Journal officiel
de l'Union européenne

FR
Série L

2023/2783

15.12.2023

RÈGLEMENT D'EXÉCUTION (UE) 2023/2783 DE LA COMMISSION

du 14 décembre 2023

portant fixation des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse pour le contrôle des teneurs en toxines végétales des denrées alimentaires et abrogeant le règlement (UE) 2015/705

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

LA COMMISSION EUROPÉENNE,

vu le traité sur le fonctionnement de l'Union européenne,

vu le règlement (UE) 2017/625 du Parlement européen et du Conseil du 15 mars 2017 concernant les contrôles officiels et les autres activités officielles servant à assurer le respect de la législation alimentaire et de la législation relative aux aliments pour animaux ainsi que des règles relatives à la santé et au bien-être des animaux, à la santé des végétaux et aux produits phytopharmaceutiques, modifiant les règlements du Parlement européen et du Conseil (CE) n° 999/2001, (CE) n° 396/2005, (CE) n° 1069/2009, (CE) n° 1107/2009, (UE) n° 1151/2012, (UE) n° 652/2014, (UE) 2016/429 et (UE) 2016/2031, les règlements du Conseil (CE) n° 1/2005 et (CE) n° 1099/2009 ainsi que les directives du Conseil 98/58/CE, 1999/74/CE, 2007/43/CE, 2008/119/CE et 2008/120/CE, et abrogeant les règlements du Parlement européen et du Conseil (CE) n° 854/2004 et (CE) n° 882/2004, les directives du Conseil 89/608/CEE, 89/662/CEE, 90/425/CEE, 91/496/CEE, 96/23/CE, 96/93/CE et 97/78/CE ainsi que la décision 92/438/CEE du Conseil (règlement sur les contrôles officiels) ([1]), et notamment son article 34, paragraphe 6,

considérant ce qui suit:

(1) Le règlement (UE) 2023/915 de la Commission ([2]) fixe des teneurs maximales pour certaines toxines végétales dans les denrées alimentaires.

(2) L'échantillonnage joue un rôle crucial pour une détermination précise des teneurs en toxines végétales dans un lot déterminé, étant donné que ces toxines peuvent être réparties de manière hétérogène à l'intérieur d'un lot. Il convient donc d'établir des modes de prélèvement d'échantillons aux fins du contrôle officiel des teneurs en toxines végétales des denrées alimentaires.

(3) Le règlement d'exécution (UE) 2023/2782 de la Commission ([3]) détermine les modes de prélèvement d'échantillons à appliquer pour le contrôle officiel des teneurs en mycotoxines des denrées alimentaires. Étant donné que tant les toxines végétales que les mycotoxines sont réparties de manière hétérogène à l'intérieur des lots, il convient d'appliquer ces modes de prélèvement d'échantillons également en ce qui concerne les toxines végétales.

(4) Des contrôles officiels peuvent également être effectués sur des denrées alimentaires pour lesquelles aucune teneur maximale spécifique n'a été fixée en ce qui concerne les toxines végétales et pour lesquelles aucun mode spécifique de prélèvement d'échantillons n'a été établi. Il convient donc de définir des critères permettant de déterminer le mode de prélèvement d'échantillons à appliquer en pareils cas.

(5) Il est également nécessaire de fixer des critères généraux de performance auxquels devraient satisfaire les méthodes d'analyse afin que les laboratoires de contrôle utilisent des méthodes présentant des niveaux de performance comparables. Étant donné que le laboratoire de référence de l'Union européenne pour les mycotoxines et les toxines végétales a déterminé, pour l'analyse des toxines végétales des denrées alimentaires, les critères de performance analytique sur la base des meilleures informations scientifiques disponibles, il convient que ces critères soient prévus au présent règlement.

([1]) JO L 95 du 7.4.2017, p. 1.
([2]) Règlement (UE) 2023/915 de la Commission du 25 avril 2023 concernant les teneurs maximales pour certains contaminants dans les denrées alimentaires et abrogeant le règlement (CE) n° 1881/2006 (JO L 119 du 5.5.2023, p. 103).
([3]) Règlement d'exécution (UE) 2023/2782 de la Commission du 14 décembre 2023 portant fixation des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse pour le contrôle des teneurs en toxines végétales des denrées alimentaires et abrogeant le règlement (CE) n° 401/2006 (JO L, 2023/2782, 15.12.2023, ELI: http://data.europa.eu/eli/reg_impl/2023/2782/oj).

(6) Le règlement (UE) 2015/705 de la Commission ([4]) porte fixation des modes de prélèvement d'échantillons et des critères de performance des méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en acide érucique des denrées alimentaires. Étant donné que les modes de prélèvement d'échantillons et les critères de performance analytique établis dans le présent règlement sont également appropriés pour le contrôle de la toxine végétale «acide érucique» dans les denrées alimentaires, il convient, dans un souci de simplification, d'abroger le règlement (UE) 2015/705.

(7) Il est nécessaire de donner aux laboratoires de contrôle suffisamment de temps pour se conformer aux nouvelles exigences introduites par le présent règlement. Il convient donc de prévoir un délai raisonnable avant l'entrée en application du présent règlement.

(8) Afin d'assurer la continuité dans la réalisation des contrôles officiels et d'autres activités réglementaires concernant les teneurs maximales en toxines végétales et de laisser suffisamment de temps pour la revalidation des méthodes d'analyse, il y a lieu de prévoir que les méthodes d'analyse validées avant la date d'application du présent règlement puissent continuer à être appliquées pendant une période déterminée.

(9) Les mesures prévues par le présent règlement sont conformes à l'avis du comité permanent des végétaux, des animaux, des denrées alimentaires et des aliments pour animaux,

A ADOPTÉ LE PRÉSENT RÈGLEMENT:

Article premier

Aux fins du présent règlement, les définitions énoncées à l'article 1er du règlement d'exécution (UE) 2023/2782 s'appliquent.

Article 2

1. Les prélèvements d'échantillons aux fins de contrôler les teneurs en toxines végétales dans les denrées alimentaires sont effectués conformément aux méthodes établies à l'annexe I.

2. Dans le cas d'une denrée alimentaire ne relevant pas d'une catégorie de denrées alimentaires pour laquelle un mode de prélèvement d'échantillons a été établi à l'annexe I, le mode de prélèvement d'échantillons est déterminé en tenant compte de la taille des particules de la denrée alimentaire ou de sa similitude avec un produit pouvant être classé dans l'une des catégories de denrées alimentaires visées à l'annexe I.

3. Dans le cas d'une denrée alimentaire ne relevant d'aucune catégorie de denrées alimentaires visée à l'annexe I et pour autant qu'il soit prouvé que la toxine végétale est répartie de manière homogène dans cette denrée alimentaire, les échantillons sont prélevés selon le mode de prélèvement d'échantillons établi à la partie B de l'annexe du règlement (CE) no 333/2007 de la Commission ([5]).

Article 3

La préparation des échantillons et les méthodes d'analyse utilisées pour le contrôle des teneurs en toxines végétales des denrées alimentaires satisfont aux critères énoncés à l'annexe II.

Article 4

Le règlement (UE) 2015/705 est abrogé. Les références au règlement abrogé s'entendent comme faites au présent règlement d'exécution.

([4]) Règlement (UE) 2015/705 de la Commission du 30 avril 2015 portant fixation des modes de prélèvement d'échantillons et des critères de performance des méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en acide érucique dans les denrées alimentaires et abrogeant la directive 80/891/CEE de la Commission (JO L 113 du 1.5.2015, p. 29).

([5]) Règlement (CE) no 333/2007 de la Commission du 28 mars 2007 portant fixation des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse pour le contrôle des teneurs en éléments traces et en contaminants issus de procédés de transformation dans les denrées alimentaires (JO L 88 du 29.3.2007, p. 29).

Article 5

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

Il est applicable à partir du 1er avril 2024. Les méthodes d'analyse qui ont été validées avant l'entrée en application du présent règlement peuvent néanmoins continuer à être appliquées jusqu'au 1er juillet 2028 même si elles ne satisfont pas à toutes les exigences spécifiques visées au point 4.2 de l'annexe II du présent règlement.

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

Fait à Bruxelles, le 14 décembre 2023.

Par la Commission
La présidente
Ursula VON DER LEYEN

ANNEXE I

Modes de prélèvement d'échantillons pour le contrôle des teneurs en toxines végétales des denrées alimentaires

PARTIE I

GÉNÉRALITÉS

A.1. **Dispositions générales**

A.1.1. *Personnel*

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

A.1.2. *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 toxines végétales, les grands lots sont subdivisés en sous-lots, à échantillonner séparément.

A.1.3. *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 toxines végétales, le travail d'analyse ou la représentativité de l'échantillon global,

— la sécurité alimentaire des lots à échantillonner.

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

A.1.4. *Échantillons élémentaires*

Dans la mesure du possible, les échantillons élémentaires sont prélevés en divers points du lot ou sous-lot. Toute dérogation à cette règle est signalée dans le procès-verbal prévu au point A.1.8 de la présente annexe.

A.1.5. *Préparation de l'échantillon global*

L'échantillon global est obtenu en regroupant les échantillons élémentaires.

A.1.6. *Échantillons identiques*

Les échantillons identiques destinés à des fins de contrôle, de recours et d'arbitrage sont prélevés sur l'échantillon global homogénéisé, à condition que cette procédure n'aille pas à l'encontre de la législation des États membres concernant le droit des exploitants du secteur alimentaire.

A.1.7. *Conditionnement et envoi des échantillons*

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

A.1.8. *Fermeture et étiquetage des échantillons*

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

Pour chaque prélèvement, un procès-verbal d'échantillonnage doit être 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.2. **Différents types de lots**

Les denrées alimentaires peuvent être commercialisées en vrac, dans des conteneurs ou dans des conditionnements distincts, tels que des sacs ou des unités de vente au détail/unités distinctes de conditionnement. Le mode de prélèvement d'échantillons peut être appliqué aux produits commercialisés en vrac, dans des conteneurs ou dans des conditionnements distincts, tels que des sacs ou des unités de vente au détail/unités distinctes de conditionnement ou toute autre forme de conditionnement.

Sans préjudice des dispositions spécifiques en matière de prélèvement d'échantillons énoncées dans d'autres parties de la présente annexe, la formule suivante peut être utilisée comme guide pour calculer la fréquence de prélèvements pour les lots mis sur le marché dans des conditionnements distincts, tels que des sacs ou des unités de vente au détail/unités distinctes de conditionnement.

$$\text{Fréquence d'échantillonnage } n = \frac{\text{Poids du lot} \times \text{poids de l'échantillon élémentaire}}{\text{Poids de l'échantillon global} \times \text{poids d'une unité distincte de conditionnement}}$$

— Poids: en kg

— Fréquence d'échantillonnage: nombre d'unités distinctes de conditionnement séparant le prélèvement de deux échantillons élémentaires, chaque prélèvement étant réalisé tous les tantièmes sacs (les chiffres décimaux sont arrondis au nombre entier le plus proche).

A.3. **Prélèvement d'échantillons pour les produits présentant un rapport volume/poids élevé**

À l'exception des denrées alimentaires relevant des parties L et M de la partie II de l'annexe I du règlement d'exécution (UE) 2023/2782, lorsque les échantillons de denrées alimentaires prélevés ont un volume élevé par rapport à leur poids [c'est-à-dire que le volume (dm^3)/poids (kg) > 5], les exigences en matière de poids peuvent être remplacées par une exigence de volume équivalent (par exemple 1 kg remplacé par 1 dm^3).

PARTIE II

MODES DE PRÉLÈVEMENT D'ÉCHANTILLONS

Les modes de prélèvement d'échantillons établis à la partie II de l'annexe I du règlement d'exécution (UE) 2023/2782 s'appliquent.

Toutefois, pour le prélèvement d'échantillons pour les pommes de terre et les produits à base de pommes de terre (glycoalcaloïdes) et le miel (alcaloïdes pyrrolizidiniques), la partie B de l'annexe du règlement (CE) n° 333/2007 s'applique.

ANNEXE II

Critères applicables à la préparation des échantillons et aux méthodes d'analyse utilisées pour le contrôle des teneurs en mycotoxines des denrées alimentaires

1. INTRODUCTION Précautions

Les toxines végétales 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.

2. TRAITEMENT DE L'ÉCHANTILLON REÇU AU LABORATOIRE

Chaque échantillon de laboratoire doit être soigneusement mélangé à l'aide d'un procédé, y compris un broyage fin si nécessaire, dont il a été démontré qu'il permet d'obtenir 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 il est démontré qu'elle permet une détermination précise de la teneur en matière sèche.

3. ÉCHANTILLONS IDENTIQUES

Les échantillons identiques destinés à des fins de contrôle, de recours et d'arbitrage sont prélevés sur le produit homogénéisé, sauf si cette procédure est contraire aux dispositions réglementaires d'un États membre relative aux droits des exploitants du secteur alimentaire.

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

4.1. **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 (UE) 2017/625.

Dans la mesure du possible, la justesse de la méthode devrait être vérifiée par l'analyse d'un matériau de référence certifié et/ou par des résultats positifs à des essais d'aptitude effectués régulièrement.

4.2. **Exigences spécifiques**

4.2.1. *Exigences spécifiques pour les méthodes de confirmation*

4.2.1.1. Critères de performance

Pour les méthodes de confirmation, les critères de performance suivants s'appliquent:

Récupération: le taux de récupération moyen devrait se situer entre 70 et 120 %.

Le taux de récupération moyen correspond à la valeur moyenne des échantillons identiques obtenus au cours de la validation lors de la détermination des paramètres de fidélité RSDr et $RSDw_R$. Ce critère s'applique à toutes les concentrations et à toutes les toxines individuelles.

Dans des cas exceptionnels, les taux de récupération moyens en dehors de la fourchette ci-dessus peuvent être acceptables pour autant qu'ils se situent entre 50 et 130 % et que les critères de fidélité RSDr et RSDwR sont remplis.

Fidélité

RSDr doit être ≤ 20 %.

RSDwR doit être ≤ 20 %.

RSDR devrait être ≤ 25 %.

Ces critères s'appliquent à toutes les concentrations.

Si un laboratoire apporte la preuve que le critère RSDwR est respecté, il n'est pas nécessaire de fournir cette preuve pour le critère RSDr, étant donné que le respect du premier garantit le respect du second.

Si la teneur maximale s'applique à une somme de toxines, les critères de fidélité s'appliquent à la fois à la somme des toxines et aux toxines individuelles.

Limite de quantification

Lorsqu'une exigence spécifique relative à la limite de quantification d'une toxine végétale a été fixée dans le tableau 1 ci-dessous, la méthode doit avoir une limite de quantification égale ou inférieure à cette valeur.

Tableau 1

Exigences concernant la LOQ pour certaines toxines végétales

Toxines végétales	Remarques	Denrées alimentaires	Exigence concernant la LOQ (µg/kg) ou (µg/l)
Alcaloïdes pyrrolizidiniques	Exigence concernant la LOQ pour les alcaloïdes pyrrolizidine individuels	Produit séché	≤ 10
		Produit liquide	≤ 0,15
Alcaloïdes tropaniques	Exigence concernant la LOQ respectivement pour l'atropine et pour la scopolamine	Préparations à base de céréales destinées aux nourrissons et aux enfants en bas âge	≤ 1
		Céréales et produits céréaliers	≤ 2
		Infusions (produit séché)	≤ 5
		Infusions (produit liquide)	≤ 0,05
Alcaloïdes opioïdes	Exigence concernant la LOQ respectivement pour la morphine et pour la codéine	Produits de boulangerie	≤ 500

Dans tous les autres cas, les dispositions suivantes s'appliquent:

LOQ: doit être ≤ 0,5 * teneur maximale (TM) et devrait de préférence être inférieure (≤ 0,2 * TM).

Si la teneur maximale s'applique à une somme de toxines, la limite de quantification des toxines individuelles doit être ≤ 0,5 * TM/n, n étant le nombre de toxines incluses dans la définition de la teneur maximale.

Identification

Les critères définis dans le document d'orientation sur l'identification des mycotoxines et des toxines végétales dans les denrées alimentaires et les aliments pour animaux ([1]) sont appliqués aux fins de l'identification.

4.2.1.2. Extension du champ d'application de la méthode

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

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

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

S'il est avéré ou probable que la méthode de confirmations 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 2 de la présente annexe) pour lequel la méthode a déjà fait l'objet d'une validation initiale, la réalisation d'une validation supplémentaire limitée est suffisante.

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

4.2.2.1. Champ d'application

La présente section s'applique 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 (spectrométrie de masse en milieu ambiant, par exemple). Les autres méthodes (telle la chromatographie sur couche mince) ne sont pas exclues pour autant que les signaux émis se rapportent directement aux toxines végétales considérées et permettent l'application du principe décrit ci-dessous.

([1]) Disponible à l'adresse suivante: https://food.ec.europa.eu/system/files/2023-10/cs_contaminants_sampling_guid-doc-ident-mycotoxins.pdf.

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 4.2.3.

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.

4.2.2.2. 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 capacité de détection, la sélectivité et la fidélité sont inhérentes à ces deux paramètres.

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

4.2.2.2.1. Validation initiale par validation monolaboratoire

Toxines végétales

La validation doit être faite pour chaque toxine végétale relevant du champ d'application. Si des méthodes de bioanalyse produisent une réponse combinée pour un groupe donné de toxines végétales (les alcaloïdes pyrrolizidiniques, 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 ne devrait pas augmenter le taux d'échantillons faussement négatifs pour les toxines végétales 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 toxines végétales permettra de limiter cette augmentation indésirable.

Matrices

Une validation initiale est 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 tableau 2).

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 toxine végétale à la STC, analysés dans des conditions de reproductibilité intralaboratoire ($RSDw_R$) pendant une période s'étalant sur cinq jours. 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 toxine végétale.

Concentration

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

4.2.2.2.2. Validation initiale au moyen d'études collaboratives

La validation par des essais collaboratifs est effectuée conformément à la norme ISO 5725:1994 ou au protocole international harmonisé de l'UICPA ou à tout autre protocole internationalement reconnu sur les essais collaboratifs qui requiert l'utilisation des données valides d'au moins huit laboratoires. La seule autre différence par rapport aux validations monolaboratoires réside dans le fait que les ≥ 20 échantillons par produit/teneur peuvent être répartis également entre les laboratoires participants, chaque laboratoire recevant au minimum deux échantillons.

4.2.2.3. Détermination de la valeur seuil et du taux de résultats faussement suspects des échantillons blancs

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

Méthodes de dépistage à réponse proportionnelle à la concentration de la toxine végétale

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

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

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

valeur t: une valeur t unicaudale pour un taux de résultats faussement négatifs de 5 % (voir tableau 3)

SD_{STC} = écart type

Méthodes de dépistage à réponse inversement proportionnelle à la concentration de la toxine végétale

Par analogie, pour les méthodes de dépistage à réponse inversement proportionnelle à la concentration de la toxine végétale, 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 = $(\text{valeur seuil} - \text{moyenne}_{blanc})/SD_{blanc}$

pour les méthodes de dépistage à réponse proportionnelle à la concentration de la toxine végétale

ou

valeur t = $(moyenne_{blanc} - \text{valeur seuil})/SD_{blanc}$

pour les méthodes de dépistage à réponse inversement proportionnelle à la concentration de la toxine végétale

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 (voir tableau 3).

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.

4.2.2.4. Extension du champ d'application de la méthode

4.2.2.4.1. Extension du champ d'application à d'autres toxines végétales

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

4.2.2.4.2. 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 2 de la présente annexe) 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 reproductibilité intralaboratoire. 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.

4.2.2.5. 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.

4.2.2.6. 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.

Au moins une fois par an, la valeur seuil est redéterminée et la validité de la méthode est réévaluée (réévaluation des données disponibles sur l'assurance et le contrôle de la qualité obtenues au cours de l'année écoulée). La méthode de vérification continue vise plusieurs objectifs, notamment:

— 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 à d'autres produits,

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

4.2.2.7. Rapport de validation

Le rapport de validation doit comporter:

— une partie consacrée à la STC,

— une partie consacrée à la valeur seuil déterminée,

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 2

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

Groupes de produits	Catégories de produits	Produits représentatifs de la catégorie
Forte teneur en eau	Boissons Fruits et légumes Purées à base de céréales ou de fruits Herbes culinaires fraîches	Infusions (produit liquide), feuilles de bourrache, pommes de terre, purées destinées aux nourrissons et aux enfants en bas âge
Forte teneur en huile	Fruits à coque Graines oléagineuses et produits dérivés Fruits oléagineux et produits dérivés	Amandes, amandes d'abricot, graines de colza, graines de coton, graines de lin, graines de lupin, graines de pavot, graines de chanvre, etc. Huiles et pâtes
Forte teneur en fécule et/ou protéines et faible teneur en eau et en matières grasses	Graines de céréales et produits dérivés Produits diététiques	Maïs, sarrasin, millet, sorgho, farine de manioc, produits à base de pommes de terre Pain, produits de boulangerie, crackers, céréales pour petit-déjeuner, pâtes alimentaires 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» (**)		Pollen et produits à base de pollen, compléments alimentaires, infusions (produit séché), thé (produit séché) Épices, réglisse
Forte teneur en sucre et faible teneur en eau	Fruits séchés	Figues, raisins, groseilles, sultanines, miel
Lait et produits laitiers	Lait Fromage Produits laitiers (lait en poudre, par exemple)	Lait de vache, de chèvre et de bufflonne Fromage de vache et de chèvre 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 doivent 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.

Tableau 3

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

4.2.3. *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) travaillent actuellement à l'élaboration de lignes directrices pour la validation de méthodes d'essai binaires. L'AOAC a rédigé une ligne directrice sur la validation des méthodes d'essai binaires. Ce document peut être considéré comme reflétant l'état actuel de la technique dans ce domaine. Par conséquent, les méthodes qui donnent des résultats binaires (le contrôle visuel de bandelettes réactives, par exemple) devraient être validées conformément aux lignes directrices internationales de l'AOAC pour la validation des méthodes chimiques qualitatives (méthodes d'essai binaires) ([2]).

Il est toutefois possible de recourir à d'autres lignes directrices reconnues pour la validation, comme l'approche prévue dans ISO/TS 23758:2021 | IDF/RM 251 Lignes directrices pour la validation des méthodes qualitatives de dépistage des résidus de médicaments vétérinaires dans le lait et les produits laitiers

4.3. **Estimation de l'incertitude de mesure, calcul du taux de récupération et enregistrement des résultats** ([3])

4.3.1. *Méthodes de confirmation*

([2]) Disponible à l'adresse suivante: https://academic.oup.com/jaoac/article-pdf/97/5/1492/32425003/jaoac1492.pdf.

([3]) 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».
https://food.ec.europa.eu/system/files/2016-10/cs_contaminants_sampling_analysis-report_2004_en.pdf.

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

a) corrigé au titre de la récupération s'il y a lieu, et lorsqu'il y a correction, celle-ci doit être signalée. Le taux de récupération doit être indiqué, sauf si la correction intrinsèque au titre des biais fait partie de la procédure. La correction au titre 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 %.

Une incertitude de mesure élargie par défaut de 50 % peut être déclarée, pour autant que le laboratoire satisfait à toutes les exigences de fidélité spécifiées au point 4.2. Un laboratoire individuel peut démontrer cela en satisfaisant aux critères de répétabilité (RSD_r) et de reproductibilité intralaboratoire (RSD_{wR}) et en participant en outre avec succès aux programmes d'essai d'aptitude (à moins qu'aucun programme d'essai d'aptitude approprié ne soit disponible); l'obtention d'une note z moyenne de $|z| \leq 2$ permet de démontrer que le critère de reproductibilité (RSD_R) est rempli (sur la base d'un écart type cible de 25 %).

Si la teneur maximale a été fixée pour la somme des toxines, les résultats d'analyse pour chacune des toxines doivent être communiqués.

La correction au titre de la récupération, si elle est applicable, est effectuée pour chacune des toxines individuelles avant le calcul de la somme des concentrations.

Aux fins de la vérification de la conformité avec la somme des limites maximales, il convient d'appliquer une méthode fondée sur la limite inférieure, ce qui signifie que les résultats pour les toxines individuelles qui sont inférieurs à la LOQ sont remplacés par zéro pour calculer la somme.

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 recours ou d'arbitrage, les réglementations nationales s'appliquent. En particulier:

lorsque le résultat de l'analyse de l'échantillon utilisé pour le contrôle officiel indique une non-conformité au-delà de tout doute raisonnable, compte tenu de l'incertitude de mesure élargie, et

que le résultat de l'analyse de l'échantillon utilisé à des fins de recours indique une non-conformité n'échappant toutefois pas à un doute raisonnable avec une incertitude de mesure élargie plus grande que celle établie pour le contrôle officiel,

le résultat de l'analyse de l'échantillon utilisé à des fins de recours ne peut pas prévaloir sur la non-conformité établie pour l'échantillon utilisé pour le contrôle officiel.

4.3.2. *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 toxine végétale 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 toxine végétale.

Est «conforme» l'échantillon dont la teneur en toxine végétale est inférieure à la STC avec un niveau de confiance de 95 % (c'est-à-dire qu'il y a 5 % de risque que l'échantillon ait été déclaré erronément négatif). Le résultat de l'analyse est enregistré comme étant «< STC» et la STC doit être indiquée.

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

Les laboratoires doivent satisfaire aux dispositions de l'article 37, paragraphes 4 et 5, du règlement (UE) 2017/625.