

MEMORIAL
Journal Officiel
du Grand-Duché de
Luxembourg



MEMORIAL
Amtsblatt
des Großherzogtums
Luxemburg

RECUEIL DE LEGISLATION

A — N° 168

13 octobre 2005

Sommaire

DENREES ALIMENTAIRES

Règlement grand-ducal du 30 septembre 2005 modifiant:

- 1) le règlement grand-ducal modifié du 9 novembre 2000 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, et
- 2) le règlement grand-ducal du 14 avril 2003 modifiant le règlement grand-ducal du 9 novembre 2000 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, et portant fixation des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse pour le contrôle officiel a) des teneurs en ochratoxine des denrées alimentaires; b) des dioxines et le dosage des PCB de type dioxine dans les denrées alimentaires; et c) des résidus de pesticides sur et dans les produits d'origine végétale et animale page **2824**

Règlement grand-ducal du 30 septembre 2005 modifiant:

1. le règlement grand-ducal modifié du 9 novembre 2000 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, et
2. le règlement grand-ducal du 14 avril 2003 modifiant le règlement grand-ducal du 9 novembre 2000 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, et portant fixation des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse pour le contrôle officiel a) des teneurs en ochratoxine des denrées alimentaires; b) des dioxines et le dosage des PCB de type dioxine dans les denrées alimentaires; et c) des résidus de pesticides sur et dans les produits d'origine végétale et animale.

Nous Henri, Grand-Duc de Luxembourg, Duc de Nassau,

Vu la loi modifiée du 25 septembre 1953 ayant pour objet la réorganisation du contrôle des denrées alimentaires, boissons et produits usuels;

Vu la directive 2004/43/CE de la Commission du 13 avril 2004 modifiant la directive 98/53/CE et la directive 2002/26/CE en ce qui concerne les modes de prélèvement d'échantillons et les méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en aflatoxines et en ochratoxine A des aliments pour nourrissons et enfants en bas âge;

Vu la directive 2004/44/CE de la Commission du 13 avril 2004 modifiant la directive 2002/69/CE portant fixation des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des dioxines et le dosage des PCB de type dioxine dans les denrées alimentaires;

Vu la directive 2005/5/CE de la Commission du 26 janvier 2005 modifiant la directive 2002/26/CE en ce qui concerne les modes de prélèvement d'échantillons et les méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en ochratoxine A de certaines denrées alimentaires;

Vu l'avis de la Chambre de Commerce;

Vu l'avis de la Chambre des Métiers;

Vu l'article 2 (1) de la loi du 12 juillet 1996 portant réforme du Conseil d'Etat et considérant qu'il y a urgence;

Sur le rapport de Notre Ministre de la Santé et de Notre Ministre de l'Agriculture, de la Viticulture et du Développement rural et après délibération du Gouvernement en conseil;

Arrêtons:

Art. 1^{er}. Les annexes I et II du règlement grand-ducal modifié du 9 novembre 2000 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 sont remplacées par l'annexe I du présent règlement.

Art. 2. L'intitulé du règlement grand-ducal du 14 avril 2003 modifiant le règlement grand-ducal du 9 novembre 2000 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, et portant fixation des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse pour le contrôle officiel a) des teneurs en ochratoxine des denrées alimentaires; b) des dioxines et le dosage des PCB de type dioxine dans les denrées alimentaires; et c) des résidus de pesticides sur et dans les produits d'origine végétale et animale est remplacé comme suit:

«Règlement grand-ducal du 14 avril 2003 portant fixation des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse pour le contrôle officiel:

- a) des teneurs en ochratoxine des denrées alimentaires;
- b) des dioxines et le dosage des PCB de type dioxine dans les denrées alimentaires; et
- c) des résidus de pesticides sur et dans les produits d'origine végétale et animale.»

Art. 3. Les annexes II, III, V et VI du règlement grand-ducal du 14 avril 2003 précité sont modifiées conformément aux dispositions de l'annexe II du présent règlement.

Art. 4. Les annexes du présent règlement en font partie intégrante.

Art. 5. Notre Ministre de la Santé et Notre Ministre de l'Agriculture, de la Viticulture et du Développement rural sont chargés, chacun en ce qui le concerne, de l'exécution du présent règlement qui sera publié au Mémorial avec ses annexes.

Le Ministre de la Santé,
Mars Di Bartolomeo

Palais de Luxembourg, le 30 septembre 2005.
Henri

Le Ministre de l'Agriculture,
de la Viticulture et
du Développement rural,
Fernand Boden

ANNEXE I

«ANNEXE I

Modes de prélèvement des échantillons pour le contrôle officiel des teneurs maximales pour 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) n° 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'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.
- Echantillon élémentaire:** quantité de matière prélevée en un seul point du lot ou du sous-lot.
- Echantillon global:** Agrégation de tous les échantillons prélevés sur le lot ou sous-lot.
- Echantillon de laboratoire:** Echantillon destiné au laboratoire (sous-échantillon)

3. Dispositions générales

3.1. Personnel

Le prélèvement doit être effectué par une personne mandatée à cet effet.

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, des 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. Echantillons 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 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. Préparations 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 et réglementaires.

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. 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 les 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:

$$\text{Fréquence d'échantillonnage (F):} \quad \frac{\text{Poids du lot} \times \text{poids de l'échantillon élémentaire}}{\text{Poids de l'échantillon global} \times \text{poids d'un emballage individuel}}$$

- 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.

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.

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.

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, 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	Echantillon global Poids/kg
Figues séchées et autres fruits séchés	> = 15 < 15	15 - 30 tonnes -	100 10 - 100(*)	30 < = 30
Arachides, pistaches, noix du Brésil et autres fruits à coque	> = 500 > 125 et < 500 > = 15 et < = 125 < 15	100 tonnes 5 sous-lots 25 tonnes -	100 100 100 10 - 100 (*)	30 30 30 < = 30
Céréales	> = 1500 > 300 et < 1500 > = 50 et < = 300 < 50	500 tonnes 3 sous-lots 100 tonnes -	100 100 100 10 - 100 (*)	30 30 30 1 - 10
Epices	> = 15 < 15	25 tonnes -	100 10-100(*)	10 1-10

(*) 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)

Épices

5.2.1. Mode de prélèvement

- A 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. Etant donné que le poids des lots n'est pas 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).
- 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.
- Echantillon 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.

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.

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 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.

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.
- 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.

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 conserve².

Nombre d'échantillons élémentaires: au minimum 5.

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

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.
- 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.

5.5.2. Autres produits dérivés présentant des particules très fines, tels que farine, pâte de figes, 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 dans le tableau 2 du point 5.1 pour les céréales.
- Chaque sous-lot doit faire l'objet d'un échantillonnage séparé.

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.

¹ JOUE L 93 du 13.4.1991, p. 1.

² JOUE L 306 du 28.10.1987, p. 24

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.

5.7. Denrées alimentaires destinées aux nourrissons et aux enfants en bas âge

5.7.1. Mode de prélèvement

Le mode de prélèvement indiqué pour le lait ainsi que les produits dérivés et aliments composés, aux points 5.4, 5.5 et 5.6, s'applique.

5.7.2. Acceptation d'un lot

- Acceptation si le lot global ne dépasse pas la teneur maximale, compte tenu de l'incertitude de mesure et de la correction au titre de la récupération,
- rejet si le lot global dépasse quasi certainement la teneur maximale, compte tenu de l'incertitude de mesure et de la correction au titre de la récupération.

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.

—
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) n° 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.

Si la teneur maximale s'applique à la matière sèche, la teneur en matière sèche est déterminée sur une partie de l'échantillon homogénéisé à l'aide d'une méthode dont la précision en la matière est démontrée.

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.

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 $r = 2,8 \times Sr$.

Sr = écart type calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de répétabilité.

RSDr = écart type relatif, calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de répétabilité $[(Sr/x) \times 100]$, 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 $R = 2,8 Sr$.

Sr = écart type calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de reproductibilité.

RSDr = écart type relatif calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de reproductibilité $[(SR/x) \times 100]$.

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, du 20 décembre 1985, concernant l'introduction de modes de prélèvement d'échantillons et de méthodes d'analyse communautaires des denrées destinées à l'alimentation humaine.

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 concentration	Négligeable	
Récupération – Aflatoxine M1	0,01-0,05 µg/kg > 0,05 µg/kg	60 à 120 % 70 à 110 %	
Récupération – aflatoxines B1, B2, G1, G2	< 1,0 µg/kg 1-10 µg/kg > 10 µg/kg	50 à 120 % 70 à 110 % 80 à 110 %	
Fidélité RSDr	Toutes concentrations	Dérivée de l'équation d'Horwitz	2 x la valeur dérivée de l'équation d'Horwitz

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

Nota bene:

- Valeurs à appliquer à la fois à B1 et à la somme de B1 + B2 + G1 + G2.
- Si les sommes des aflatoxines individuelles B1 + B2 + G1 + G2 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:

$$RSDr = 2 (1 - 0,5 \log C)$$
 équation dans laquelle:
 - RSDr représente l'écart type relatif calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de reproductibilité $[(SR/x) \times 100]$,
 - C'est le taux de concentration (c'est-à-dire 1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1000 mg/kg).

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.

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 $x \pm U$ 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 %.

4.5. Assurances 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.»

ANNEXE II

Les annexes II, III, V et VI du règlement grand-ducal du 14 avril 2003 modifiant le règlement grand-ducal du 9 novembre 2000 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, et portant fixation des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse pour le contrôle officiel a) des teneurs en ochratoxine des denrées alimentaires; b) des dioxines et le dosage des PCB de type dioxine dans les denrées alimentaires; et c) des résidus de pesticides sur et dans les produits d'origine végétale et animale, sont modifiées comme suit:

I) L'annexe II est modifiée comme suit:

A) Les points 4.3, 4.4, 4.5, et 4.6 sont remplacés par le texte suivant:

«4.3. Résumé général du mode d'échantillonnage pour les céréales, les raisins secs et le café torréfié

TABLEAU 1

Subdivision des lots en sous-lots en fonction du produit et du poids du lot

Produit	Poids du lot (en tonnes)	Poids ou nombre de sous-lots	Nombre d'échantillons élémentaires	Échantillon global Poids (en kilogrammes)
Céréales et produits céréaliers	≥ 1500	500 tonnes	100	10
	>300 et $<1\ 500$	3 sous-lots	100	10
	≥ 50 et ≤ 300	100 tonnes	100	10
	<50	—	3-100 (*)	1-10
Raisins secs (raisins secs de Corinthe, «raisins secs» et Sultanines)	≥ 15	15-30 tonnes	100	10
	<15	—	10-100 (**)	1-10
Grains de café torréfié, café torréfié moulu et café soluble	≥ 15	15-30 tonnes	100	10
	<15	—	10-100 (**)	1-10
(*) Selon le poids du lot voir tableau 2 de la présente annexe.				
(**) Selon le poids du lot voir tableau 3 de la présente annexe.				

4.4. Mode de prélèvement des échantillons pour les céréales et les produits céréaliers (lots ≥ 50 tonnes) et pour les grains de café torréfié, le café torréfié moulu, le café soluble et les raisins secs (lots ≥ 15 tonnes)

- A condition que les sous-lots puissent être séparés physiquement, chaque lot doit être subdivisé en sous-lots conformément au tableau 1. Etant donné que le poids d'un lot n'est pas toujours un multiple exact du poids des sous-lots, le poids des sous-lots peut différer du poids indiqué jusqu'à concurrence de 20%.
- Chaque sous-lot doit faire l'objet d'un échantillonnage séparé.
- Nombre d'échantillons élémentaires: 100.
- Poids de l'échantillon global = 10 kilogrammes.
- S'il n'est pas possible d'appliquer le mode de prélèvement décrit ci-dessus en raison des pertes commerciales qu'entraînerait un dommage du lot (par exemple, à cause des formes d'emballage ou des moyens de transport), un autre mode de prélèvement peut être appliqué, à condition qu'il soit aussi représentatif que possible et qu'il soit décrit en détail et bien documenté.

4.5. *Dispositions applicables au prélèvement d'échantillons de céréales et de produits céréaliers (lots < 50 tonnes) et de grains de café torréfié, de café torréfié moulu, de café soluble et de raisins secs (lots < 15 tonnes)*

Pour des lots de céréales inférieurs à 50 tonnes et pour des lots de grains de café torréfié, de café torréfié moulu, de café soluble et de raisins secs inférieurs à 15 tonnes, le plan d'échantillonnage doit être utilisé avec de 10 à 100 échantillons élémentaires, suivant le poids du lot, formant un échantillon global de 1 à 10 kilogrammes. Pour les très petits lots ($\geq 0,5$ tonne) de céréales et de produits céréaliers, un nombre inférieur d'échantillons élémentaires peut être prélevé, mais, dans ce cas, l'échantillon global réunissant tous les échantillons élémentaires doit peser au moins 1 kilogramme.

Les chiffres du tableau suivant peuvent être utilisés pour déterminer le nombre d'échantillons élémentaires à prélever.

TABLEAU 2
Nombre d'échantillons élémentaires à prélever en fonction du poids du lot de céréales et de produits céréaliers

Poids du lot (en tonnes)	Nombre d'échantillons élémentaires
$\leq 0,05$	3
$>0,05 - \leq 0,5$	5
$>0,5 - \leq 1$	10
$>1 - \leq 3$	20
$>3 - \leq 10$	40
$>10 - \leq 20$	60
$>20 - \leq 50$	100

TABLEAU 3
Nombre d'échantillons élémentaires à prélever en fonction du poids du lot de grains de café torréfié, de café torréfié moulu, de café soluble et de raisins secs

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

«4.6. *Mode de prélèvement pour les denrées alimentaires destinées aux nourrissons et aux enfants en bas âge*

Le mode de prélèvement indiqué pour les céréales et les produits céréaliers au point 4.5 de la présente annexe s'applique. Ceci signifie que le nombre d'échantillons élémentaires à prélever dépend du poids du lot et est compris entre 10 et 100 conformément au tableau 2 du point 4.5.

- Le poids de l'échantillon élémentaire doit être d'environ 100 grammes. Si le lot se présente en emballages distincts, le poids de l'échantillon élémentaire dépend du poids de l'emballage considéré.
- Le poids de l'échantillon global, suffisamment mélangé, est de 1 à 10 kg.»

B) Les points 4.6 bis et 4.7 suivants sont insérés:

«4.6. bis Dispositions applicables au prélèvement d'échantillons de vin et de jus de raisin

L'échantillon global doit peser au moins 1 kilogramme, sauf lorsque c'est impossible, par exemple lorsque l'échantillon est composé d'une seule bouteille.

Le nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever du lot est indiqué dans le tableau 4. Le nombre d'échantillons élémentaires déterminé dépend de la forme habituelle sous laquelle les produits concernés sont commercialisés.

S'il s'agit de produits apparaissant en vrac sous une forme liquide, le lot est soigneusement mélangé, autant que faire se peut et pour autant que cela n'influe pas sur la qualité du produit, soit par un procédé manuel, soit par un procédé technique, juste avant l'échantillonnage. Dans ce cas, on peut supposer une distribution homogène de l'ochratoxine A à l'intérieur d'un lot donné. Il suffit dès lors de prélever trois échantillons élémentaires par lot, qui constituent l'échantillon global.

Les échantillons élémentaires, qui peuvent souvent être une bouteille ou un emballage, doivent avoir un poids semblable. Chaque échantillon élémentaire doit peser au moins 100 grammes, afin de constituer un échantillon global d'au moins 1 kilogramme environ. Toute dérogation à cette règle est à signaler dans le procès-verbal prévu au point 3.8.

TABLEAU 4
Nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever sur le lot

Forme de commercialisation	Poids du lot (en litres)	Nombre d'échantillons élémentaires à prélever
Vrac (jus de raisin, vin)	. . .	3
Bouteilles/emballages de jus de raisin	≤ 50	3
Bouteilles/emballages de jus de raisin	50 à 500	5
Bouteilles/emballages de jus de raisin	>500	10
Bouteilles/emballages de vin	≤ 50	1
Bouteilles/emballages de vin	50 à 500	2
Bouteilles/emballages de vin	>500	3»

«4.7. Echantillonnage 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.»

C) Le point 5 est libellé comme suit:

«5. **Acceptation d'un lot ou d'un sous-lot**

- Acceptation si le lot global ne dépasse pas la teneur maximale, compte tenu de l'incertitude de mesure et de la correction au titre de la récupération,
- rejet si le lot global dépasse quasi certainement la teneur maximale, compte tenu de l'incertitude de mesure et de la correction au titre de la récupération.»

II) L'annexe III est modifiée comme suit:

A) le point 2 est libellé comme suit:

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

Chaque échantillon de laboratoire est broyé finement et soigneusement mélangé selon une méthode garantissant une homogénéisation complète. Si la teneur maximale s'applique à la matière sèche, la teneur en matière sèche est déterminée sur une partie de l'échantillon homogénéisé à l'aide d'une méthode dont la précision en la matière est démontrée.»

B) le point 4.4 est libellé comme suit:

«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 rapportés. Le résultat d'analyse corrigé au titre de la récupération doit être utilisé pour vérifier le respect de la teneur maximale (voir annexe I, point 5).

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.

U est l'incertitude étendue, utilisant un coefficient de couverture 2 qui donne un niveau de confiance d'environ 95%.»

III) L'annexe V est modifiée comme suit:

A) Au point 4 portant sur les plans d'échantillonnage, le point 4.1 suivant, intitulé «dispositions spécifiques pour l'échantillonnage de lots contenant des poissons entiers», est inséré après le tableau 2:

«4.1. Dispositions spécifiques pour l'échantillonnage de lots contenant des poissons entiers

Le nombre d'échantillons élémentaires à prélever sur le lot est indiqué dans le tableau 1. Le poids de l'échantillon global réunissant tous les échantillons élémentaires sera d'au moins 1 kilogramme (kg) (voir point 3.5).

- Si le lot à échantillonner contient de petits poissons (d'un poids individuel inférieur à 1 kg), le poisson entier est pris comme échantillon élémentaire pour former l'échantillon global. Si l'échantillon global qui en résulte pèse plus de 3 kg, les échantillons élémentaires peuvent être constitués de la partie médiane, d'un poids individuel d'au moins 100 grammes, des poissons composant l'échantillon global. La partie entière à laquelle s'applique la teneur maximale est utilisée pour l'homogénéisation de l'échantillon.
- Si le lot à échantillonner contient des poissons plus grands (d'un poids individuel supérieur à 1 g), l'échantillon élémentaire est constitué par la partie médiane du poisson. Chaque échantillon pèse au moins 100 grammes. Si le lot à échantillonner se compose de très grands poissons (par exemple d'un poids supérieur à 6 kg) et que le prélèvement d'un morceau de la partie médiane du poisson entraînerait une perte économique significative, le prélèvement de trois échantillons élémentaires d'au moins 350 grammes chacun peut être considéré comme suffisant, quelle que soit la taille du lot.»

B Le texte du point 5, «Conformité du lot ou sous-lot aux spécifications», est remplacé par le texte suivant:

«5. Conformité du lot ou sous-lot aux spécifications

Le lot est accepté si le résultat d'une seule analyse ne dépasse pas la teneur maximale correspondante fixée dans le règlement (CE) n° 466/2001 compte tenu de l'incertitude de mesure.

Le lot est considéré non conforme à la teneur maximale fixée dans le règlement (CE) n° 466/2001, si le résultat analytique confirmé par une double analyse et calculé sous forme de moyenne d'au moins deux déterminations distinctes dépasse quasi certainement la teneur maximale compte tenu de l'incertitude de mesure.

L'incertitude de mesure peut être prise en compte de l'une des deux manières suivantes:

- en calculant l'incertitude étendue à l'aide d'un coefficient de couverture 2 qui donne un niveau de confiance d'environ 95%,
- en établissant la limite de décision ($CC\alpha$) conformément aux dispositions de la décision 2002/657/CE de la Commission du 12 août 2002 portant modalités d'application de la directive 96/23/CE du Conseil en ce qui concerne les performances des méthodes d'analyse et l'interprétation des résultats (*) (point 3.1.2.5 de l'annexe – cas de substances pour lesquelles une limite autorisée est fixée).

Les présentes règles d'interprétation doivent s'appliquer au résultat analytique obtenu sur l'échantillon pour le contrôle officiel. En cas d'analyse à des fins de défense ou d'arbitrage, les règles nationales sont applicables.

(*) JO L 221 du 17.8.2002, p. 8. Décision modifiée en dernier lieu par la décision 2004/25/CE de la Commission (JO L 6 du 10.1.2004, p. 38).»

IV) L'annexe VI est modifiée comme suit:

L'alinéa suivant est inséré à la fin du point 2, intitulé «Contexte»:

«Aux fins de la directive 2002/69/CE uniquement, la limite spécifique acceptée de quantification d'un congénère est la concentration d'un analyte dans l'extrait d'un échantillon qui produit une réponse instrumentale aux deux ions différents à contrôler par un rapport S/B (signal/bruit) de 3:1 pour le signal le moins sensible et remplit les conditions de base telles que, par exemple, temps de rétention, rapport isotopique selon la procédure de détermination décrite dans la méthode EPA 1613, révision B.»