

**MÉTHODES RECOMMANDÉES POUR L'ÉCHANTILLONNAGE AUX FINS DU DOSAGE DES
RÉSIDUS DE PESTICIDES EN VUE DU CONTRÔLE DE CONFORMITÉ AVEC LES LMR
CAC/GL 33-1999**

TABLE DES MATIÈRES

	Pages
OBJECTIF 1	
PRINCIPES 1	
MÉTHODES D'ÉCHANTILLONNAGE.....	2
CRITÈRES DE CONFORMITÉ.....	4
TABLEAU 1. NOMBRE MINIMUM D'ÉCHANTILLONS PRIMAIRES À PRÉLEVER DANS UN LOT	4
A) produits carnés, y compris la chair de volaille.....	4
B) autres produits	4
TABLEAU 2. NOMBRE D'ÉCHANTILLONS PRIMAIRES CHOISIS AU HASARD, REQUIS POUR UNE PROBABILITÉ DONNÉE DE DÉTECTION D'UN ÉCHANTILLON NON CONFORME AU MOINS DANS UN LOT DE PRODUITS CARNÉS, Y COMPRIS LA CHAIR DE VOLAILLE, POUR UNE FRÉQUENCE DONNÉE DE RÉSIDUS NON CONFORMES DANS LE LOT.....	5
TABLEAU 3. VIANDE ET CHAIR DE VOLAILLE: DESCRIPTION DES ÉCHANTILLONS PRIMAIRES ET TAILLES MINIMALES DES ÉCHANTILLONS DE LABORATOIRE.....	6
TABLEAU 4. PRODUITS D'ORIGINE VÉGÉTALE: DESCRIPTION DES ÉCHANTILLONS PRIMAIRES ET TAILLE MINIMALE DES ÉCHANTILLONS DE LABORATOIRE.....	9
TABLEAU 5. OEUFs, PRODUITS À BASE D'OEUFs ET PRODUITS LAITIERS: DESCRIPTION DES ÉCHANTILLONS PRIMAIRES ET TAILLE MINIMALE DES ÉCHANTILLONS DE LABORATOIRE.....	11
APPENDICE I DÉFINITIONS DES TERMES.....	12
APPENDICE II.A REPRÉSENTATION SCHÉMATIQUE DE L'ÉCHANTILLONNAGE: VIANDE ET CHAIR DE VOLAILLE	15
APPENDICE II.B REPRÉSENTATION SCHÉMATIQUE DE L'ÉCHANTILLONNAGE: PRODUITS AUTRES QUE LA VIANDE ET LA VOLAILLE.....	16
APPENDICE III. EXEMPLES.....	17
REFERENCES 19	

**MÉTHODES RECOMMANDÉES POUR L'ÉCHANTILLONNAGE AUX FINS DU
DOSAGE DES RÉSIDUS DE PESTICIDES EN VUE DU CONTRÔLE DE
CONFORMITÉ AVEC LES LMR**

1. OBJECTIF

Les méthodes d'échantillonnage ci-après visent à permettre le prélèvement dans un lot d'un échantillon représentatif en vue d'une analyse ayant pour objet de vérifier la conformité d'un produit aux limites maximales Codex pour les résidus (LMR) de pesticides.

2. PRINCIPES

- 2.1 Les LMR Codex sont fondées sur des données concernant les bonnes pratiques agricoles, et les aliments obtenus à partir des produits qui répondent aux LMR applicables sont réputés acceptables sur le plan toxicologique.

- 2.2 Une LMR Codex pour des plantes, des œufs ou des produits laitiers tient compte de la concentration maximale escomptée dans un échantillon composite qui représente un certain nombre d'unités provenant du produit traité et qui est sensé représenter la moyenne des unités d'un lot. Une LMR Codex pour des produits carnés, y compris la chair de volaille, tient compte de la concentration maximale escomptée dans les tissus d'animaux individuels traités.
- 2.3 En conséquence, les LMR pour les produits carnés, y compris la chair de volaille, s'appliquent à un échantillon en vrac obtenu à partir d'un unique échantillon primaire, tandis que les LMR pour les produits végétaux, les œufs et les produits laitiers s'appliquent à un échantillon en vrac composite obtenu à partir de 1 à 10 échantillons primaires.

3. MÉTHODES D'ÉCHANTILLONNAGE

Notes a) Les termes utilisés sont définis à l'Appendice 1 et les méthodes sont décrites de manière schématique à l'Appendice IIA et à l'Appendice IIB.

b) Les recommandations ISO pour l'échantillonnage des céréales¹ ou d'autres produits de base expédiés en vrac peuvent être adoptées, s'il y a lieu.

3.1 Précautions à prendre

Il y a lieu d'éviter la contamination et la détérioration des échantillons à tous les stades, car elles peuvent influencer sur les résultats de l'analyse. Chaque lot dont la conformité aux recommandations doit être contrôlée doit être échantillonné séparément.

3.2 Prélèvement des échantillons primaires

Le nombre minimum d'échantillons primaires à prélever dans un lot est déterminé d'après le Tableau 1, ou le Tableau 2 dans le cas d'un lot suspect de viande ou de volaille. Chaque échantillon primaire devrait, autant que possible, être prélevé en un endroit du lot choisi de manière aléatoire. Les échantillons primaires doivent être prélevés en quantité suffisante pour fournir le(s) échantillon(s) de laboratoire requis pour le lot examiné.

Notes a) Les méthodes d'échantillonnage requises pour les céréales¹, les légumineuses² et le thé³ sont décrites dans les recommandations de l'ISO et celles requises pour les produits laitiers⁴ sont décrits par la Fédération internationale de laiterie (FIL).

3.3 Préparation de l'échantillon en vrac

3.3.1 Méthode à suivre pour les produits carnés, y compris la chair de volaille (Tableau 3)

Chaque échantillon primaire est considéré comme un échantillon en vrac distinct et doit, si possible, être bien mélangé.

3.3.2 Méthode à suivre pour les produits végétaux, les œufs ou les produits laitiers (Tableaux 4 et 5)

Les échantillons primaires devraient être combinés et intimement mélangés pour constituer l'échantillon en vrac.

3.3.3 Autre méthode utilisable lorsqu'il n'est pas possible de mélanger des échantillons primaires pour constituer l'échantillon en vrac.

Dans les cas où les unités peuvent être endommagées (et donc les résidus affectés) par les méthodes de mélange ou de subdivision de l'échantillon en vrac, ou s'il s'agit d'unités de volume important qui ne peuvent pas être mélangées pour obtenir une meilleure répartition des résidus, les unités doivent être réparties de manière aléatoire entre plusieurs échantillons de laboratoire parallèles au moment du prélèvement des échantillons primaires. Dans ce cas, le résultat à utiliser sera la moyenne des résultats valables obtenus par l'analyse des échantillons de laboratoire.

3.4 Préparation de l'échantillon de laboratoire

Lorsque le volume de l'échantillon en vrac est plus important que nécessaire pour un échantillon de laboratoire, il doit être divisé de façon à obtenir une portion représentative. Un procédé

d'échantillonnage, la division en quatre ou une autre méthode appropriée de réduction du volume, peut être utilisée. Toutefois, les unités de produits végétaux frais et les œufs entiers ne doivent pas être coupés, ni divisés. Le cas échéant, des doubles des échantillons de laboratoire doivent être prélevés à ce stade ou bien ils peuvent être préparés comme indiqué à l'alinéa 3.3.3 ci-dessus. Les tailles minimales requises pour les échantillons de laboratoire sont indiquées aux Tableaux 3, 4 et 5.

3.5 Document d'accompagnement

Le fonctionnaire chargé de l'échantillonnage doit indiquer dans ce document: la nature et l'origine du lot; le propriétaire, le fournisseur ou le transporteur de celui-ci; la date et le lieu de l'échantillonnage; enfin, tout autre renseignement pouvant être utile, notamment les raisons de tout écart par rapport à la méthode d'échantillonnage recommandée. Une copie signée de ce document doit être jointe à chaque double de l'échantillon de laboratoire et le fonctionnaire concerné en conservera aussi une copie. Une copie sera également remise au propriétaire du lot, ou à son représentant, qu'ils disposent ou non d'un échantillon de laboratoire. Si les documents d'accompagnement sont produits par ordinateur, ceux-ci doivent être remis aux mêmes destinataires et un double vérifiable sera conservé.

3.6 Conditionnement et envoi des échantillons de laboratoire

L'échantillon de laboratoire doit être placé dans un récipient propre et chimiquement inerte qui le protège correctement contre toute contamination, dommage et fuite. Le récipient doit être scellé, solidement étiqueté et le document d'accompagnement doit y être joint. Quand on utilise un code à barres, il est recommandé de fournir aussi les renseignements alphanumériques. L'échantillon doit être envoyé au laboratoire le plus rapidement possible. Certaines précautions doivent être prises pour éviter la détérioration des échantillons en cours de transport, ainsi, les échantillons de produits frais doivent être tenus au frais et les échantillons congelés doivent rester congelés. Les échantillons de viande et de volaille doivent être congelés avant l'expédition, à moins qu'ils ne soient transportés au laboratoire avant que la détérioration en soit possible.

3.7 Préparation des échantillons en vue de l'analyse

Le laboratoire devrait attribuer à chaque échantillon de laboratoire un code particulier indiquant la date de réception et la taille de l'échantillon, et ce code devrait figurer sur le document d'accompagnement. La portion du produit à analyser^{5,6}, autrement dit l'échantillon effectivement soumis à l'analyse, devrait être séparée dès que possible. Lorsque le niveau de résidu doit être calculé de façon à inclure des parties qui ne sont pas analysées*, le poids des portions séparées doit être relevé.

3.8 Préparation et stockage de la portion destinée à l'analyse

L'échantillon destiné à l'analyse doit être fractionné, s'il y a lieu, et bien mélangé, pour permettre le prélèvement de portions représentatives aux fins de l'analyse. La taille de la portion soumise à l'analyse devrait être déterminée en fonction de la méthode d'analyse et de l'efficacité du mélange. Les méthodes utilisées pour le fractionnement et le mélange doivent être enregistrées et ne pas influencer sur les résidus présents dans l'échantillon soumis à l'analyse. Le cas échéant, l'échantillon soumis à l'analyse doit être traité dans des conditions particulières, par exemple à des températures inférieures à zéro, afin de réduire au minimum les effets négatifs du traitement sur les résidus. Lorsque le traitement risque d'affecter les résidus et lorsqu'il n'existe pas de solution de rechange pratique, la portion analysée peut consister en unités entières ou en partie d'unités entières. Si la portion analysée consiste en quelques unités ou parties d'unités, elle a peu de chances d'être représentative de l'échantillon soumis à l'analyse et un nombre suffisant d'autres portions doit être analysé afin d'indiquer l'incertitude de la valeur moyenne. Si les portions destinées à l'analyse doivent être préalablement stockées, le mode et la durée du stockage ne doivent pas affecter les niveaux de résidus présents. Des portions supplémentaires doivent être prélevées en vue d'analyses de confirmation par répétition, selon que de besoin.

†† Par exemple, les noyaux des fruits à noyaux ne font pas l'objet d'une analyse, mais la concentration de résidus est calculée en supposant qu'ils sont inclus mais ne contiennent pas de résidus⁵.

4. CRITÈRES DE CONFORMITÉ

- 4.1 Les résultats de l'analyse doivent être obtenus à partir d'un ou de plusieurs échantillons de laboratoire pris dans le lot et se trouvant dans un état approprié pour l'analyse. Les résultats doivent être corroborés par des données de contrôle de qualité acceptables (par exemple, pour l'étalonnage des instruments et la récupération des pesticides, se reporter au Directives concernant les bonnes pratiques de laboratoire en matière d'analyse des résidus de pesticides (CAC/GL 40-1993). Les résultats ne doivent pas être corrigés en fonction de la récupération des pesticides. Si les résultats de l'analyse indiquent qu'un résidu dépasse une LMR, sa concentration devra être vérifiée par l'analyse d'une ou de plusieurs portions d'analyse supplémentaires, prélevées sur les échantillons de laboratoire originaux.
- 4.2 La LMR Codex s'applique à l'échantillon en vrac.
- 4.3 Le lot est jugé conforme à une LMR Codex lorsque les résultats de l'analyse ne dépassent pas la LMR.
- 4.4 Si les résultats obtenus pour l'échantillon en vrac dépassent la LMR, la décision de rejeter le lot devrait tenir compte de: i) l'éventail des résultats obtenus à partir d'un ou de plusieurs échantillons de laboratoire, selon le cas; et ii) de la précision de l'analyse indiquée par les données relatives au contrôle de la qualité.

Tableau 1. Nombre minimum d'échantillons primaires à prélever dans un lot

	Nombre minimum d'échantillons primaires à prélever dans un lot
a) Produits carnés, y compris la chair de volaille	
lot non suspect	1
lot suspect	déterminés selon le tableau 2
b) Autres Produits	
i) Produits, emballés ou en vrac, dont on peut supposer qu'ils sont bien mélangés ou homogènes	1 Voir note d) correspondant à la définition d'un lot, Appendice 1
ii) Produits, emballés ou en vrac, qui pourraient ne pas être bien mélangés ou homogènes	Voir note i) ci-après
<i>soit:</i>	
Poids du lot, kg	
<50	
50-500	3
>500	5
<i>ou:</i>	10
Nombre de boîtes ou autres récipients dans le lot	
1-25	
26-100	1
>100	5
	10

Note. i) Pour les produits composés de grosses unités, dans la classe A seulement, le nombre minimum d'échantillons primaires devrait correspondre au nombre minimum d'unités requis pour l'échantillon de laboratoire (voir Tableau 4)

Tableau 2. Nombre d'échantillons primaires choisis au hasard, requis pour une probabilité donnée de détection d'un échantillon non conforme au moins dans un lot de produits carnés, y compris la chair de volaille, pour une fréquence donnée de résidus non conformes dans le lot

Fréquence des résidus non conformes présents dans le lot %	Nombre minimum d'échantillons (n_0) requis pour déceler un résidu non conforme avec une probabilité de:		
	90%	95%	99%
90	1	-	2
80	-	2	3
70	2	3	4
60	3	4	5
50	4	5	7
40	5	6	9
35	6	7	11
30	7	9	13
25	9	11	17
20	11	14	21
15	15	19	29
10	22	29	44
5	45	59	90
1	231	299	459
0,5	460	598	919
0,1	2302	2995	4603

Notes a) Le tableau suppose un échantillonnage aléatoire.

b) Lorsque le nombre d'échantillons primaires indiqués dans le Tableau 2 est supérieur à environ 10 pour cent des unités contenues dans le lot total, le nombre d'échantillons primaires peut être moindre et doit être calculé comme suit:

$$n = \frac{n_0}{1 + (n_0 - 1) / N}$$

où n = nombre minimum d'échantillons primaires à prélever

n_0 = nombre minimum d'échantillons primaires indiqués dans le Tableau 2

N = nombre d'unités, susceptibles de produire un échantillon primaire dans le lot

c) Lorsqu'un unique échantillon primaire est prélevé, la probabilité de détection d'un échantillon non conforme est analogue à la fréquence des résidus en infraction.

d) Pour déterminer avec exactitude les probabilités, ou d'autres possibilités de probabilités, ou une fréquence différente des échantillons non conformes, le nombre d'échantillons à prélever peut se calculer au moyen de la formule suivante:

$$1-p = (1-i)^n$$

dans laquelle p est la probabilité et i est la fréquence de résidus non conformes présents dans le lot (tous deux exprimés en fraction, pas en pourcentage) et n est le nombre d'échantillons.

Tableau 3. Viande et chair de volaille: description des échantillons primaires et tailles minimales des échantillons de laboratoire

Produit	Exemples	Nature des échantillons primaires à prélever	Taille minimale de chaque échantillon de laboratoire
Catégorie B, produits alimentaires primaires d'origine animale			
1. Viandes de mammifères , type 06, groupe 030 Note: Pour le contrôle de conformité avec les LMR des pesticides liposolubles, les échantillons doivent être prélevés selon la section 2 ci-après			
1.1 Gros mammifères , carcasse entière ou demi-carcasse, habituellement 10 kg ou plus	bovins ovins porcins	Diaphragme entier ou partie du diaphragme, complétée, le cas échéant, par le muscle cervical	0,5 kg
1.2 Petits mammifères , carcasse entière	lapins	Carcasse entière ou pattes de derrière	0,5 kg , unité débarrassée de la peau et des os
1.3 Morceaux de viande de mammifères, frais/réfrigérés/ congelés emballés ou non	quartiers côtes steaks épaules	Unité(s) entière(s) ou portion d'une unité importante	0,5 kg , unité débarrassée des os
1.4 Morceaux de viande de mammifères, congelés en vrac	quartiers côtes	<u>soit</u> une portion congelée prélevée dans un récipient, <u>soit</u> la totalité (ou des portions) de morceaux individuels	0,5 kg , unité débarrassée des os
2. Graisses de mammifères, y compris la graisse de la carcasse , type 06, groupe 031 Note: des échantillons de graisse prélevés comme décrit aux alinéas 2.1, 2.2 et 2.3 peuvent être utilisés pour déterminer la conformité de la graisse ou du produit tout entier avec les LMR correspondantes			
2.1 Gros mammifères à l'abattage, carcasse entière ou demi-carcasse , habituellement 10 kg ou plus	bovins ovins porcins	graisse de rognons, graisse abdominale ou sous-cutanée prélevée sur un seul animal	0,5 kg
2.2 Petits mammifères à l'abattage, carcasse entière ou demi-carcasse <10 kg		graisse abdominale ou sous-cutanée prélevée sur un ou plusieurs animaux	0,5 kg
2.3 Morceaux de viande de mammifères	pattes côtes steaks	<u>soit</u> graisse visible, prélevée sur une ou plusieurs unités <u>soit</u> unité(s) entière(s) ou portions d'unité(s) entière(s) là où la graisse ne peut pas être détachée	0,5 kg 2 kg
2.4 Tissus graisseux de mammifères en vrac	-	unités prélevées avec un instrument d'échantillonnage en trois endroits au moins	0,5 kg
Catégorie B, produits alimentaires primaires d'origine animale			
3. Abats de mammifère , type 06, groupe 032			
3.1 Foies de mammifères , frais/réfrigérés/congelés	-	foie(s) entier(s), ou partie de foie	0,4 kg
3.2 Rognons de mammifères , frais/réfrigérés/congelés	-	un ou deux rognons provenant d'un ou plusieurs animaux	0,2 kg

Les produits sont classés selon le système du Codex Alimentarius ⁶
Voir tableau 1 pour déterminer le nombre d'échantillons primaires requis

Produit	Exemples	Nature des échantillons primaires à prélever	Taille minimale de chaque échantillon de laboratoire
3.3 Cœurs de mammifères, frais/réfrigérés/congelés	-	cœur(s) entier(s) ou portions de ventricule seulement, si le cœur est gros	0,4 kg
3.4 Autres abats de mammifères, frais/réfrigérés/ congelés	intestins, cervelles	partie ou unité entière provenant d'un ou plusieurs animaux ou coupe transversale prélevée sur le produit congelé en vrac	0,5 kg
4. Chair de volaille , type 07, groupe 036 Note: pour le contrôle de conformité avec les LMR des pesticides liposolubles, les échantillons doivent être prélevés selon la section 5 ci-après			
4.1 Carcasses de grands volatiles >2 kg	dinde oie poule	cuisse, pilons ou chair autre que le blanc	0,5 kg , unité débarrassée de la peau et des os
4.2 Carcasses de volatiles moyens 500 g - 2 kg	jeune canard pintade poulet	cuisse, pilons ou chair autre que le blanc provenant d'au moins trois volatiles	0,5 kg , unité débarrassée de la peau et des os
4.3 Carcasses de petits volatiles <500 g	caille pigeon	Carcasses d'au moins six volatiles	0,25 kg de tissu musculaire
4.4 Morceaux de volatiles frais/réfrigérés/congelés emballés pour la vente au détail ou en gros	pattes quartiers	unités emballées ou morceaux individuels	0,5 kg (débarrassés de la peau et des os)
Catégorie B, produits alimentaires primaires d'origine animale			
5. Graisses de volaille , y compris la graisse de la carcasse, type 07, groupe 037 Note: des échantillons de graisse prélevés comme décrit aux alinéas 5.1 et 5.2 peuvent être utilisés pour déterminer la conformité de la graisse ou du produit tout entier avec les LMR correspondantes			
5.1 Volatiles, à l'abattage, carcasses entières ou parties de carcasse	poulets dindes	Unités de graisse abdominale prélevée sur au moins trois volatiles	0,5 kg
5.2 Morceaux de chair de volatiles	pattes blancs de volaille	soit graisse visible, prélevée sur la ou les unité(s) soit unité(s) entière(s) ou portions d'unité(s) entière(s), lorsque la graisse n'est pas détachable	0,5 kg 2 kg
5.3 Tissu graisseux en vrac de volatiles	-	unités prélevées avec un instrument d'échantillonnage en trois endroits au moins	0,5 kg
6. Abats de volaille , type 07, groupe 038			
6.1 Abats de volaille comestibles, à l'exception du foie gras d'oie ou de canard et de produits analogues de grande valeur		Unités prélevées sur au moins 6 volatiles, ou coupe transversale prélevée dans un récipient	0,2 kg
6.2 Foie gras d'oie ou de volaille et produits analogues de grande valeur		Unités prélevées sur un volatile ou dans un récipient	0,05 kg

Les produits sont classés selon le système du Codex Alimentarius ⁶
Voir tableau 1 pour déterminer le nombre d'échantillons primaires requis

Produit	Exemples	Nature des échantillons primaires à prélever	Taille minimale de chaque échantillon de laboratoire
Catégorie E, aliments transformés d'origine animale			
7.	Produits alimentaires secondaires d'origine animale , type 16, groupe 080 viandes séchées Produits dérivés comestibles d'origine animale , type 17, groupe 085 graisses animales transformées Produits alimentaires manufacturés (à un seul ingrédient) d'origine animale , type 18 Produits alimentaires manufacturés (à plusieurs ingrédients) d'origine animale , type 19		
7.1	Viande de mammifère ou chair de volaille hachée, cuite, mise en conserve, séchée, ou ayant subi un autre type de transformation , y compris les produits à ingrédients multiples	jambon saucisses bœuf haché pâté de volaille	unités emballées, ou coupe transversale représentative prélevée dans un récipient, ou unités (y compris, le cas échéant, jus) prélevées avec un instrument
			0,5 kg ou 2 kg si la teneur en graisse est 5%

Les produits sont classés selon le système du Codex Alimentarius ⁶
Voir tableau 1 pour déterminer le nombre d'échantillons primaires requis

Tableau 4. Produits d'origine végétale: description des échantillons primaires et taille minimale des échantillons de laboratoire

Produits	Exemples	Nature des échantillons primaires à prélever	Taille minimale de chaque échantillon de laboratoire
Catégorie A, produits alimentaires primaires d'origine végétale			
1.	Tous les fruits frais , type 1, groupes 001-008 Tous les légumes frais , type 2, groupes 009-019, sauf groupe 015 (légumineuses séchées)		
1.1	Produits frais de petite taille poids unitaire inférieur à 25 g en général	diverses baies pois olives	Unités entières, ou emballages, ou unités prélevées avec un instrument d'échantillonnage 1 kg
1.2	Fruits frais de taille moyenne poids unitaire de 25 à 250 g en général	pommes oranges	Unités entières 1 kg (au moins 10 unités)
1.3	Produits frais de grande taille poids unitaire de plus de 250 g en général	choux concombres raisins (grappes)	Unités entières 1 kg (au moins 5 unités)
2.	Légumineuses , type 2, groupe 015 Céréales , type 3, groupe 020 Fruits à coques , type 4, groupe 022 Graines oléagineuses , type 4, groupe 023 Graines pour boissons et confiserie , type 4, groupe 024	fèves de soja riz, blé à l'exception des noix de coco, noix de coco arachides, grains de café	1 kg 1 kg 1 kg 5 unités 500 g 500 g
3.	Herbes , type 5, groupe 027 (pour les herbes séchées, voir: catégorie D, type 12, à la section 5 du présent tableau) Epices , type 5, groupe 028	persil frais autres fines herbes, fraîches séchées	Unités entières 0,5 kg 0,2 kg Unités entières ou unités prélevées avec un instrument d'échantillonnage 0,1 kg
Catégorie C, produits primaires destinés à l'alimentation animale			
4.	Produits primaires d'origine végétale destinés à l'alimentation animale , type 11		
4.1	Légumineuses fourragères, et autres fourragères et fourrages divers		Unités entières ou unités prélevées avec un instrument d'échantillonnage 1 kg (au moins 10 unités)
4.2	Paille, foin et autres produits séchés		Unités prélevées avec un instrument d'échantillonnage 0,5 kg (au moins 10 unités)

Les produits sont classés selon le système du Codex Alimentarius ⁶
Voir tableau 1 pour déterminer le nombre d'échantillons primaires requis

Produits	Exemples	Nature des échantillons primaires à prélever	Taille minimale de chaque échantillon de laboratoire
Catégorie D, aliments transformés d'origine végétale			
5. Produits alimentaires secondaires d'origine végétale , type 12, fruits séchés, légumes, herbes condimentaires, produits céréaliers moulus Produits dérivés d'origine végétale , type 13, thés, huiles végétales, jus, sous-produits destinés à l'alimentation animale et produits divers Produits manufacturés (à un seul ingrédient) d'origine végétale , type 14 Produits manufacturés (multi-ingrédients) d'origine végétale , type 15, y compris produits comprenant des ingrédients d'origine animale, mais où les ingrédients d'origine végétale prédominent et groupe 078, pains			
5.1	Produits à valeur unitaire élevée	Emballages ou unités prélevées avec un instrument d'échantillonnage	0,1 kg*
5.2	Produits solides à faible densité en vrac	houblon thé	Unités emballées ou unités prélevées avec un instrument d'échantillonnage 0,2 kg
5.3	Autres produits solides	pain farine pulpe de pomme fruits secs	Emballages ou autres unités entières ou unités prélevées avec un instrument d'échantillonnage 0,5 kg
5.4	Produits liquides	huiles végétales jus	Unités emballées ou unités prélevées avec un instrument d'échantillonnage 0,5 l ou 0,5 kg
* Un échantillon de laboratoire plus petit peut être prélevé dans le cas d'un produit d'une valeur exceptionnellement élevée, mais la raison doit en être indiquée dans le dossier d'échantillonnage.			

Tableau 5. Oeufs, produits à base d'oeufs et produits laitiers: description des échantillons primaires et taille minimale des échantillons de laboratoire

Produits	Exemples	Nature des échantillons primaires à prélever	Taille minimale de chaque échantillon de laboratoire
Catégorie B, produits alimentaires primaires d'origine animale			
1. Oeufs de volaille, type 7, groupes 039			
1.1 Oeufs, à l'exception des oeufs de caille et d'autres oeufs de ce type		oeufs entiers	12 oeufs de poule entiers, 6 oeufs d'oie ou de cane entiers
1.2 Oeufs de caille et oeufs analogues		oeufs entiers	24 oeufs entiers
2 Laits, type 6, groupe 033		Unité(s) entière(s) prélevée(s) avec un instrument d'échantillonnage	0,5 l
Catégorie E, aliments transformés d'origine animale			
3. Produits alimentaires secondaires d'origine animale, type 16, groupe 082 laits écrémés, laits condensés et laits en poudre Produits dérivés d'origine animale, type 17, groupe 086 graisses de lait, groupe 087 beurres, huiles butyriques, crèmes, crèmes en poudre, caséines, etc. Produits alimentaires manufacturés (à un seul ingrédient) d'origine animale, type 18, groupe 090 Produits alimentaires manufacturés (multi-ingrédients) d'origine animale, type 19, groupe 092 (y compris produits comportant des ingrédients d'origine végétale, mais où les ingrédients d'origine animale prédominent)			
3.1 Laits liquides, laits en poudre, laits et crèmes concentrés, crèmes, crèmes glacées à base laitière, yaourts		unités emballées ou unités prélevées avec un instrument d'échantillonnage	0,5 l (produits liquides) 0,5 kg (produits solides)
<i>Notes. i) Les laits et crèmes concentrés en vrac doivent être soigneusement mélangés avant l'échantillonnage, les matières adhérant aux parois et au fond du récipient doivent être détachées, et le tout doit être vigoureusement agité. Prélever 2 à 3 litres et agiter de nouveau, avant de prélever l'échantillon de laboratoire.</i>			
<i>ii) Pour les laits en poudre en vrac, enfoncer une sonde sèche au coeur de la poudre à une vitesse de pénétration constante pour effectuer les prélèvements nécessaires.</i>			
<i>iii) Les crèmes en vrac doivent être soigneusement mélangées avec une batte, mais sans les faire mousser, les fouetter ou les battre, avant le prélèvement de l'échantillon.</i>			
3.2 Beurre et beurres émulsionnés	beurre, beurre de sérum, pâte à tartiner à faible teneur en matière grasse contenant des graisses de beurre, beurre émulsionné anhydre, graisse de lait anhydre	unités entière ou parties d'unités emballées, ou unités prélevées avec un instrument d'échantillonnage	0,2 kg ou 0,2 l
3.3 Fromages, y compris fromages fondus	poids unitaire de 0,3 kg ou plus poids unitaire inférieur à 0,3 kg	unités telles qu'elles se présentent, ou unités découpées avec un instrument d'échantillonnage unités entières ou unités prélevées avec un instrument d'échantillonnage	0,5 kg 0,3 kg
<i>Note. Pour les fromages circulaires, prélever un morceau en faisant deux entailles à partir du centre du fromage. Pour les fromages rectangulaires, prélever un morceau en faisant deux entailles parallèles aux bords.</i>			
3.4 Produits liquides, congelés ou séchés à base d'oeufs		unités prélevées de manière aseptique avec un instrument d'échantillonnage	0,5 kg

Les produits sont classés selon le système du Codex Alimentarius ⁶
Voir tableau 1 pour déterminer le nombre d'échantillons primaires requis

Appendice I. DÉFINITIONS DES TERMES

Portion soumise à l'analyse

Quantité de produit représentative prélevée sur l'échantillon soumis à l'analyse, d'une taille suffisante pour mesurer la concentration de résidus.

Note. Un instrument d'échantillonnage peut être utilisé pour prélever la portion destinée à l'analyse.

Échantillon soumis à l'analyse

La quantité de produit prélevée à des fins d'analyse sur l'échantillon de laboratoire, par séparation de la portion du produit soumise à l'analyse^{5,6}, qui est ensuite mélangée, moulue, hachée finement, etc., en vue du prélèvement de portions soumises à l'analyse avec une erreur d'échantillonnage minimale.

Note. La préparation de l'échantillon soumis à l'analyse doit refléter la procédure utilisée pour l'établissement des LMR Codex et, par conséquent, la portion du produit à analyser peut comprendre des parties qui ne sont pas normalement consommées.

Échantillon en vrac

Pour les produits autres que la viande et la volaille, total combiné et soigneusement mélangé des échantillons primaires prélevés dans un lot. Pour la viande et la volaille, échantillon primaire considéré comme équivalant à l'échantillon en vrac.

Notes. a) Les échantillons primaires doivent fournir suffisamment de matière pour que tous les échantillons de laboratoire puissent être prélevés sur l'échantillon en vrac.

b) Lorsque des échantillons de laboratoire distincts sont préparés durant la collecte du (ou des) échantillon(s) primaire(s), l'échantillon en vrac est la somme théorique des échantillons de laboratoire au moment du prélèvement des échantillons dans le lot.

Échantillon de laboratoire

Echantillon envoyé au laboratoire ou reçu par lui. Quantité représentative de matière prélevée dans l'échantillon en vrac.

Notes: a) Un échantillon de laboratoire peut être la totalité ou une partie de l'échantillon en vrac.

b) Les unités ne doivent pas être découpées ni brisées pour produire le (ou les) échantillons de laboratoire, sauf dans les cas où la subdivision des unités est spécifiée au tableau 3.

c) Des doubles des échantillons de laboratoire peuvent être préparés.

Lot

Quantité identifiable de marchandises à usage alimentaire livrées en une seule fois, ayant - du moins à la connaissance de l'analyste - des caractéristiques uniformes, telles que même origine, même producteur, même variété, même emballer, même type de conditionnement, même marque, même expéditeur, etc. Un lot suspect est un lot qui, pour une raison quelconque, est soupçonné de contenir un résidu en quantité excessive. Un lot non suspect est un lot que l'on n'a pas de raison de soupçonner de contenir des résidus en quantités excessives.

Notes: a) Lorsqu'une livraison est composée de lots qui peuvent être identifiés comme provenant de cultivateurs différents, etc., chaque lot doit être considéré à part..

b) Une livraison peut comprendre un ou plusieurs lots.

c) Lorsque la taille ou les limites de chaque lot d'une expédition importante ne sont pas clairement fixées, chaque wagon, camion ou cargaison d'une série peut être considéré comme un lot distinct.

d) Un lot peut être mélangé par suite de procédés de calibrage ou de fabrication, par exemple.

Échantillon primaire

Une ou plusieurs unités prélevées en un seul endroit d'un lot.

Notes. a) L'endroit du lot où l'échantillon primaire est prélevé devrait être choisi, de préférence, de manière complètement aléatoire, mais, lorsque ceci est matériellement impossible, l'endroit devrait être choisi de manière aléatoire dans les parties accessibles du lot.

- b) *Le nombre d'unités requises pour constituer un échantillon primaire est déterminé par la taille minimale et le nombre des échantillons de laboratoire requis.*
- c) *Pour les produits d'origine végétale, les oeufs et les produits laitiers, où plus d'un échantillon primaire est prélevé sur un lot, chaque échantillon primaire devrait contribuer dans les mêmes proportions à l'échantillon en vrac.*
- d) *Les unités peuvent être réparties de manière aléatoire entre les échantillons de laboratoire identiques au moment du prélèvement de l'échantillon ou des échantillons primaires dans les cas où les unités sont de taille moyenne ou grande et où le mélange de l'échantillon en vrac ne permettrait pas d'obtenir des échantillons de laboratoire plus représentatifs, ou dans les cas où les unités (par exemple oeufs, fruits à chair tendre) pourraient être endommagées par le mélange.*
- e) *Lorsque les échantillons primaires sont prélevés à plusieurs reprises au cours du chargement ou du déchargement d'un lot, "l'endroit" du prélèvement est en fait un point dans le temps.*
- f) *Les unités ne doivent être ni découpées ni brisées pour obtenir le (ou les) échantillon(s) primaire(s) sauf si la subdivision des unités est spécifiée au Tableau 3.*

Échantillon

Une ou plusieurs unités sélectionnées dans une population d'unités, ou une portion de marchandise sélectionnée dans une quantité plus importante. Dans le cadre de ces recommandations, un échantillon représentatif devrait représenter le lot, l'échantillon en vrac, l'animal, etc, sur le plan de la teneur en résidus de pesticides et pas nécessairement par rapport à ses autres particularités.

Échantillonnage

Procédure utilisée pour prélever et constituer un échantillon.

Instrument d'échantillonnage

i) Instrument tel que cuillère, louche, sonde, couteau ou fourchette utilisé pour prélever une unité d'un produit en vrac ou de paquets (tels que tonneaux, gros fromages) ou animaux qui sont individuellement trop grands pour être utilisés comme échantillons primaires. ii) Petit instrument tel qu'une lime, utilisé pour préparer un échantillon de laboratoire à partir d'un échantillon en vrac, ou pour préparer une portion à partir d'un échantillon destiné à l'analyse.

Notes. a) Des instruments d'échantillonnage spécifiques sont décrits dans les normes ISO^{1, 2, 3} et IDF⁴.

b) Lorsque l'échantillon est composé de paille ou de feuilles en vrac, la main du fonctionnaire chargé de l'échantillonnage peut être considérée comme un instrument d'échantillonnage.

Fonctionnaire chargé de l'échantillonnage

Une personne formée aux procédures d'échantillonnage et, le cas échéant, autorisée à prélever des échantillons par les autorités compétentes.

Note. Le fonctionnaire chargé de l'échantillonnage est responsable de toutes les procédures jusqu'à et y compris la préparation, l'emballage et l'expédition du (ou des) échantillon(s) de laboratoire. Il doit avoir conscience que le respect le plus rigoureux des procédures d'échantillonnage spécifiées s'impose, il doit fournir une documentation complète pour les échantillons et il devrait collaborer étroitement avec le laboratoire.

Taille de l'échantillon

Nombre d'unités, ou quantité de produit, constituant l'échantillon.

Unité

La plus petite portion d'un lot qui doit être prélevée pour constituer la totalité ou une partie d'un échantillon primaire.

Note: Les unités se définissent comme suit, selon les produits:

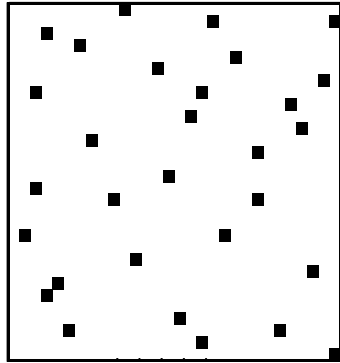
*a) **Fruits et légumes frais.** Chaque fruit, légume ou grappe naturelle de ceux-ci (raisin, par exemple) constitue une unité, sauf s'ils sont de petite taille. Les unités de petits produits qui sont emballées*

peuvent être identifiées comme à l'alinéa d) ci-dessous. Lorsqu'un instrument d'échantillonnage peut être utilisé sans endommager le produit, il peut servir à constituer des unités. Les fruits et légumes frais ne doivent être ni coupés ni brisés pour produire des unités.

- b) **Gros animaux ou parties ou organes de ceux-ci.** Une portion, ou la totalité, d'une partie ou d'un organe spécifié constitue une unité. Les parties ou organes peuvent être coupés pour former des unités.
- c) **Petits animaux ou parties ou organes de ceux-ci.** Chaque animal entier ou chaque partie ou organe complet peut constituer une unité. Si emballées, les unités peuvent être identifiées comme dans d) ci-dessous. Lorsqu'un instrument d'échantillonnage peut être utilisé sans affecter les résidus, il peut servir à constituer des unités.
- d) **Produits emballés.** Le conditionnement le plus petit doit être considéré comme une unité. Lorsque les plus petits conditionnements sont encore très volumineux, ils doivent être échantillonnés comme les produits en vrac (voir e) ci-dessous). Lorsque les plus petits conditionnements sont très petits, un lot de petits conditionnements peut constituer une unité.
- e) **Produits en vrac et gros conditionnements** (tels que tonneaux, fromages, etc.) qui sont individuellement trop volumineux pour constituer des échantillons primaires. On se sert alors d'un instrument d'échantillonnage pour constituer des unités.

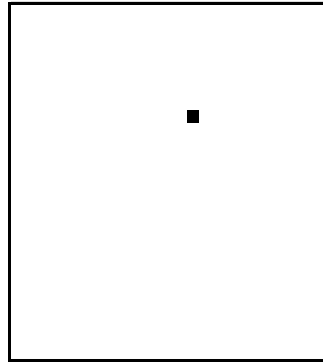
APPENDICE II.A REPRÉSENTATION SCHEMATIQUE DE L'ÉCHANTILLONNAGE: VIANDE ET CHAIR DE VOLAILLE

Lot et échantillons primaires de viande ou chair de volaille suspecte: échantillons primaires prélevés en un nombre égal d'endroits choisis au hasard (voir Tableaux 1, 2 et 3)

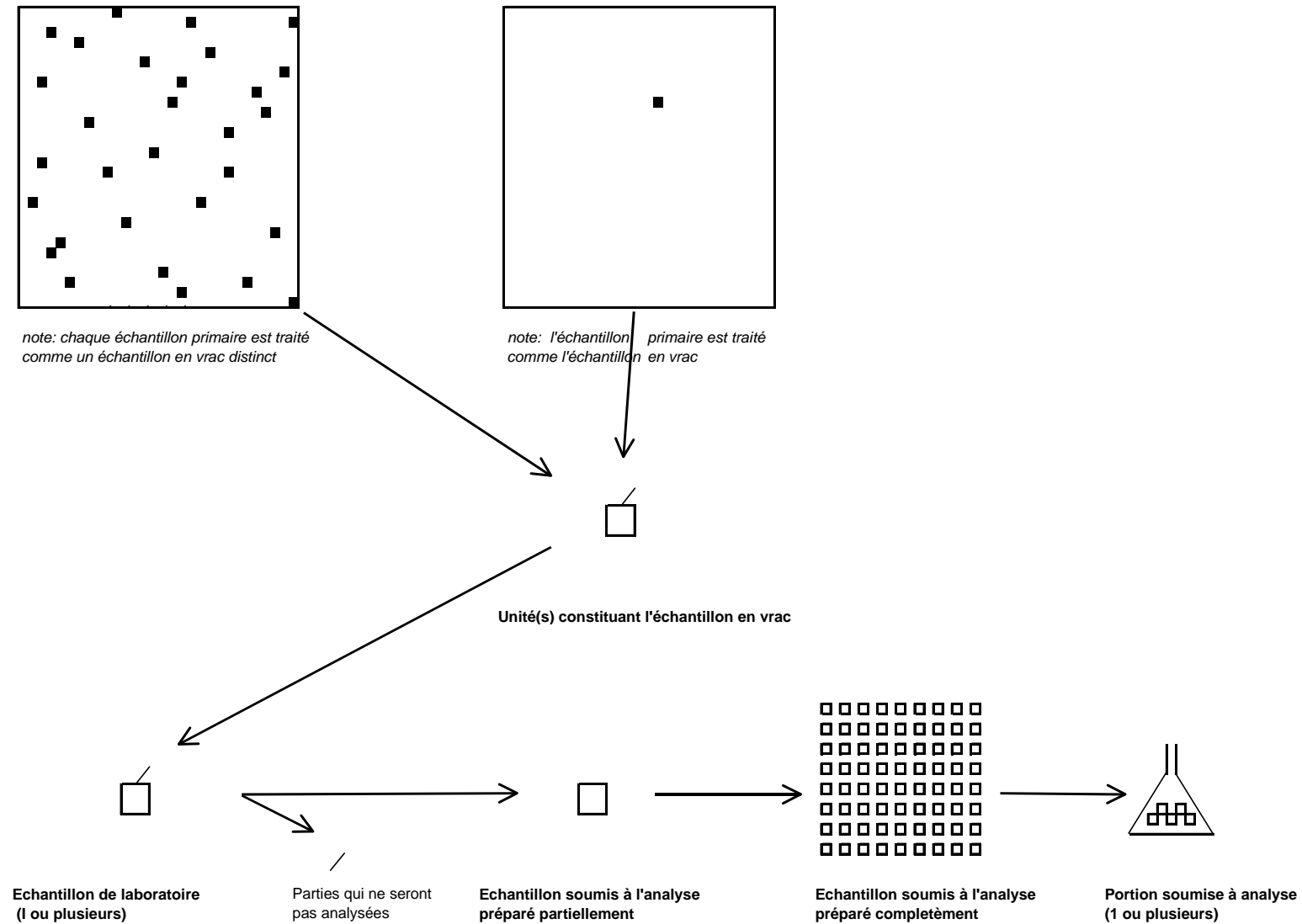


note: chaque échantillon primaire est traité comme un échantillon en vrac distinct

Lot et échantillons primaires de viande ou chair de volaille non suspecte: Un échantillon primaire prélevé en un point choisi au hasard (voir Tableaux 1 et 3)



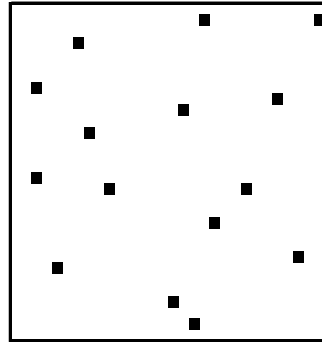
note: l'échantillon primaire est traité comme l'échantillon en vrac



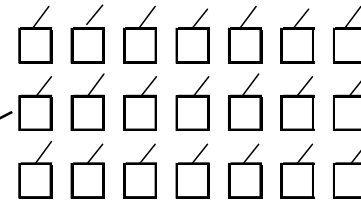
APPENDICE II.B REPRÉSENTATION SCHEMATIQUE DE L'ÉCHANTILLONNAGE: PRODUITS AUTRES QUE LA VIANDE ET LA VOLAILLE

Lot et échantillons primaires de tout autre produit

1, 3, 5, 10 ou 15 échantillons primaires prélevés en un nombre égal d'endroit choisis au hasard
(voir Tableaux 1, 4 et 5)

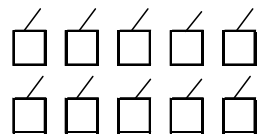


note: les échantillons primaires sont combinés pour constituer l'échantillon en vrac

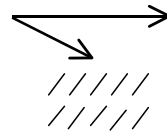


Unités constituant l'échantillon en vrac

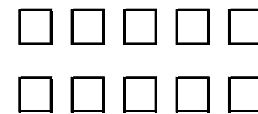
note: l'échantillon en vrac est la somme conceptuel des échantillons de laboratoires, si ceux-ci sont préparés directement du lot



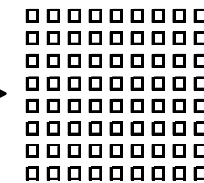
Echantillon de laboratoire
(1 ou plusieurs)



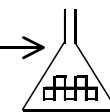
Parties qui ne seront pas analysées



Echantillon soumis à l'analyse préparé parallèlement



Echantillon soumis à l'analyse préparé complètement



Portion soumise à analyse
(1 ou plusieurs)

APPENDICE III. EXEMPLES

- Notes (i) Ces exemples sont donnés uniquement à titre d'illustration, ils ne font pas partie des recommandations.
- (ii) Les décisions en matière de dépassement des LMR doivent se fonder sur les données analytiques disponibles, mais les décisions en matière de mesures à prendre relèvent des autorités concernées.

Exemple A

Les hypothèses:

1. Un lot de 500 t de carcasses animales congelées, importées, dont 300 t portent l'étiquette du producteur A et 200 t celles du producteur B, doit être examiné pour déterminer l'éventuelle présence de résidus.
2. Les carcasses proviennent d'un exportateur dont les produits ont montré, lors des contrôles, la présence en quantité excessive de résidus de perméthrine (liposoluble) et de diflubenzuron (non liposoluble).
3. Les carcasses du lot A contiennent de la graisse qui peut être supprimée, mais non celle du lot B.
4. Le plan d'échantillonnage vise à assurer une probabilité de détection de 95%, si 10% des carcasses contiennent trop de résidus.
5. La loi n'exige pas la préparation de doubles des échantillons de laboratoire.
6. Les documents d'accompagnement sont présentés sur papier.
7. La loi nationale admet que les tissus graisseux soient fondus pour l'extraction des lipides.

Mesures et décisions qui s'imposent:

1. L'échantillonnage du lot se fait séparément pour les deux lots suspects A et B.
2. Le tableau 2 montre qu'il faut prélever 29 échantillons de laboratoire et que, par conséquent et dans la mesure du possible, il faut sélectionner au hasard 29 carcasses dans chaque lot.
3. On prélève de chaque carcasse sélectionnée dans le lot A un minimum de 0,5 kg de tissus graisseux adhérents comme échantillon de laboratoire (primaire) et de 0,5 kg de viande (os non compris) comme échantillon de laboratoire (primaire) séparé.
4. Les carcasses du lot B n'ont pas de graisse qui puisse s'éliminer et 29 échantillons de 2 kg de viande sont prélevés.
5. Après avoir prélevé les échantillons de laboratoire, on les place chacun dans un sac de polythène neuf, solidement étiqueté et scellé, et l'on complète le document d'accompagnement. Les échantillons sont envoyés au laboratoire en s'assurant qu'ils ne peuvent dégeler. Des copies des documents d'accompagnement sont remises au propriétaire du lot ou à la personne qui en a la garde. Ces copies sont envoyées avec les échantillons et le responsable de l'échantillonnage en conserve des exemplaires.
6. Les échantillons de laboratoire de tissus graisseux provenant du lot A sont fondus, les graisses récoltées et des parties aliquotes (portions d'analyse) sont soumises à analyses pour déterminer la présence de résidus de perméthrine. Les résultats sont exprimés en fonction de la graisse totale.
7. Les os, s'il y en a, sont éliminés des échantillons de laboratoire prélevés sur la viande et ceux-ci sont hachés avant la détermination des résidus de diflubenzuron dans les portions d'analyse. Les résultats sont exprimés sur la base du produit entier sans os.
8. Si les échantillons de viande provenant des deux lots contiennent du diflubenzuron en quantité ≤ 0.05 mg/kg et que tous les échantillons du lot A contiennent < 1 mg/kg de perméthrine, le lot B est acceptable et le lot A est acceptable sur le plan des résidus de diflubenzuron.
9. Si 3 des 29 échantillons de graisse du lot A contiennent une quantité de perméthrine > 1 mg/kg, il faudra analyser des doubles des portions d'analyse de graisse de ces 3 échantillons de laboratoire. Compte tenu des incertitudes de l'analyse, si les résultats confirment un dépassement de la LMR, les 3 carcasses ne sont pas conformes à la LMR, tandis que les 26 autres sont conformes à cette LMR.

10. Si la totalité du lot n'est pas rejetée sur la base de ce qui précède, des échantillons de laboratoire prélevés sur les tissus gras des carcasses restantes du lot A peuvent être prélevés pour analyses, afin de séparer les carcasses acceptables de celles qui ne le sont pas.

Exemple B

Les hypothèses:

1. Un lot de 60 t de pommes réparties dans 12 cartons (chacun contenant environ 100 pommes) doit être contrôlé pour déterminer la présence de résidus.
2. Tous les cartons sont pourvus du code du même producteur et sont datés.
3. La loi nationale exige des échantillons de laboratoire en trois exemplaires.
4. Le responsable de l'échantillonnage ne sait pas avec exactitude dans quelle mesure les fruits ont pu être mélangés durant l'emballage et le calibrage.
5. Les documents d'accompagnement sont présentés sur papier.
6. Un double de l'échantillon de laboratoire reste au laboratoire de surveillance jusqu'à ce que le laboratoire d'arbitrage le demande pour analyse.

Mesures et décisions qui s'imposent:

1. Le lot est échantillonné en tant que lot unique.
2. Dans la mesure du possible, 10 cartons sont choisis au hasard et 3 sacs de polythène neufs servent à la livraison d'échantillons de laboratoire.
3. Des pommes sont prélevées dans chaque carton (une ou deux par carton) et placées dans chacun des sacs, de manière qu'il y ait au moins 10 pommes dans chaque sac, pesant en tout 1 kg ou plus. Les sacs sont ensuite solidement étiquetés et scellés, et les documents d'accompagnement complétés y sont joints.
4. Deux des échantillons de laboratoire sont envoyés au laboratoire de surveillance et le troisième est remis au propriétaire du lot ou à la personne qui en a la garde.
5. Au laboratoire de surveillance, le premier échantillon est préparé et traité et une portion est soumise à analyse. Le deuxième échantillon de laboratoire est conservé sans être soumis à d'autres traitements.
6. Si les résultats confirment la présence d'iprodione dépassant la LMR de 10 mg/kg, on procédera à l'analyse d'un ou de plusieurs doubles des portions d'analyse.
7. Si les résultats indiquent que la LMR est dépassée, les autorités en avisent le propriétaire du lot ou la personne qui en a la garde (qui peut avoir recours à une analyse indépendante de l'échantillon de laboratoire concerné) et envoient l'échantillon de laboratoire scellé restant à un laboratoire de référence.
8. Compte tenu des incertitudes de l'analyse effectuée par les deux laboratoires, si les résultats obtenus par le laboratoire de référence montrent la présence de résidus d'iprodione en quantité de 10 mg/kg ou plus, on considère que la LMR est dépassée.

RÉFÉRENCES

1. **Organisation internationale de normalisation**, 1979. Norme internationale ISO 950: Céréales - Echantillonnage (sous forme de grains)
2. **Organisation internationale de normalisation**, 1979. Norme internationale ISO 951: Légumineuses en sacs - Echantillonnage
3. **Organisation internationale de normalisation**, 1980. Norme internationale ISO 1839: Thé - Echantillonnage
4. **Fédération internationale de laiterie**, 1995. Norme internationale FIL 50C: Lait et produits laitiers - Méthodes d'échantillonnage.
5. **Programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires**. Portion des produits à laquelle s'appliquent les limites maximales de résidus du Codex et qui est soumise à l'analyse (CAC/GL 41-1993).
6. **Programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires**. Classification Codex des produits destinés à l'alimentation humaine et animale (CAC/MISC 4-1993).