

### Méthode analytique

L'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en plomb, en cadmium, en mercure, en arsenic (tels qu'énumérées aux sections 3, 4 et 6 de l'annexe au Règlement (CE) n°1881/2006) est déterminée dans le Règlement (CE) n°333/2007 et le Règlement (CE) n°333/2007 modifié. Ces textes abrogent les directives 2001/22/CE, 2004/16/CE et 2005/10/CE.

Ainsi, ces Règlements fixent les modalités d'analyse des échantillons (préparation des échantillons, méthodes d'analyse, critères de performance et interprétation des résultats) des teneurs en plomb, en cadmium, en mercure et en arsenic.

En outre, des procédures spécifiques applicables au plomb, au cadmium, au mercure et à l'arsenic sont précisées.

De nombreuses procédures spécifiques de préparation des échantillons peuvent être utilisées de manière satisfaisante pour les produits considérés. Celles décrites dans la norme du CEN<sup>1</sup> « Produits alimentaires — dosage des éléments traces — critères de performance, généralités et préparation des échantillons » ont été jugées satisfaisantes<sup>2</sup>, mais d'autres peuvent également l'être.

Brièvement, de 0,2 à 0,6 g d'échantillons homogénéisés ont été pesés dans des matras en quartz dans lesquels ont été ajoutés 3 mL d'acide nitrique (67 % v/v) et 3 mL d'eau ultra-pure. Après une étape de prédigestion de 15 min, les échantillons ont été minéralisés dans un four à micro-ondes à cellules fermées selon un programme préalablement optimisé. Après refroidissement à température ambiante, les solutions ont été transférées quantitativement dans des tubes en polyéthylène de 50 mL dans lesquels ont été ajoutés 100 µL d'étalons internes (<sup>45</sup>Sc, <sup>89</sup>Y, <sup>113</sup>In, <sup>209</sup>Bi, <sup>185</sup>Re) destinés à contrôler la dérive instrumentale du spectromètre ainsi que les effets de matrice. La solution a alors été complétée avec de l'eau ultra-pure jusqu'au volume final avant analyse. Chaque échantillon a été analysé en double. L'analyse quantitative a été réalisée par étalonnage externe avec les étalons de <sup>75</sup>As, <sup>111</sup>Cd, <sup>202</sup>Hg, <sup>206</sup>Pb, <sup>207</sup>Pb et <sup>208</sup>Pb.

De façon générale, les méthodes d'analyse utilisées pour le contrôle des denrées alimentaires doivent satisfaire aux dispositions des points 1 et 2 de l'annexe III du Règlement (CE) n°882/2004. Ils comprennent une étape d'extraction (facultative), d'hydrolyse de la matrice et d'analyse par spectrométrie atomique. Si aucune méthode spécifique n'est recommandée au niveau communautaire pour la détermination des teneurs en contaminants dans les denrées alimentaires, les laboratoires accrédités selon les termes du Règlement (CE) n°882/2004, sont libres d'appliquer la méthode d'analyse validée de leur choix (dans la mesure du possible, la validation inclut un matériau de référence certifié).

En termes d'interprétation, le lot ou le sous-lot est accepté si le résultat d'analyse de l'échantillon de laboratoire ne dépasse pas la teneur maximale applicable fixée par le Règlement (CE) n°1881/2006, compte tenu de l'incertitude de mesure élargie et de la correction du résultat au titre de la récupération lorsque la méthode d'analyse utilisée comporte une phase d'extraction.

---

<sup>1</sup> Comité Européen de Normalisation

<sup>2</sup> Norme EN 13804:2002: «Produits alimentaires — dosage des éléments traces — critères de performance, généralités et préparation des échantillons», CEN, Rue de Stassart 36, B-1050 Bruxelles

Le lot ou le sous-lot est refusé si le résultat d'analyse de l'échantillon de laboratoire dépasse sans conteste la teneur maximale applicable fixée par le Règlement (CE) n°1881/2006, compte tenu de l'incertitude de mesure élargie et de la correction du résultat au titre de la récupération lorsque la méthode d'analyse utilisée comporte une phase d'extraction.

**Tableau 1** : Critères de performance des méthodes d'analyse applicables au plomb, au cadmium, au mercure et à l'étain inorganique (d'après le Règlement (CE) n°333/2007)

Paramètre	Valeur/commentaire
Applicabilité	Denrées alimentaires figurant dans le Règlement (CE) n°1881/2006.
LoD	Pour l'étain inorganique, moins de 5 mg/kg. Pour les autres éléments, moins d'un dixième de la teneur maximale fixée dans le Règlement (CE) n°1881/2006, sauf si la teneur maximale en plomb est inférieure à 100 µg/kg. Dans ce dernier cas, moins d'un cinquième de la teneur maximale.
LoQ	Pour l'étain inorganique, moins de 10 mg/kg. Pour les autres éléments, moins d'un cinquième de la teneur maximale fixée dans le Règlement (CE) n°1881/2006, sauf si la teneur maximale en plomb est inférieure à 100 µg/kg. Dans ce dernier cas, moins de deux cinquièmes de la teneur maximale.
Récupération	Le résultat d'analyse peut être corrigé au titre de la récupération. Dans ce cas, le taux de récupération doit être mentionné. Le résultat peut également être enregistré non corrigé au titre de la récupération, s'il est établi, idéalement à l'aide d'un matériau de référence certifié, que la concentration certifiée tenant compte de l'incertitude de mesure est atteinte. Il y a lieu de mentionner que le résultat est indiqué non corrigé au titre de la récupération.
Spécificité	Absence d'interférences dues à la matrice ou spectrales.