

RÉSOLUTION N° RÉ-1/93-IV/05

DÉTECTION DES HYDROCARBURES AROMATIQUES POLYCYCLIQUES DANS LES HUILES D'OLIVE ET LES HUILES DE GRIGNONS D'OLIVE COMESTIBLES

LE CONSEIL OLÉICOLE INTERNATIONAL

Vu la recommandation formulée par le Comité de chimie oléicole et d'élaboration des normes à l'occasion de sa 6^e réunion, dans le cadre de la 85^e session du Conseil, dans l'attente de l'évaluation toxicologique des hydrocarbures aromatiques polycycliques par diverses instances internationales ;

Vu les dispositions prises par certains pays en matière de limites en hydrocarbures aromatiques polycycliques et de critères analytiques ;

Considérant la nécessité d'une mesure tendant au rétablissement de la confiance des consommateurs à l'égard de l'huile de grignons d'olive et de l'huile d'olive ;

Considérant la nécessité pour les opérateurs de disposer d'un moyen permettant le contrôle de la qualité des huiles de grignons d'olive faisant l'objet d'échanges internationaux, dans l'attente de la mise au point d'une méthode normalisée pour la détection des hydrocarbures polycycliques applicable aux huiles d'olive et aux huiles de grignons d'olive ;

Considérant la recommandation formulée par les chimistes réunis par le Conseil ;

DÉCIDE

De recommander aux Membres d'appliquer, pour les huiles d'olive et les huiles de grignons d'olive comestibles :

- la limite maximale de 2 µg/kg de teneur en benzo (a) pyrène déterminée conformément à la méthode ISO 15302 "Animal and vegetable fats and oils – Determination of benzo(a)pyrene – Reverse-phase high performance liquid chromatography method";

La méthode type à utiliser doit être suffisamment validée et répondre aux critères suivants :

Type 1

- Système de purification par élution des échantillons dissous dans un solvant approprié, à travers une phase solide.
- Concentration de l'extrait pour son analyse.
- Analyse de l'extrait par chromatographie liquide à haute performance (HPLC) à polarité de phase inversée, avec détecteur de fluorescence, de préférence réglable dans les longueurs des ondes d'excitation et d'émission.
- Confirmation, le cas échéant, au moyen d'une méthode alternative suffisamment validée.^(*)

Type 2

- Saponification de l'huile et extraction du résidu éventuel avec de l'hexane ou un autre solvant adapté.
- Concentration de l'extrait et redissolution dans l'acétonitrile.
- Analyse de l'extrait par chromatographie liquide à haute performance (HPLC) à polarité de phase inversée, avec détecteur de fluorescence, de préférence réglable dans les longueurs des ondes d'excitation et d'émission.
- Confirmation, le cas échéant, au moyen d'une méthode alternative suffisamment validée.^(*)

Madrid (Espagne), le 18 novembre 2005 .

^(*) Conformément aux paramètres du document annexé « Method of analysis to be used by the laboratory and laboratory control requirements ».

METHODE D'ANALYSE A UTILISER PAR LE LABORATOIRE ET MODALITES DE CONTROLE DU LABORATOIRE

1. Définitions

Un certain nombre des définitions les plus communément utilisées à appliquer par le laboratoire sont les suivantes :

- $r =$ répétabilité : valeur en dessous de laquelle on peut s'attendre à ce que la différence absolue entre les résultats de deux tests individuels, obtenus dans des conditions de répétabilité (c'est-à-dire même échantillon, même opérateur, même appareillage, même laboratoire et court intervalle de temps), se situe dans une limite donnée de probabilité (en principe 95%) ; d'où $r = 2,8 \times s_r$.
- $s_r =$ écart-type, calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de répétabilité.
- $RSD_r =$ écart-type relatif, calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de répétabilité $[(s_r/x) \times 100]$.
- $R =$ reproductibilité : valeur en dessous de laquelle on peut s'attendre à ce que la différence absolue entre les résultats de tests individuels, obtenus dans des conditions de reproductibilité (c'est-à-dire pour un produit identique, obtenu par les opérateurs dans différents laboratoires utilisant la méthode de test normalisée), se situe dans une certaine limite de probabilité (en principe 95%) ;
 $R = 2,8 \times S_R$.
- $S_R =$ écart type, calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de reproductibilité.
- $RSD_R =$ écart-type relatif, calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de reproductibilité $[(s_r/x) \times 100]$, où x représente la moyenne des résultats pour tous les laboratoires et échantillons.

$HORRAT_r$ = le RSD_r observé divisé par la valeur du RSD_r estimée à partir de l'équation de Horwitz (1) en postulant que $r = 0,66R$.

$HORRAT_R$ = la valeur observée du RSD_R divisée par la valeur du RSD_R calculée à partir de l'équation de Horwitz.

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

2. Exigences spécifiques

Pour autant qu'aucune méthode spécifique ne soit prescrite au niveau du COI pour la détermination des teneurs en benzo(a)pyrène des huiles d'olive, les laboratoires sont libres d'appliquer n'importe quelle méthode validée, à condition qu'elle réponde aux critères de performance qui figurent dans le Tableau. La validation devrait de préférence inclure un matériel de référence certifié.

TABLEAU

Critères de performance des méthodes d'analyse relatives au benzo(a)pyrène

Paramètre	Valeur/commentaire
Limite de détection	Pas plus de 0,3 µg/kg
Limite de quantification	Pas plus de 0,9 µg/kg
Fidélité	Valeurs $HORRAT_r$ ou $HORRAT_R$ inférieures à 1,5 lors de l'essai collectif de validation
Récupération	5%-120%
Spécificité	Pas d'interférences dues à la matrice ou spectrales, vérification de la détection positive

2.1. Critères de performance – Approche de la fonction d'incertitude

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

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

Où:

U_f est l'incertitude normalisée maximale,

LOD est la limite de détection de la méthode,

C est la concentration présentant un intérêt.

Si une méthode d'analyse aboutit à des résultats présentant des mesures d'incertitude inférieures à l'incertitude normalisée maximale, la méthode sera aussi valable qu'une méthode satisfaisant aux critères de performance donnés dans le tableau.

3. Calcul du taux de récupération et enregistrement des résultats

Le résultat d'analyse est enregistré sous forme corrigée ou non au titre de la récupération. Le mode d'enregistrement et le taux de récupération doivent être mentionnés. Le résultat d'analyse corrigé au titre de la récupération sert à vérifier le respect de la teneur maximale.

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

4. Normes de qualité applicables aux laboratoires

Contrôle de l'aptitude

Participation à des programmes de contrôle de l'aptitude conformes à l'« International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories » (2) élaboré sous l'égide de l'IUPAC/ISO/AOAC.

Contrôle interne de la qualité

Les laboratoires doivent pouvoir démontrer qu'ils appliquent des procédures de contrôle interne de la qualité. Il peut s'agir, par exemple, des « ISO/AOAC/IUPAC Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories » (3).