |

▼B

(*) Selon le poids du lot — voir point 4.3 ou 5.3.

5.2. *Arachides, pistaches, noix du Brésil*

*Figues séchées*

*Céréales* (lots ≥ 50 tonnes)

▼M1

*Épices*

▼B

5.2.1. Mode de prélèvement

— À condition que les sous-lots puissent être physiquement séparés, chaque lot doit être subdivisé en sous-lots suivant le tableau 2 figurant au point 5.1. Étant donné que le poids des lots n'est pas

▼B

toujours un multiple exact du poids des sous-lots, le poids des sous-lots peut dépasser le poids indiqué à concurrence de 20 %.

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

— Nombre d'échantillons élémentaires: 100. Dans le cas des lots < 15 tonnes, le nombre d'échantillons élémentaires à prélever dépend du poids du lot, avec un minimum de 10 et un maximum de 100 (voir point 4.3).

▼M2

— Poids de l'échantillon global = 30 kg, grossièrement mélangé, à diviser en trois sous-échantillons égaux de 10 kg avant de broyer (cette division en trois sous-échantillons n'est pas nécessaire en cas d'arachides, de fruits à coque, de fruits séchés et de maïs destinés à être soumis à un traitement de triage ou à d'autres traitements physiques et de disponibilité de l'équipement qui est en mesure d'homogénéiser un échantillon de 30 kg). Les échantillons globaux de moins de 10 kg ne doivent pas être divisés en sous-échantillons. Dans le cas des épices, le poids de l'échantillon global n'excède pas 10 kg et aucune division en sous-lots n'est donc nécessaire.

▼B

— Échantillon de laboratoire: un sous-échantillon de 10 kg (chaque sous-échantillon doit être finement broyé séparément et soigneusement mélangé afin de garantir une homogénéisation complète conformément aux dispositions de l'annexe II).

— Dans les cas où il n'est pas possible d'appliquer le mode de prélèvement décrit ci-dessus sans causer des dégâts économiques considérables (par exemple à cause des formes d'emballage ou des moyens de transport), un mode de prélèvement approprié peut être appliqué, à condition que l'échantillonnage soit aussi représentatif que possible et que le mode appliqué soit décrit et solidement documenté.

▼M2

5.2.2. Acceptation d'un lot ou sous-lot

— Pour les arachides, les fruits à coque, les fruits séchés et le maïs soumis à un traitement de triage ou à d'autres traitements physiques, et les épices:

  — acceptation si l'échantillon global ou la moyenne des sous-échantillons est conforme à la limite maximale, en tenant compte de l'incertitude de la mesure et de la correction pour récupération,

  — rejet si l'échantillon global ou la moyenne des sous-échantillons dépasse sans conteste la limite maximale, en tenant compte de l'incertitude de la mesure et de la correction pour récupération.

— Pour les arachides, fruits à coque, fruits séchés et céréales destinés à la consommation humaine directe et les céréales, à l'exception du maïs, destinées à être soumises à un traitement de triage ou à d'autres méthodes physiques:

  — acceptation si aucun des sous-échantillons ne dépasse la limite maximale, en tenant compte de l'incertitude de la mesure et de la correction pour récupération,

  — rejet si un ou plusieurs sous-échantillons dépassent sans conteste la limite maximale, en tenant compte de l'incertitude de la mesure et de la correction pour récupération,

  — lorsque l'échantillon global pèse moins de 10 kg:

    — acceptation si l'échantillon global est conforme à la limite maximale, en tenant compte de l'incertitude de la mesure et de la correction pour récupération,

    — rejet si l'échantillon global dépasse sans conteste la limite maximale, en tenant compte de l'incertitude de la mesure et de la correction pour récupération.

▼B

5.3. *Fruits à coque autres que des arachides, des pistaches et des noix du Brésil*

*Fruits séchés autres que des figues séchées*

*Céréales* (lots < 50 tonnes)

5.3.1. Mode de prélèvement

Pour ces produits, le mode de prélèvement prévu au point 5.2.1 peut être appliqué. Toutefois, compte tenu de la moindre contamination liée à certains de ces produits et/ou à des formes plus nouvelles d'emballage dans lesquelles ces produits sont commercialisés, un autre mode de

▼B

prélèvement (voir point 4.1) peut être appliqué à condition que l'échantillonnage soit aussi représentatif que possible.

Pour des lots de céréales de < 50 tonnes, un mode de prélèvement dépendant du poids du lot et comportant de 10 à 100 échantillons élémentaires de 100 grammes rassemblés en un échantillon global de 1 à 10 kg peut être utilisé. Les chiffres du tableau suivant peuvent être utilisés pour déterminer le nombre d'échantillons élémentaires à prélever.

**Tableau 3:** *Nombre d'échantillons élémentaires à prélever dépendant du poids du lot de céréales*

| Poids du lot (en tonnes) | Nombre d'échantillons élémentaires |
|---|---|
| ≤ 1 | 10 |
| > 1 - ≤ 3 | 20 |
| > 3 - ≤ 10 | 40 |
| > 10 - ≤ 20 | 60 |
| > 20 - ≤ 50 | 100 |

5.3.2. Acceptation d'un lot ou sous-lot

Voir point 5.2.2.

5.4. *Lait*

5.4.1. Mode de prélèvement

Mode de prélèvement à effectuer conformément à la décision 91/180/CEE de la Commission du 14 février 1991 arrêtant certaines méthodes d'analyse et de test du lait cru et du lait traité thermiquement ([1]).

— Nombre d'échantillons élémentaires: au minimum 5.

— Poids de l'échantillon global: au minimum 0,5 kg ou litre.

▼M2

5.4.2. Acceptation d'un lot ou sous-lot

— Acceptation si l'échantillon global est conforme à la limite maximale, en tenant compte de l'incertitude de la mesure et de la correction pour récupération.

— Rjet si l'échantillon global dépasse sans conteste la limite maximale, en tenant compte de l'incertitude de la mesure et de la correction pour récupération.

▼B

5.5. *Produits dérivés et denrées alimentaires composés de plusieurs ingrédients*

5.5.1. Produits laitiers

5.5.1.1. Mode de prélèvement

Mode de prélèvement à effectuer conformément à la directive 87/524/CEE de la Commission du 6 octobre 1987 portant fixation des méthodes communautaires de prélèvement en vue de l'analyse chimique pour le contrôle des laits de conserve ([2]).

Nombre d'échantillons élémentaires: au minimum 5.

Pour les autres produits laitiers, un mode de prélèvement équivalent est appliqué.

▼M2

5.5.1.2. Acceptation d'un lot ou sous-lot

— Acceptation si l'échantillon global est conforme à la limite maximale, en tenant compte de l'incertitude de la mesure et de la correction pour récupération.

([1]) JO L 93 du 13. 4. 1991, p. 1.
([2]) JO L 306 du 28. 10. 1987, p. 24.

▼M2

— Rejet si l'échantillon global dépasse sans conteste la limite maximale, en tenant compte de l'incertitude de la mesure et de la correction pour récupération.

▼B

5.5.2. Autres produits dérivés présentant des particules très fines, tels que farine, pâte de figues, pâte d'arachides (distribution homogène de la contamination par les aflatoxines)

5.5.2.1. Mode de prélèvement

— Nombre d'échantillons élémentaires: 100. En cas de lots < 50 tonnes, le nombre d'échantillons élémentaires est compris entre 10 et 100. Il dépend du poids du lot (voir tableau 3, au point 5.3.1).

— Le poids de l'échantillon élémentaire est d'environ 100 grammes. Dans le cas des lots en emballages de détail, le poids de l'échantillon élémentaire dépend de la dimension de l'emballage de détail.

— Poids de l'échantillon global = 1 à 10 kg, grossièrement mélangé.

5.5.2.2. Nombre d'échantillons à prélever

— Le nombre d'échantillons globaux à prélever dépend du poids du lot. La division des grands lots en sous-lots doit être faite comme il est indiqué ►M1 dans le tableau 2 du point 5.1 ◄ pour les céréales.

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

▼M2

5.5.2.3. Acceptation d'un lot ou sous-lot

— Acceptation si l'échantillon global est conforme à la limite maximale, en tenant compte de l'incertitude de la mesure et de la correction pour récupération.

— Rejet si l'échantillon global dépasse sans conteste la limite maximale, en tenant compte de l'incertitude de la mesure et de la correction pour récupération.

▼B

5.6. *Autres produits présentant des particules relativement grossières (distribution hétérogène de la contamination par les aflatoxines)*

Mode de prélèvement et acceptation conformément aux dispositions des points 5.2 et 5.3, pour des produits agricoles non transformés.

▼M1

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

L'échantillonnage de denrées alimentaires au stade du commerce de détail doit être effectué, dans la mesure du possible, conformément aux dispositions de prélèvement précitées. En cas d'impossibilité, d'autres modes de prélèvement efficaces au stade du commerce de détail peuvent être utilisés, à condition qu'ils garantissent une représentativité suffisante du lot échantillonné.

▼B

*ANNEXE II*

**Préparation des échantillons et critères généraux auxquels doivent satisfaire les méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en aflatoxines de certaines denrées alimentaires**

1. **Introduction**

1.1. *Précautions*

Il convient d'éviter autant que possible la lumière du jour au cours de l'opération car l'aflatoxine se décompose progressivement sous l'influence de la lumière ultraviolette. L'aflatoxine étant distribuée de façon extrêmement hétérogène, les échantillons doivent être préparés (et surtout homogénéisés) avec le plus grand soin.

La totalité du produit reçu dans le laboratoire doit être utilisée pour la préparation du produit à tester.

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

Les limites fixées pour les aflatoxines par le règlement (CE) nº 1525/98 s'appliquent à la partie comestible.

La teneur en aflatoxines de la partie comestible peut être déterminée ainsi:

— Les fruits à coque entiers des échantillons peuvent être décortiqués et la teneur en aflatoxines est analysée dans la partie comestible.

— Le mode de préparation de l'échantillon peut s'appliquer au fruit à coque entier avec sa coque. Le mode d'échantillonnage et d'analyse doit en pareil cas estimer le poids de l'amande du fruit dans l'échantillon global. Celui-ci est estimé après avoir défini un facteur approprié pour la proportion de coque par rapport à l'amande dans les fruits entiers. Cette proportion sert à déterminer la quantité d'amande dans l'échantillon global utilisé pour la préparation et l'analyse de l'échantillon. Une centaine de fruits à coque entiers sont prélevés à cet effet sur le lot ou sur l'échantillon global. La proportion peut être obtenue en pesant environ 100 fruits entiers, en enlevant leur coque et en pesant les portions de coque et de l'amande. La proportion de coque par rapport à l'amande, une fois déterminée par le laboratoire, peut être prise en compte dans les travaux d'analyse auxquels il sera procédé par la suite. Toutefois, la proportion doit être déterminée par la procédure décrite ci-dessus si l'échantillon n'est pas conforme à la limite maximale.

2. **Traitement de l'échantillon reçu dans le laboratoire**

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

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

Les échantillons d'analyse destinés à des mesures exécutoires, au commerce ou à des fins d'arbitrage sont prélevés sur les échantillons de laboratoire homogénéisés à condition que cette procédure soit conforme aux dispositions légales en vigueur dans l'État membre.

4. **Méthode d'analyse à utiliser par le laboratoire et modalités de contrôle du laboratoire**

4.1. *Définitions*

Un certain nombre des définitions les plus communément utilisées et qui s'appliqueront aux laboratoires sont les suivantes:

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

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

▼B

$s_r$ = 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 $[(S_r/x) \times 100]$, formule dans laquelle x représente la moyenne des résultats pour tous les laboratoires et échantillons.

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

$s_R$ = 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 $[(S_R/x) \times 100]$.

4.2. *Exigences générales*

Les méthodes d'analyse utilisées pour le contrôle des denrées alimentaires doivent satisfaire autant que possible aux dispositions des points 1 et 2 de l'annexe de la directive 85/591/CEE.

4.3. *Exigences spécifiques*

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

| Critère | Fourchette de concentration | Valeur recommandée | Valeur maximale admise |
|---|---|---|---|
| Valeurs à blanc | Toutes concentrations | Négligeable | |
| Récupération — Aflatoxine M1 | ►**M1** 0,01-0,05 µg/kg ◄ | 60 à 120 % | |
| | >0,05 ►**M1** µg/kg ◄ | 70 à 110 % | |
| Récupération — Aflatoxines $B_1$, $B_2$, $G_1$, $G_2$ | < 1,0 ►**M1** µg/kg ◄ | 50 à 120 % | |
| | 1-10 ►**M1** µg/kg ◄ | 70 à 110 % | |
| | >10 ►**M1** µg/kg ◄ | 80 à 110 % | |
| Fidélité $RSD_R$ | Toutes concentrations | Dérivée de l'équation d'Horwitz | 2 × la valeur dérivée de l'équation d'Horwitz |

La fidélité $RSD_r$ peut être calculée comme représentant un coefficient de 0,66 de la fidélité $RSD_R$ à la concentration présentant un intérêt.

*Nota bene:*

— 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 aflatoxines individuelles $B_1+B_2+G_1+G_2$ doivent être enregistrées, le taux de récupération de chacune d'elles au moyen de la méthode d'analyse doit être soit connu soit équivalent.

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

— Les valeurs relatives à la fidélité sont calculées à partir de l'équation d'Horwitz, c'est-à-dire:

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

équation dans laquelle:

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

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

▼B

Il s'agit là d'une équation générale relative à la fidélité qui a été jugée indépendante de l'analyse ou de la matrice mais seulement dépendante de la concentration pour la plupart des méthodes d'analyse de routine.

▼M2

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

Le résultat analytique est enregistré sous forme corrigée ou non au titre de la récupération. La façon d'enregistrer et le taux de récupération doivent être mentionnés. Le résultat analytique corrigé au titre de la récupération est utilisé pour vérifier la conformité (voir annexe I, points 5.2.2, 5.3.2, 5.4.2, 5.5.1.2 et 5.5.2.3).

Le résultat analytique doit être enregistré en utilisant la formule x +/– U dans laquelle x est le résultat analytique et U l'incertitude de mesure élargie et en employant un facteur de couverture de 2 qui donne un niveau de confiance approximatif de 95 %.

▼B

4.5. *Assurances de qualité applicables aux laboratoires*

Les laboratoires doivent se conformer aux dispositions de la directive 93/99/CEE.