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

►**B**

DIRECTIVE 2001/22/CE DE LA COMMISSION

du 8 mars 2001

portant fixWation de modes de prélèvement d'échantillons et de méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en plomb, cadmium, mercure et 3-MCPD dans les denrées alimentaires

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

(JO L 77 du 16.3.2001, p. 14)

Modifiée par:

		Journal officiel		
		nº	page	date
►**M1**	Décision 2001/873/CE de la Commission du 4 décembre 2001	L 325	34	8.12.2001

▼B

DIRECTIVE 2001/22/CE DE LA COMMISSION

du 8 mars 2001

portant fixWation de modes de prélèvement d'échantillons et de méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en plomb, cadmium, mercure et 3-MCPD 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 ce qui suit:

(1) Le règlement (CEE) nº 315/93 du Conseil du 8 février 1993 portant établissement des procédures communautaires relatives aux contaminants dans les denrées alimentaires ([2]) prévoit que des teneurs maximales doivent être fixées en ce qui concerne certains contaminants dans les denrées alimentaires pour protéger la santé publique.

(2) 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 ([3]) fixe des teneurs maximales, entre autres, par le plomb, le cadmium, le mercure et le 3-monochloropropane-1,2-diol (3-MCPD) dans les denrées alimentaires et fait référence aux dispositions portant fixation des méthodes d'échantillonnage et d'analyse à appliquer.

(3) La directive 89/397/CEE du Conseil du 14 juin 1989 relative au contrôle officiel des denrées alimentaires ([4]) établit les principes généraux d'exécution du contrôle des denrées alimentaires. La directive 93/99/CEE du Conseil du 29 octobre 1993 relative à des mesures additionnelles concernant le contrôle officiel des denrées alimentaires ([5]) introduit un système de normes de qualité pour les laboratoires chargés par les États membres du contrôle officiel des denrées alimentaires.

(4) Le prélèvement d'échantillons joue un rôle crucial dans l'obtention de résultats représentatifs pour la détermination des teneurs en contaminants qui peuvent se présenter d'une manière hétérogène dans les lots.

(5) La directive 85/591/CEE a fixé des critères généraux pour les méthodes d'échantillonnage et d'analyse mais, dans certains cas, des critères plus spécifiques s'imposent pour assurer que les laboratoires chargés du contrôle utilisent des méthodes d'analyse présentant des niveaux de performance comparables.

(6) Les dispositions concernant le prélèvement des échantillons et les méthodes d'analyse ont été établies sur la base des connaissances actuelles et pourront être adaptées à l'évolution des connaissances scientifiques et techniques.

(7) Les mesures prévues par la présente directive sont conformes à l'avis du comité permanent des denrées alimentaires,

---

([1]) JO L 372 du 31.12.1985, p. 50.
([2]) JO L 37 du 13.2.1993, p. 1.
([3]) Voir page 1 du présent Journal officiel.
([4]) JO L 186 du 30.6.1989, p. 23.
([5]) JO L 290 du 24.11.1993, p. 14.

▼**B**

A ARRÊTÉ LA PRÉSENTE DIRECTIVE:

Article premier

Les États membres prennent toutes les mesures utiles pour que les prélèvements des échantillons en vue du contrôle officiel des teneurs en plomb, cadmium, mercure et 3-MCPD des denrées alimentaires soient effectués conformément aux méthodes décrites à l'annexe I de la présente directive.

Article 2

Les États membres prennent toutes les mesures utiles pour que la préparation des échantillons et les méthodes d'analyse utilisées en vue du contrôle officiel des teneurs en plomb, cadmium, mercure et 3-MCPD des denrées alimentaires satisfassent aux critères décrits à l'annexe II de la présente directive.

Article 3

Les États membres mettent en vigueur les dispositions législatives, réglementaires et administratives nécessaires pour se conformer à la présente directive au plus tard le ►**M1** 5 avril 2002 ◄. 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

MÉTHODES DE PRÉLÈVEMENT D'ÉCHANTILLONS POUR LE CONTRÔLE OFFICIEL DES TENEURS EN PLOMB, CADMIUM, MERCURE ET 3-MCPD DANS CERTAINES DENRÉES ALIMENTAIRES

1. OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Les échantillons destinés au contrôle officiel des teneurs en plomb, cadmium, mercure et 3-MCPD dans des denrées alimentaires sont à prélever conformément aux méthodes décrites ci-dessous. Les échantillons globaux ainsi obtenus sont considérés comme représentatifs des lots ou sous-lots sur lesquels ils sont prélevés. Le respect des teneurs maximales fixées dans le règlement (CE) nº 466/2001 est établi en se fondant sur les teneurs déterminées dans les échantillons de laboratoire.

2. DÉFINITIONS

Lot:	quantité identifiable d'une denrée alimentaire, livrée en une fois, pour laquelle il est établi par l'agent responsable qu'elle présente des caractéristiques communes, telles que l'origine, la variété, le type d'emballage, l'emballeur, l'expéditeur ou le marquage. Dans le cas du poisson, la taille de l'animal doit également être comparable.
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 le sous-lot.
Échantillon de laboratoire:	échantillon destiné au laboratoire.

3. DISPOSITIONS GÉNÉRALES

3.1. **Personnel**

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

3.2. **Produit à échantillonner**

Tout lot à analyser fait 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 plomb, cadmium, mercure et 3-MCPD ou affecter les analyses ou la représentativité des échantillons globaux.

3.4. **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 à signaler dans le procès-verbal prévu au point 3.8.

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

L'échantillon global est obtenu en assemblant tous les échantillons élémentaires. Il doit peser au moins 1 kg, à moins que ce ne soit pas possible, par exemple lorsqu'un seul emballage a été prélevé.

3.6. **Subdivision de l'échantillon global en échantillons de laboratoire à des fins de contrôle, de recours et d'arbitrage**

Les échantillons de laboratoire destinés à des fins de contrôle, de recours et d'arbitrage sont prélevés sur l'échantillon global homogénéisé à moins que

▼B

cela ne soit contraire aux règles en vigueur dans l'État membre en matière d'échantillonnage. La taille des échantillons de laboratoire destinés aux mesures de contrôle doit être suffisante pour permettre au moins une double analyse.

3.7. **Conditionnement et envoi des échantillons globaux et de laboratoire**

Chaque échantillon global ou de laboratoire est placé dans un récipient propre, en matériau inerte, le protégeant convenablement contre tout facteur de contamination, toute perte de substance à analyser par adsorption sur la paroi interne du récipient et tout dommage pouvant résulter du transport. Toutes les précautions nécessaires doivent être prises pour éviter que la composition des échantillons globaux et de laboratoire ne se modifie au cours du transport ou du stockage.

3.8. **Fermeture et étiquetage des échantillons globaux et de laboratoire**

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, il est établi un procès-verbal d'échantillonnage 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.

4. PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE

Idéalement, le prélèvement devrait avoir lieu au moment où le produit entre dans la chaîne alimentaire et où un lot distinct devient identifiable. La méthode de prélèvement appliquée doit assurer que l'échantillon global est représentatif du lot à contrôler.

4.1. **Nombre d'échantillons élémentaires**

Dans le cas de produits liquides pour lesquels ont peut supposer une distribution homogène du contaminant en question à l'intérieur d'un lot donné, il est suffisant de prélever un échantillon élémentaire par lot, qui constitue l'échantillon global. On indiquera le numéro du lot. Les produits liquides contenant des protéines végétales hydrolysées (PVH) ou de la sauce de soja liquide doivent être bien agités, ou homogénéisés par tout autre moyen approprié, avant le prélèvement de l'échantillon élémentaire.

Pour les autres produits, le nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever du lot est indiqué dans le tableau 1. Les échantillons élémentaires doivent avoir un poids semblable. Toute dérogation à cette règle est à signaler dans le procès-verbal prévu au point 3.8.

Tableau 1: Nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever sur le lot

Poids du lot (en kg)	Nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever
< 50	3
50 à 500	5
> 500	10

Si le lot se présente en emballages distincts, le nombre d'emballages à prélever pour former l'échantillon global est indiqué dans le tableau 2.

Tableau 2: nombre d'emballages (échantillons élémentaires) à prélever pour former l'échantillon global si le lot se compose d'emballages distincts

Nombre d'emballages ou d'unités compris dans le lot	Nombre minimal d'emballages ou d'unités à prélever
1 à 25	1 emballage ou unité
26 à 100	5 % environ, au moins 2 emballages ou unités
> 100	5 % environ, un maximum de 10 emballages ou unités

▼B

5. CONFORMITÉ DU LOT OU SOUS-LOT AUX SPÉCIFICATIONS

À des fins de contrôle, le laboratoire procède au moins à deux analyses indépendantes de l'échantillon de laboratoire et calcule la moyenne des résultats. Si cette moyenne correspond à la teneur maximale fixée dans le règlement (CE) nº 466/2001, le lot est accepté. Il est rejeté si cette moyenne dépasse la teneur maximale fixée dans ledit règlement.

▼B

ANNEXE II

PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS ET CRITÈRES APPLICABLES AUX MÉTHODES D'ANALYSE UTILISÉES POUR LE CONTRÔLE OFFICIEL DES TENEURS EN PLOMB, CADMIUM, MERCURE ET 3-MCPD DANS CERTAINES DENRÉES ALIMENTAIRES

1. INTRODUCTION

Il s'agit essentiellement d'obtenir un échantillon de laboratoire représentatif et homogène sans y introduire de contamination secondaire.

2. PROCÉDURES SPÉCIFIQUES DE PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS POUR LE PLOMB, LE CADMIUM ET LE MERCURE

De nombreuses procédures spécifiques de préparation des échantillons peuvent être utilisées de manière satisfaisante pour les produits considérés. Celles que décrit le projet de norme du CEN «Produits alimentaires — Dosage des éléments trace — Critères de performance et généralités» ont été jugées suffisantes ([a]), mais d'autres peuvent être également valables.

Il convient de noter les points suivants pour toute procédure utilisée:

— mollusques bivalves, crustacés et petits poissons: s'ils sont normalement consommés en entier, les viscères doivent faire partie des matières à analyser,

— légumes: seule la fraction comestible est à tester, compte tenu des exigences du règlement (CE) nº 466/2001.

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

3.1. **Définitions**

Les définitions les plus communément utilisées à appliquer dans les laboratoires sont notamment les suivantes:

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 $[(s_r / \bar{x}) \times 100]$, où $\bar{x}$ 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 %); $R = 2{,}8 \times s_R$.
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 $[(s_R / \bar{x}) \times 100]$.
$HORRAT_r$ =	le RSD_r observé divisé par la valeur du RSDr estimée à partir de l'équation de Horwitz en présumant que $r = 0{,}66R$.
$HORRAT_R$ =	la valeur observée du RSD_R divisée par la valeur du RSD_R calculée à partir de l'équation de Horwitz ([b]).

▼B

3.2. **Exigences générales**

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

Pour l'analyse de la présence de plomb dans le vin, le règlement (CEE) nº 2676/90 de la Commission [1] déterminant les méthodes d'analyse communautaires applicables dans le secteur du vin fixe la méthode à utiliser au chapitre 35 de son annexe.

3.3. **Exigences spécifiques**

3.3.1. *Analyses du plomb, du cadmium et du mercure*

Il n'est pas prescrit de méthodes spécifiques de détermination de la teneur en plomb, en cadmium et en mercure. Les laboratoires doivent utiliser une méthode validée, répondant aux critères de performance qui figurent dans le tableau 3. Dans la mesure du possible, la validation inclura, dans les matériaux de test des essais collectifs, un matériau de référence certifié.

Tableau 3: Critères de performance des méthodes d'analyse relatives au plomb, au cadmium et au mercure

Paramètre	Valeur/commentaire
Applicabilité	Denrées alimentaires figurant dans le règlement (CE) nº 466/2001
Limite de détection	Pas plus du dixième de la valeur indiquée dans la spécification du règlement (CE) nº 466/2001, sauf si la valeur précisée pour le plomb est inférieure à 0,1 mg/kg. Dans ce dernier cas, pas plus du cinquième de la valeur précisée
Limite de quantification	Pas plus du cinquième de la valeur précisée dans le règlement (CE) nº 466/2001, sauf si la valeur précisée pour le plomb est inférieure à 0,1 mg/kg. Dans ce dernier cas, pas plus des deux cinquièmes de la valeur précisée
Précision	Valeurs $HORRAT_r$ ou $HORRAT_R$ inférieures à 1,5 lors de l'essai collectif de validation
Récupération	80 %-120 % (comme indiqué dans l'essai collectif)
Spécificité	Pas d'interférences dues à la matrice ou spectrales

3.3.2. *Analyse du 3-MCPD*

Il n'est pas prescrit de méthodes spécifiques de détermination de la teneur en 3-MCPD. Les laboratoires sont tenus d'utiliser une méthode validée répondant aux critères de performance indiquée dans le tableau 4. Dans la mesure du possible, la validation inclura, dans les matériaux de test des essais collectifs, un matériau de référence certifié. Une méthode spécifique a été validée par essai collectif et il s'est avéré qu'elle satisfait aux critères indiqués dans le tableau 4 (c).

Tableau 4: Critères de performance des méthodes d'analyse relatives au 3-MCPD

Critère	Valeur recommandée	Concentration
Échantillons témoins	Inférieure à la limite de détection	—
Récupération	75-110 %	Toutes
Limite de quantification	10 (ou moins) µg/kg sur la base de la matière sèche	—
Écart type du signal des échantillons témoins	< 4 µg/kg	—

[1] JO L 272 du 3.10.1990, p. 1.

▼B

Critère	Valeur recommandée	Concentration
Estimations de précision interne — écart type des mesures répétées à différentes concentrations	< 4 µg/kg < 6 µg/kg < 7 µg/kg < 8 µg/kg < 15 µg/kg	20 µg/kg 30 µg/kg 40 µg/kg 50 µg/kg 100 µg/kg

3.4. **Estimation de l'exactitude de l'analyse et calcul du taux de récupération**

Dans la mesure du possible, l'exactitude de l'analyse est estimée en incluant, dans la série d'analyses, des matériaux de référence certifiés et adaptés.

Il est dûment tenu compte des «Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement» ([d]) élaborées sous l'égide de l'IUPAC/ISO/AOAC.

Le résultat de l'analyse est enregistré sous forme corrigée ou non. La façon d'enregistrer et le taux de récupération doivent être consignés.

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

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

3.6. **Expression des résultats**

Les résultats doivent être exprimés dans les mêmes unités que les teneurs maximales figurant dans le règlement (CE) nº 466/2001.

RÉFÉRENCES

([a]) Projet de norme prEN 13804, «Produits alimentaires — Dosage des éléments trace — Critères de performance et généralités», CEN, Rue de Stassart 36, B-1050 Bruxelles.

([b]) W Horwitz, «Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs», Anal. Chem., 1982, nº 54, 67A-76A.

([c]) Method of Analysis to determine 3-Monochloropropane-1,2-Diol in Food and Food Ingredients using Mass Spectrometric Detection, submitted to CEN TC 275 and AOAC International (également disponible comme «Report of the Scientific Cooperation task 3.2.6: Provision of validated methods to support the Scientific Committee on Food's recommendations regarding 3-MCPD in hydrolysed protein and other foods»).

([d]) ISO/AOAC/IUPAC Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement. *Edited* Michael Thompson, Steven L R Ellison, Ales Fajgelj, Paul Willetts and Roger Wood, Pure Appl. Chem., 1999, nº 71, 337-348.