

DIRECTIVE 2004/16/CE DE LA COMMISSION**du 12 février 2004****portant fixation des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en étain des aliments en conserves****(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⁾, modifiée par le règlement (CE) n° 1882/2003 du Parlement européen et du Conseil ⁽²⁾, et notamment son article 1^{er},

considérant ce qui suit:

- (1) Le règlement (CE) n° 466/2001 de la Commission du 8 mars 2001 portant fixation de teneurs maximales pour certains contaminants dans les denrées alimentaires ⁽³⁾, modifié en dernier lieu par le règlement (CE) n° 242/2004 ⁽⁴⁾, fixe les teneurs maximales pour l'étain inorganique dans les aliments en conserves et renvoie aux mesures définissant les méthodes d'échantillonnage et d'analyse à appliquer.
- (2) La directive 93/99/CEE du Conseil du 29 octobre 1993 relative à des mesures additionnelles concernant le contrôle officiel des denrées alimentaires ⁽⁵⁾, modifié par le règlement (CE) n° 1882/2003, introduit un système de normes de qualité pour les laboratoires chargés par les États membres du contrôle officiel des denrées alimentaires.
- (3) Il semble nécessaire de fixer des critères généraux auxquels les méthodes d'analyse doivent satisfaire, afin de s'assurer que les laboratoires chargés des contrôles utilisent des méthodes d'analyse d'un niveau de performance comparable. Il est en outre capital que les résultats d'analyse soient consignés et interprétés de manière uniforme pour garantir une approche harmonisée au stade des mesures exécutoires dans l'ensemble de l'Union européenne. Les règles d'interprétation définies ici sont applicables aux résultats d'analyse des échantillons destinés au contrôle officiel. En cas d'analyse à des fins de recours ou d'arbitrage, les règles nationales sont applicables.

- (4) Les dispositions concernant le mode de prélèvement des échantillons et les méthodes d'analyse sont établies sur la base des connaissances actuelles et pourront être adaptées pour prendre en compte l'évolution des connaissances scientifiques et techniques. Les méthodes d'analyse de l'étain total conviennent aux analyses pratiquées sur l'étain inorganique. La présence éventuelle de formes organiques d'étain est considérée comme négligeable par rapport aux teneurs maximales fixées pour l'étain inorganique.
- (5) Les mesures prévues par la présente directive sont conformes à l'avis du comité permanent de la chaîne alimentaire et de la santé animale,

A ARRÊTÉ LA PRÉSENTE DIRECTIVE:

Article premier

Les États membres prennent toutes les mesures utiles pour que les prélèvements des échantillons destinés au contrôle officiel des teneurs maximales en étain des 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 étain dans les 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 31 décembre 2004. Ils communiquent immédiatement à la Commission le texte de ces dispositions ainsi qu'un tableau de correspondance entre ces dispositions et la présente directive.

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.

⁽¹⁾ JO L 372 du 31.12.1985, p. 50.⁽²⁾ JO L 284 du 31.10.2003, p. 1.⁽³⁾ JO L 77 du 16.3.2001, p. 1.⁽⁴⁾ Voir page 3 du présent Journal officiel.⁽⁵⁾ JO L 290 du 24.11.1993, p. 14.

Article 4

La présente directive entre en vigueur le vingtième jour suivant celui de sa publication au *Journal officiel de l'Union européenne*.

Les États membres sont destinataires de la présente directive.

Fait à Bruxelles, le 12 février 2004.

Par la Commission
David BYRNE
Membre de la Commission

ANNEXE I

MODES DE PRÉLÈVEMENT DES ÉCHANTILLONS POUR LE CONTRÔLE OFFICIEL DES TENEURS EN ÉTAÏN DES ALIMENTS EN CONSERVES**1. Objet et champ d'application**

Les échantillons destinés aux contrôles officiels des teneurs en étain des aliments en conserves sont prélevés conformément aux modalités indiquées ci-après. Les échantillons globaux ainsi obtenus sont considérés comme étant représentatifs des lots. Le respect des teneurs maximales fixées dans le règlement (CE) n° 466/2001 de la Commission est établi sur la base des teneurs décelées dans les échantillons de laboratoire.

2. Définitions

Lot:	une quantité identifiable d'une denrée alimentaire, livrée en une fois, pour laquelle il est établi par l'agent responsable qu'elle présente des caractéristiques communes, telles que l'origine, la variété, le type d'emballage, l'emballer, 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 le sous-lot.
Échantillon de laboratoire:	échantillon destiné au laboratoire.

3. Généralités**3.1. Personnel**

Le prélèvement est 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.

3.3. Précautions à prendre

Au cours de l'échantillonnage et de la préparation des échantillons, des précautions doivent être prises afin d'éviter toute altération pouvant modifier la teneur en étain 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. Tout écart par rapport à cette règle doit être signalé dans le procès-verbal.

3.5. Préparation de l'échantillon global

L'échantillon global est obtenu en assemblant tous les échantillons élémentaires. Il est homogénéisé dans le laboratoire.

3.6. Échantillons identiques de laboratoire

Les échantillons identiques de laboratoire destinés à des fins de contrôle, de recours et d'arbitrage sont prélevés sur l'échantillon global homogénéisé à moins que cela ne soit contraire aux règles en matière d'échantillonnage en vigueur dans l'État membre.

3.7. Conditionnement et envoi des échantillons

Chaque échantillon est placé dans un récipient propre, en matériau inerte, offrant une protection adéquate contre les risques de contamination et les dommages pouvant résulter du transport. Toutes les précautions nécessaires sont prises pour éviter toute modification de la composition de l'échantillon 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, un procès-verbal d'échantillonnage doit être établi, permettant d'identifier sans ambiguïté le lot échantillonné et reprenant la date et le lieu d'échantillonnage, ainsi que toute information supplémentaire pouvant être utile à l'analyste.

4. Plans d'échantillonnage

La méthode de prélèvement appliquée doit garantir que l'échantillon global est représentatif du lot à contrôler.

4.1. Nombre d'échantillons élémentaires

Le nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever des boîtes d'un lot est indiqué dans le tableau 1. Les échantillons élémentaires prélevés de chaque boîte auront un poids similaire et constitueront un échantillon global (voir point 3.5).

Tableau 1

Nombre de boîtes (échantillons élémentaires) à échantillonner pour constituer l'échantillon global

Nombre de boîtes du lot ou sous-lot	Nombre de boîtes à échantillonner
1 à 25	1 boîte au minimum
26 à 100	2 boîtes au minimum
> 100	5 boîtes

Remarque: les teneurs maximales s'appliquent au contenu de chaque boîte. Il est toutefois nécessaire de recourir à un échantillon global pour faciliter la faisabilité des tests. Si le résultat du test auquel est soumis l'échantillon global n'est que légèrement inférieur à la teneur maximale autorisée et si l'on peut supposer que certaines boîtes sont susceptibles de dépasser cette teneur maximale, des analyses plus approfondies peuvent s'avérer nécessaires.

4.2. 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.

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.

Le lot est accepté si la moyenne ne dépasse pas la teneur maximale respective [définie dans le règlement (CE) n° 466/2001], compte tenu de l'incertitude de mesure et de la correction pour récupération.

Le lot est considéré comme non conforme à la teneur maximale [définie dans le règlement (CE) n° 466/2001] si la moyenne dépasse sans conteste la limite maximale, en tenant compte de l'incertitude de la mesure et de la correction pour récupération.

ANNEXE II

PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS ET CRITÈRES APPLICABLES AUX MÉTHODES D'ANALYSE POUR LE CONTRÔLE OFFICIEL DES TENEURS EN ÉTAÏN DANS LES ALIMENTS EN CONSERVES**1. Précautions et généralités concernant l'étain**

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

L'analyste doit veiller à ce que les échantillons ne soient pas contaminés pendant la préparation de l'échantillon. Dans la mesure du possible, les appareils entrant en contact avec l'échantillon doivent être fabriqués en matériaux inertes, par exemple des matières plastiques telles que le polypropylène, le PTFE, etc. Ces appareils doivent être nettoyés à l'acide pour réduire au minimum le risque de contamination. De l'acier inoxydable de haute qualité peut être utilisé pour les tranchants.

La totalité de l'échantillon reçu par le laboratoire doit être utilisée pour la préparation du produit 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. Celles que décrit le projet de norme du CEN «Dosage des éléments trace — Critères de performance et généralités» ont été jugées suffisantes (référence 1), mais d'autres peuvent être également valables.

2. Traitement de l'échantillon reçu par le laboratoire

L'échantillon global complet est broyé finement, le cas échéant, et soigneusement mélangé selon une méthode garantissant une homogénéisation complète.

3. Subdivision des échantillons pour des mesures exécutoires et des actions de recours

Les échantillons identiques destinés à des fins de contrôle, de recours et 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 à appliquer par le laboratoire sont 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 %); d'où $R = 2,8 \times s_R$.

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 RSD_r estimée à partir de l'équation de Horwitz en présupposant 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 (référence 2).

U = l'incertitude élargie, utilisant un facteur d'élargissement de 2, qui donne un niveau de confiance d'environ 95 %.

4.2. *Exigences de portée générale*

Les méthodes d'analyse utilisées pour le contrôle des denrées alimentaires doivent satisfaire aux dispositions des points 1 et 2 de l'annexe de 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.

4.3. *Exigences spécifiques*

Dans le cas où aucune méthode spécifique n'est prescrite au niveau communautaire pour la détermination des teneurs en étain dans les aliments en conserves, les laboratoires sont libres d'appliquer la méthode validée de leur choix pour autant qu'elle remplisse les critères de performance indiqués dans le tableau 2. L'idéal serait que la validation inclue un matériau de référence certifié.

Tableau 2

Critères de performance des méthodes d'analyse relatives à l'étain

Paramètre	Valeur/commentaire
Applicabilité	Denrées alimentaires figurant dans le règlement (CE) n° 242/2004
Limite de détection	Pas plus de 5 mg/kg
Limite de quantification	Pas plus de 10 mg/kg
Précision	Valeurs HORRAT _r ou HORRAT _R inférieures à 1,5 lors de l'essai collectif de validation
Récupération	80-105 % (comme indiqué dans l'essai collectif)
Spécificité	Pas d'interférences dues à la matrice ou spectrales

4.3.1. Critères de performance — Approche de la fonction d'incertitude

Cependant, une approche fondée sur l'incertitude peut également être utilisée pour évaluer l'adéquation de la méthode d'analyse à appliquer par le laboratoire. Le laboratoire doit appliquer une méthode qui produira des résultats comportant une incertitude standard. L'incertitude standard maximale peut être calculée par la formule suivante:

$$U_f = \sqrt{(LOD/2)^2 + (0,1C)^2}$$

dans laquelle:

U_f est l'incertitude standard maximale;

LOD est la limite de détection de la méthode;

C est la concentration présentant un intérêt.

Si une méthode d'analyse aboutit à des résultats présentant des mesures d'incertitude inférieures à l'incertitude standard maximale, la méthode sera aussi valable qu'une méthode satisfaisant aux critères de performance indiqués au tableau 2.

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. Le mode d'enregistrement et le taux de récupération doivent être rapportés. Le résultat d'analyse corrigé au titre de la récupération sert à vérifier le respect de la teneur maximale (voir annexe I, point 5).

L'analyste tient dûment compte des «Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement» (référence 3) élaborées sous l'égide de l'IUPAC/ISO/AOAC. Ces lignes directrices sont prises en considération lors de la détermination des facteurs récupération.

Le résultat d'analyse est consigné sous la forme $x \pm U$, où x représente le résultat d'analyse et U l'incertitude de mesure.

4.5. *Normes de qualité applicables aux laboratoires*

Les laboratoires doivent se conformer aux dispositions de la directive 93/99/CEE du Conseil du 29 octobre 1993 relative à des mesures additionnelles concernant le contrôle officiel des denrées alimentaires.

4.6. Autres considérations relatives à l'analyse

Test d'efficacité

La participation à des programmes visant à tester l'efficacité, conformes à l'«International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories» (référence 4) élaboré sous les auspices de l'IUPAC/ISO/AOAC est requise.

Certains de ces programmes comprennent en particulier la détermination des teneurs en étain dans les denrées alimentaires et la participation à un tel programme est préférée à un programme général de détermination des teneurs en métaux dans les denrées alimentaires.

Contrôle interne de la qualité

Les laboratoires doivent pouvoir démontrer qu'ils appliquent des procédures de contrôle interne de la qualité. À titre d'exemple, on peut citer les «ISO/AOAC/IUPAC Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories» (référence 5).

Préparation de l'échantillon

Veiller à ce que la totalité de l'étain de l'échantillon soit mis en solution en vue de l'analyse. Il est notamment reconnu que le protocole de dissolution de l'échantillon doit être tel qu'aucune espèce SnIV hydrolysée ne soit précipitée (c'est-à-dire les espèces telles que l'oxyde d'étain SnO₂, Sn(OH)₄, SnO₂·H₂O).

Conserver les échantillons préparés dans 5 mol/l HCl. Toutefois, le SnCl₄ se volatilise rapidement il ne faut pas faire bouillir les solutions.

RÉFÉRENCES

1. BS EN 13804:2002: Foodstuffs — Determination of trace elements — Performance criteria, general considerations and sample preparation, CEN, Rue de Stassart 36, B-1050 Bruxelles.
 2. Horwitz W., «Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs», *Anal. Chem.*, 1982, vol. 54, p. 67A à 76A.
 3. Thompson, M., Ellison, S. L. R., Fajgelj A., Willetts, P. et Wood, R., «ISO/AOAC/IUPAC Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement», *Pure Appl. Chem.*, 1999, vol. 71, p. 337 à 348.
 4. Thompson, M., Wood, R., «ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Protocol for Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories», *Pure Appl. Chem.*, 1993, vol. 65, p. 2123 à 2144 (également publié dans *J. AOAC International*, 1993, vol. 76, p. 926).
 5. Thompson, M., et Wood, R., «ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories», *Pure Appl. Chem.*, 1995, vol. 67, p. 649 à 666.
-