

**SERVICE PUBLIC FEDERAL SANTE PUBLIQUE,  
SECURITE DE LA CHAINE ALIMENTAIRE  
ET ENVIRONNEMENT**

F. 2003 — 1015

[C — 2003/22230]

**27 FEVRIER 2003. — Arrêté royal portant fixation de la manière de prélever les échantillons pour le contrôle officiel des teneurs maximales en mycotoxines dans certaines denrées alimentaires**

ALBERT II, Roi des Belges,  
A tous, présents et à venir, Salut.

Vu la loi du 4 février 2000 relative à la création de l'Agence fédérale pour la Sécurité de la Chaîne alimentaire, notamment l'article 5;

Vu l'arrêté royal du 22 février 2001 organisant les contrôles effectués par l'Agence fédérale pour la Sécurité de la Chaîne alimentaire et modifiant diverses dispositions légales, notamment l'article 3, § 5;

Vu l'arrêté ministériel du 5 février 2001 portant fixation de la manière de prélever les échantillons pour le contrôle officiel des teneurs maximales en mycotoxines dans certaines denrées alimentaires;

Vu le Règlement (CE) n° 466/2001 de la Commission du 8 mars 2001 portant fixation de teneurs maximales pour certains contaminants dans les denrées alimentaires, tel que modifié par les règlements (CE) N° 257/2002 de la Commission du 12 février 2002 et 472/2002 de la Commission du 12 mars 2002;

Vu la directive 2002/26/CE de la Commission du 13 mars 2002 portant fixation des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en ochratoxine A des denrées alimentaires;

Vu la directive 98/53/CE de la Commission du 16 juillet 1998 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, telle que modifiée par la directive 2002/27/CE de la Commission du 13 mars 2002;

Vu la décision 2002/679/CE de la Commission du 22 août 2002 modifiant la décision 2002/80/CE imposant des conditions particulières à l'importation de figues, de noisettes et de pistaches et de certains produits dérivés originaires ou en provenance de Turquie;

Vu l'avis du comité scientifique de l'Agence fédérale pour la Sécurité de la Chaîne alimentaire, donné le 23 décembre 2002;

Vu les lois sur le Conseil d'Etat, coordonnées le 12 janvier 1973, notamment l'article 3, § 1<sup>er</sup> et 84, alinéa 1<sup>er</sup>, 1<sup>o</sup>, remplacé par la loi du 4 juillet 1989 et modifié par la loi du 4 août 1996;

Vu l'urgence motivée par la nécessité de se conformer au délai prescrit par les directives 2002/26/CE et 98/53/CE susmentionnées, à savoir le 28 février 2003,

Sur la proposition de Notre Ministre de la Santé publique,

Nous avons arrêté et arrêtons :

**Article 1<sup>er</sup>.** § 1<sup>er</sup>. Lors de l'échantillonnage en vue du contrôle officiel des teneurs maximales en aflatoxines fixées par le règlement (CE) n° 466/2001 cité ci-dessus, les dispositions du chapitre II de l'annexe du présent arrêté doivent être prises en considération.

Lors de l'échantillonnage en vue du contrôle officiel des teneurs maximales en ochratoxine A fixées par le règlement (CE) n° 466/2001 cité ci-dessus, les dispositions du chapitre II de l'annexe du présent arrêté doivent être prises en considération.

Les échantillons globaux ainsi obtenus sont considérés comme étant représentatifs des lots ou sous-lots concernés.

§ 2. Un mode de prélèvement différent de celui décrit au § 1<sup>er</sup> pour les aflatoxines peut être appliqué pour les fruits à coque autres que les arachides, les pistaches, les noix du Brésil et les noisettes, et pour les fruits séchés autres que les figues séchées, à condition que l'échantillonnage soit aussi représentatif que possible et que le mode de prélèvement soit décrit dans le procès-verbal.

**FEDERALE OVERHEIDSDIENST VOLKSGEZONDHEID,  
VEILIGHEID VAN DE VOEDSELKETEN  
EN LEEFMILIEU**

N. 2003 — 1015

[2003/22230]

**27 FEBRUARI 2003. — Koninklijk besluit tot vaststelling van de wijze van het nemen van monsters voor de officiële controle op de maximumgehalten aan mycotoxines in bepaalde voedingsmiddelen**

ALBERT II, Koning der Belgen,  
Aan allen die nu zijn en hierna wezen zullen, Onze Groet.

Gelet op de wet van 4 februari 2000 houdende oprichting van het Federaal Agentschap voor de Veiligheid van de Voedselketen, inzonderheid artikel 5;

Gelet op het koninklijk besluit van 22 februari 2001 houdende organisatie van de controles die worden verricht door het Federaal Agentschap voor de Veiligheid van de Voedselketen en tot wijziging van diverse wettelijke bepalingen, in het bijzonder artikel 3, § 5;

Gelet op het ministerieel besluit van 5 februari 2001 tot vaststelling van de wijze van het nemen van monsters voor de officiële controle op de maximumgehalten aan mycotoxines in bepaalde voedingsmiddelen;

Gelet op de Verordening (EG) nr. 466/2001 van de Commissie van 8 maart 2001 tot vaststelling van maximumgehalten aan bepaalde verontreinigingen in levensmiddelen, zoals gewijzigd bij de Verordeningen (EG) Nr. 257/2002 van de Commissie van 12 februari 2002 en 472/2002 van de Commissie van 12 maart 2002;

Gelet op de Richtlijn 2002/26/EG van de Commissie van 13 maart 2002 tot vaststelling van bemonsteringswijzen en analysemethoden voor de officiële controle op de gehalten aan ochratoxine A in levensmiddelen;

Gelet op de Richtlijn 98/53/EG van de Commissie van 16 juli 1998 tot vaststelling van bemonsteringswijzen en analysemethoden voor de officiële controle op de maximumgehalten aan bepaalde verontreinigingen in levensmiddelen, zoals gewijzigd door de richtlijn 2002/27/EG van de Commissie van 13 maart 2002;

Gelet op Beschikking 2002/679/EG van de Commissie van 22 augustus 2002 tot wijziging van Beschikking 2002/80/EG tot vaststelling van bijzondere voorwaarden voor de invoer van vijgen, hazelnoten, pistachenoten en bepaalde daarvan afgeleide producten van oorsprong uit of verzonden uit Turkije;

Gelet op het advies van het wetenschappelijk comité van het Federaal Agentschap voor de Veiligheid van de Voedselketen, gegeven op 23 december 2002;

Gelet op de wetten op de Raad van State, gecoördineerd op 12 januari 1973, inzonderheid op artikel 3, § 1, en 84, eerste lid, 1<sup>o</sup>, vervangen door de wet van 4 juli 1989 en gewijzigd door de wet van 4 augustus 1996;

Gelet op de dringende noodzakelijkheid gemotiveerd door de verplichting om zich binnen de door de bovenvermelde Richtlijnen 2002/26/EG en 98/53/EG, voorgeschreven termijn te schikken, met name de 28 februari 2003,

Op de voordracht van Onze Minister van Volksgezondheid,

Hebben Wij besloten en besluiten Wij :

**Artikel 1.** § 1. Bij de monsterneming met het oog op de officiële controle van de naleving van de maximale gehalten aan aflatoxines bepaald in Verordening (EG) nr. 466/2001 bedoeld in de aanhef, moeten de bepalingen van hoofdstuk I van de bijlage van dit besluit in acht genomen worden.

Bij de monsterneming met het oog op de officiële controle van de naleving van de maximale gehalten aan ochratoxine A bepaald in de hierbovenvermelde Verordening (EG) nr. 466/2001, moeten de bepalingen van hoofdstuk II van de bijlage van dit besluit in acht genomen worden.

De op die manier verkregen verzamelmonsters worden geacht representatief te zijn voor de betrokken partijen of subpartijen.

§ 2. Een andere bemonsteringswijze dan deze in § 1 vermeld voor aflatoxines, mag worden toegepast voor andere noten dan aardnoten, pistaches, paranoten (Brazielnoten), hazelnoten en voor gedroogde vruchten andere dan gedroogde vijgen, mits die zo representatief mogelijk is en nauwkeurig wordt beschreven in het proces-verbaal.

§ 3. Dans les cas où il n'est pas possible d'appliquer les modes de prélèvement mentionnés au § 1<sup>er</sup> 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 de prélèvement soit décrit dans le procès-verbal.

Dans le cas des emballages sous vide, 25 % du nombre d'échantillons élémentaires prévu dans l'annexe sont par exemple prélevés sans modifier pour autant le poids de l'échantillon global. Le poids de l'échantillon élémentaire sera, dans ce cas, quatre fois plus élevé.

§ 4. L'échantillonnage des denrées alimentaires dans le commerce de détail devra, dans la mesure du possible, être effectué conformément à la méthode décrite dans le présent arrêté; en cas d'impossibilité, d'autres modes d'échantillonnage efficaces peuvent être utilisés, à condition qu'ils garantissent une représentativité suffisante du lot échantillonné. L'échantillon global pèsera au moins 1 kg.

**Art. 2.** Dans le cas du contrôle officiel des aflatoxines dans les noix, les fruits séchés, les céréales et les épices, l'échantillon pour la contre-analyse doit être prélevé au laboratoire sur l'échantillon complètement homogénéisé et être tenu à la disposition de la personne pénalement responsable.

Dans les autres cas, l'échantillon de laboratoire pour la contre-analyse peut être obtenu, soit au laboratoire à partir de l'échantillon complètement homogénéisé, soit en prélevant sur le lieu d'échantillonnage des échantillons élémentaires dont le poids atteint le double de la normale et en divisant immédiatement chaque échantillon élémentaire en deux parties égales dont l'une est destinée à l'échantillon de laboratoire pour la première analyse et l'autre à l'échantillon de laboratoire pour la contre-analyse.

**Art. 3.** L'arrêté ministériel du 5 février 2001 portant fixation de la manière de prélever les échantillons pour le contrôle officiel des teneurs maximales en mycotoxines dans certaines denrées alimentaires est abrogé.

**Art. 4.** Le présent arrêté produit ses effets le 28 février 2003.

**Art. 5.** Notre Ministre de la Santé Publique est chargé de l'exécution du présent arrêté.

Donné à Bruxelles, le 27 février 2003.

ALBERT

Par le Roi :

Le Ministre de la Protection de la Consommation,  
de la Santé publique et de l'Environnement,  
J. TAVERNIER

§ 3. Indien de in § 1 vermelde bemonsteringswijze niet kan worden toegepast zonder aanzienlijke economische schade toe te brengen (bij voorbeeld wegens de vorm van de verpakking of de aard van de vervoermiddelen), kan een alternatieve bemonsteringswijze worden toegepast mits die zo representatief mogelijk is en nauwkeurig wordt beschreven in het proces-verbaal.

In het geval van vacuümverpakkingen wordt bij voorbeeld 25 % van het aantal grepen voorzien in de bijlage, genomen, zonder dat hierdoor het gewicht van het verzamelmonster mag worden gewijzigd. Een greep heeft in zulke situatie bijgevolg een viermaal hoger gewicht.

§ 4. De bemonstering van voedingsmiddelen in de kleinhandel moet waar mogelijk worden verricht overeenkomstig de in dit besluit beschreven methode, maar waar dit niet mogelijk is, kunnen andere effectieve bemonsteringswijzen worden toegepast, mits zij een voldoende representativiteit voor de bemonsterde partij garanderen. Het verzamelmonster dient minimum 1 kg te wegen.

**Art. 2.** Bij de officiële controle van aflatoxines in noten, gedroogde vruchten, granen en specerijen moet het monster voor tegenontleding worden genomen uit het volledig gehomogeniseerde monster in het laboratorium en ter beschikking gehouden van de strafrechtelijk verantwoordelijke persoon.

In andere gevallen kan het laboratoriummonster voor tegenontleding bekomen worden ofwel uit het volledig gehomogeniseerde monster in het laboratorium ofwel door op de plaats van monsternamen de grepen dubbel zo groot te nemen en elke greep onmiddellijk in twee gelijke delen te splitsen, waarbij één deel bestemd is voor het laboratoriummonster voor eerste analyse, en het tweede deel voor het laboratoriummonster voor tegenontleding.

**Art. 3.** Het ministerieel besluit van 5 februari 2001 tot vaststelling van de wijze van het nemen van monsters voor de officiële controle op de maximumgehalten aan mycotoxines in bepaalde voedingsmiddelen wordt opgeheven.

**Art. 4.** Dit besluit heeft uitwerking met ingang van 28 februari 2003.

**Art. 5.** Onze Minister van Volksgezondheid is belast met de uitvoering van dit besluit.

Gegeven te Brussel, 27 februari 2003.

ALBERT

Van Koningswege :

De Minister van Consumentenzaken,  
Volksgezondheid en Leefmilieu,  
J. TAVERNIER

#### Annexe

#### CHAPITRE I<sup>er</sup>. — Modes de prélèvement des échantillons pour le contrôle officiel des teneurs en aflatoxines de certaines denrées alimentaires

##### 1. Arachides, fruits à coque, fruits séchés, céréales, épices

###### 1° 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.

###### 2° Subdivision des lots en sous-lots en fonction du produit et du poids du lot

Un lot est une quantité de denrée alimentaire identifiable, livrée en une fois, dont il est établi par le fonctionnaire responsable qu'elle présente des caractéristiques communes telles que l'origine, la variété, le type d'emballage, l'emballer, l'expéditeur ou le marquage. Un sous-lot est une partie d'un grand lot afin d'appliquer le mode de prélèvement à cette partie désignée. Chaque sous-lot doit être physiquement séparé et identifiable.

A condition que les sous-lots puissent être physiquement séparés, chaque lot doit être subdivisé en sous-lot suivant le tableau 1. Chaque sous-lot doit faire l'objet d'un échantillonnage séparé et est évalué séparément.

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 des sous-lots	Nombre d'échantillons élémentaires (voir aussi point 3°)	Poids de l'échantillon global (en kg)
Figues séchées et autres fruits séchés	≥15	15-30 tonnes	100	30
	<15	-	10-100	≥30
Arachides, pistaches, noix du Brésil et autres fruits à coque	≥500	Environ 100 tonnes	100	30
	≥125 et <500	5 sous-lots	100	30
	≥15 et <125	environ 25 tonnes	100	30
	<15	-	10-100	≥30
Céréales	≥1500	Environ 500 tonnes	100	30
	≥300 et <1500	3 sous-lots	100	30
	≥50 et <300	environ 100 tonnes	100	30
	<50	-	10-100	1-10
Epices	≥15	Environ 25 tonnes	100	10
	<15	-	10-100	1-10

## 3° Echantillons élémentaires

Dans la mesure du possible, prélever ceux-ci en divers points du lot ou sous-lot. Toute dérogation à cette règle doit être notée.

Le poids de l'échantillon élémentaire est d'environ 300 grammes, à l'exception de 100 grammes pour les lots de céréales de moins de 50 tonnes et pour les épices.

Dans le cas des lots se présentant dans des emballages de détail, le poids de l'échantillon élémentaire dépend de la dimension de l'emballage de détail.

Le nombre d'échantillons élémentaires dépend du poids du (sous-)lot, selon le tableau 2. Toute dérogation à ce tableau doit être notée.

Tableau 2. - Nombre d'échantillons élémentaires selon le poids du (sous-)lot

Poids du lot (en tonnes)	Nombre d'échantillons élémentaires
<b>Arachides, fruits à coque, fruits séchés,</b>	
≤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	100
<b>Céréales</b>	
≤1	10
>1 - ≤3	20
>3 - ≤10	40
>10 - ≤20	60
>20	100

## 4° Préparation de l'échantillon global et des sous-échantillons

L'échantillon global est obtenu par le mélange grossier des échantillons élémentaires. Après ce mélange, l'échantillon global doit être divisé en trois sous-échantillons égaux.

Le mélange est nécessaire afin de garantir que chaque sous-échantillon contienne des portions du lot ou sous-lot entier.

Cette division en trois sous-échantillons n'est pas nécessaire en cas d'arachides, de fruits à coque et de fruits séchés destinés à être soumis à un traitement de triage ou à d'autres traitements physiques et en cas 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 d'épices, l'échantillon global n'est pas divisé en sous-échantillons.

## 5° Préparation des échantillons identiques

Chaque sous-échantillon doit être finement broyé séparément et soigneusement mélangé afin de garantir une homogénéisation complète.

Des échantillons identiques doivent être prélevés, à des fins de contrôle et de droit de recours, sur l'échantillon homogénéisé (après le broyage et mélange au laboratoire).

## 2. Lait

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.

- Nombre d'échantillons élémentaires : au minimum 5.

- Poids de l'échantillon global : au minimum 0,5 kg ou litre.

Pas de division en sous-échantillons.

## 3. Produits dérivés et denrées alimentaires composés de plusieurs ingrédients

## 1° Produits laitiers

Mode de prélèvement à effectuer conformément à l'arrêté ministériel du 17 mai 1991 fixant les modalités de prélèvement d'échantillons de conserves de lait en vue de l'analyse chimique.

Nombre d'échantillons élémentaires : au minimum 5.

Pas de division en sous-échantillons.

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

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)

La division des grands lots en sous-lots doit être faite comme il est indiqué dans le tableau 1 pour les céréales. Chaque sous-lot doit faire l'objet d'un échantillonnage séparé et est évalué séparément.

Le poids d'un 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. Dans la mesure du possible, prélever ceux-ci en divers points du lot ou sous-lot. Toute dérogation à cette règle doit être notée.

Nombre d'échantillons élémentaires : voir tableau 2 pour les céréales.

Poids de l'échantillon global : 1 à 10 kg.

Pas de division en sous-échantillons.

3° Autres produits présentant des particules relativement grossières (distribution hétérogène de la contamination par les aflatoxines)

Mode de prélèvement conformément aux dispositions de point 1 (produits agricoles non transformés).

CHAPITRE II. — Modes de prélèvement des échantillons  
pour le contrôle officiel des teneurs en ochratoxine A de certaines denrées alimentaires

La méthode telle que décrite pour les aflatoxines dans la présente annexe, Chapitre 1<sup>er</sup>, doit être appliquée à l'exception des dispositions suivantes.

Un échantillon élémentaire pèse environ 100 grammes. Dans le cas des lots se présentant dans des emballages de détail, le poids de l'échantillon élémentaire dépend du poids de l'emballage de détail.

En conséquence, la subdivision en sous-lots, le nombre d'échantillons élémentaires et les dimensions de l'échantillon global sont présentés de manière synoptique dans le tableau du présent chapitre.

Aucune subdivision en sous-échantillons n'est effectuée.

En ce qui concerne l'échantillon pour la contre-analyse, les deux options prévues par l'article 2 sont possibles.

Tableau - 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 (en kg)
Céréales et produits céréaliers	=1500	Environ 500 tonnes	100	10
	=300 en <1500	3 sous-lots	100	10
	=50 en <300	environ 100 tonnes	100	10
	<50	-	10-100	1-10
Raisins séchés (raisins de Corinthe, raisins secs et sultanes)	=15	15-30 tonnes	100	10
	<15	-	10-100	1-10

Vu pour être annexé à Notre arrêté du 27 février 2003 portant fixation de la manière de prélever les échantillons pour le contrôle officiel des teneurs maximales en mycotoxines dans certaines denrées alimentaires

ALBERT

Par le Roi :

Le Ministre de la Protection de la Consommation, de la Santé publique et de l'Environnement,  
J. TAVERNIER

## Bijlage

HOOFDSTUK I. — *Wijzen van bemonstering voor de officiële controle op de aflatoxinegehalten van bepaalde voedingsmiddelen*

## 1. Noten, gedroogde vruchten, granen, specerijen

## 1° Voorzorgsmaatregelen

Bij de bemonstering en de bereiding van de laboratoriummonsters alsook bij vervoer en opslag moet worden voorkomen dat zich veranderingen voordoen waardoor het aflatoxinegehalte kan veranderen en de analyses of de representativiteit van het verzamelmonster kunnen worden beïnvloed.

## 2° Verdeling van partijen in subpartijen naar gelang van het product en het gewicht van de partij

Een partij is een identificeerbare hoeveelheid levensmiddelen die in één zending is geleverd en waarbij de verantwoordelijke ambtenaar gemeenschappelijke kenmerken heeft geconstateerd, zoals herkomst, soort, type verpakking, verpakker, verzender of aangebrachte vermeldingen of stempels. Een subpartij is een deel van een grote partij die voor bemonsteringsdoeleinden van die partij is afgescheiden; elke subpartij moet fysiek gescheiden en identificeerbaar zijn.

Als de subpartijen fysiek van elkaar kunnen gescheiden worden, wordt elke partij in subpartijen verdeeld volgens tabel 1. Elke subpartij wordt afzonderlijk bemonsterd en beoordeeld.

Tabel 1. - Verdeling van partijen in subpartijen naar gelang van het product en het gewicht van de partij

Product	Gewicht van de partij (in ton)	Gewicht van de subpartijen of aantal subpartijen	Aantal grepen (zie ook punt 3°)	Verzamelmonster (in kg)
Gedroogde vijgen en andere gedroogde vruchten	≥15	15-30 ton	100	30
	<15	-	10-100	≥30
Aardnoten, pistaches, paranoten en andere noten	≥500	Ongeveer 100 ton	100	30
	≥125 et <500	5 subpartijen	100	30
	≥15 et <125	ongeveer 25 ton	100	30
	<15	-	10-100	≥30
Granen	≥1500	Ongeveer 500 ton	100	30
	≥300 et <1500	3 subpartijen	100	30
	≥50 et <300	ongeveer 100 ton	100	30
	<50	-	10-100	1-10
Specerijen	≥15	Ongeveer 25 ton	100	10
	<15		10-100	1-10

## 3° Grepen

De grepen worden zoveel mogelijk op verschillende plaatsen uit de partij of de subpartij genomen. Als hiervan wordt afgeweken, wordt dit genoteerd.

Een greep weegt ongeveer 300 gram, met uitzondering van 100 gram voor graanpartijen kleiner dan 50 ton en voor de specerijen. Bij partijen in kleinhandelsverpakkingen hangt het gewicht van de greep af van het gewicht van de kleinhandelsverpakking.

Het aantal grepen hangt af van het gewicht van de partij, met een minimum van tien en een maximum van 100. Aan de hand van tabel 2 kan worden bepaald hoeveel grepen moeten worden genomen. Als hiervan wordt afgeweken, wordt dit genoteerd.

Tabel 2. - Aantal grepen naar gelang van het gewicht van de (sub)partij

Gewicht van de partij (in ton)	Aantal grepen
<b>Aardnoten, noten, gedroogde vruchten</b>	
≤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	100
<b>Granen</b>	
≤1	10
>1 - ≤3	20
>3 - ≤10	40
>10 - ≤20	60
>20	100



## 4° Bereiding van het verzamelmonster en de deelmonsters

Het verzamelmonster wordt verkregen door de grepen grof door elkaar te mengen. Na het mengen wordt het verzamelmonster in drie gelijke deelmonsters verdeeld voordat het wordt vermalen. Het mengen is nodig om te garanderen dat elk deelmonster delen van de volledige partij of subpartij bevat.

Het monster hoeft niet te worden verdeeld in deelmonsters als het bestaat uit aardnoten, noten of gedroogde vruchten die later worden gesorteerd of een andere fysische behandeling ondergaan en als de nodige apparatuur beschikbaar is om het ganse verzamelmonster te homogeniseren.

Verzamelmonsters van minder dan 10 kg hoeven ook niet in deelmonsters te worden verdeeld.

In het geval van specerijen wordt het verzamelmonster niet in deelmonsters onderverdeeld.

## 5° Bereiding van identieke monsters

Elk deelmonster moet afzonderlijk worden fijngemalen en grondig worden gemengd, zodat het product volledig homogeen wordt.

Het laboratoriummonster voor tegenontleding moet, net zoals het laboratoriummonster voor eerste ontleding, worden genomen uit het gehomogeniseerde deelmonster, dus na volledige homogenisatie door vermalen en menging in het laboratorium.

## 2. Melk

De bemonstering moet gebeuren overeenkomstig Beschikking 91/180/EEG van de Commissie van 14 februari 1991 tot vaststelling van analyse- en testmethoden voor rauwe en voor warmtebehandelde melk.

- Aantal grepen : ten minste vijf.

- Gewicht van het verzamelmonster : ten minste 0,5 kg of liter.

Geen opsplitsing in deelmonsters.

## 3. Afgeleide producten en samengestelde levensmiddelen

## 1° Zuivelproducten

De bemonstering moet gebeuren overeenkomstig het ministerieel besluit van 17 mei 1991 tot vaststelling van de modaliteiten van monsterneming van melkconserven voor chemische ontleding.

Aantal grepen : ten minste vijf.

Geen opsplitsing in deelmonsters.

Voor de overige zuivelproducten wordt een equivalente bemonstering toegepast.

2° Andere afgeleide producten met een zeer kleine deeltjesgrootte, zoals meel, vijgenpasta, aardnotenpasta (gelijkmatige verdeling van de aflatoxineverontreiniging)

Grote partijen moeten in subpartijen worden verdeeld zoals aangegeven voor de granen in tabel 1. Elke subpartij wordt afzonderlijk bemonsterd en beoordeeld.

De grepen worden zoveel mogelijk op verschillende plaatsen uit de partij of de subpartij genomen. Als hiervan wordt afgeweken, wordt dit genoteerd.

Een greep weegt ongeveer 100 gram. Bij partijen in kleinhandelsverpakkingen hangt het gewicht van de greep af van het gewicht van die verpakking.

Aantal grepen : zie het schema voor de granen in tabel 2.

Gewicht van het verzamelmonster : 1 tot 10 kg.

Geen opsplitsing in deelmonsters.

3° Andere producten met relatief grote deeltjes (ongelijkmatige verdeling van de aflatoxineverontreiniging)

Bemonstering overeenkomstig punt 1 (niet-verwerkte landbouwproducten).

HOOFDSTUK II. — *Wijzen van bemonstering voor de officiële controle  
op de gehalten aan ochratoxine A van bepaalde voedingsmiddelen*

De methode zoals beschreven voor aflatoxines in deze bijlage, Hoofdstuk 1 dient toegepast te worden met uitzondering van volgende bepalingen.

Een greep weegt ongeveer 100 gram. Bij partijen in kleinhandelsverpakkingen hangt het gewicht van de greep af van het gewicht van de kleinhandelsverpakking.

Als gevolg daarvan kan de opdeling in subpartijen, het aantal grepen en de grootte van het verzamelmonster overzichtelijk weergegeven worden in de tabel van dit hoofdstuk.

Er wordt geen verdeling in deelmonsters uitgevoerd.

Voor wat betreft het monster voor tegenontleding, zijn de twee opties uit artikel 2 mogelijk.

Tabel - Verdeling van partijen in subpartijen naar gelang van het product en het gewicht van de partij

Product	Gewicht van de partij (in ton)	Gewicht van de subpartijen of aantal subpartijen	Aantal grepen	Verzamelmonster (in kg)
Granen en graanproducten	=1500	Ongeveer 500 ton	100	10
	=300 en <1500	3 subpartijen	100	10
	=50 en <300	ongeveer 100 ton	100	10
	<50	-	10-100	1-10
Gedroogde druiven (krenten, rozijnen en sultana's)	=15	15-30 ton	100	10
	<15	-	10-100	1-10

Gezien om te worden gevoegd bij Ons besluit van 27 februari 2003 tot vaststelling van de wijze van het nemen van monsters voor de officiële controle op de maximum-gehalten aan mycotoxines in bepaalde voedingsmiddelen.

ALBERT

Van Koningswege :

De Minister van Consumentenzaken, Volksgezondheid en Leefmilieu,  
J. TAVERNIER

SERVICE PUBLIC FEDERAL SANTE PUBLIQUE,  
SECURITE DE LA CHAINE ALIMENTAIRE  
ET ENVIRONNEMENT

F. 2003 — 1016

[C — 2003/22225]

12 MARS 2003. — Arrêté royal fixant les modes de prélèvement des échantillons en vue du contrôle officiel des résidus de pesticides sur et dans les denrées alimentaires

ALBERT II, Roi des Belges,  
A tous, présents et à venir, Salut.

Vu la loi du 4 février 2000 relative à la création de l'Agence fédérale pour la Sécurité de la Chaîne alimentaire, notamment l'article 5;

Vu l'arrêté royal du 22 février 2001 organisant les contrôles effectués par l'Agence fédérale pour la Sécurité de la Chaîne alimentaire et modifiant diverses dispositions légales, notamment l'article 3, § 5;

Vu la directive 2002/63/CE de la Commission du 11 juillet 2002 fixant des méthodes communautaires de prélèvement d'échantillons pour le contrôle officiel des résidus de pesticides sur et dans les produits d'origine végétale et animale et abrogeant la directive 79/700/CEE;

Vu l'avis du comité scientifique de l'Agence fédérale pour la Sécurité de la Chaîne alimentaire, donné le 25 février 2003;

Vu les lois sur le Conseil d'Etat, coordonnées le 12 janvier 1973, notamment l'article 3, § 1<sup>er</sup> et 84, alinéa 1<sup>er</sup>, 1°, remplacé par la loi du 4 juillet 1989 et modifié par la loi du 4 août 1996;

Vu l'urgence;

Considérant que l'urgence se justifie par l'obligation de se conformer dans les délais prescrits à la directive 2002/63/CE;

Sur la proposition de Notre Ministre de la Santé publique,

Nous avons arrêté et arrêtons :

**Article 1<sup>er</sup>.** Le prélèvement d'échantillons de denrées alimentaires en vue du contrôle officiel du respect des teneurs maximales en résidus de pesticides est effectué conformément aux prescriptions énoncées à l'annexe du présent arrêté.

**Art. 2.** Toute dérogation aux modes d'échantillonnage décrits sera mentionnée dans le procès-verbal.

**Art. 3.** L'arrêté ministériel du 17 mai 1991 fixant les modalités de prélèvement d'échantillons de fruits et de légumes pour le contrôle des résidus de pesticides est abrogé.

**Art. 4.** Le présent arrêté entre en vigueur le jour de sa publication au *Moniteur belge*.

Donné à Bruxelles, le 12 mars 2003.

ALBERT

Par le Roi :

Le Ministre de la Protection de la consommation,  
de la Santé publique et de l'Environnement,

J. TAVERNIER

FEDERALE OVERHEIDSDIENST VOLKSGEZONDHEID,  
VEILIGHEID VAN DE VOEDSELKETEN  
EN LEEFMILIEU

N. 2003 — 1016

[C — 2003/22225]

12 MAART 2003. — Koninklijk besluit tot vaststelling van de bemonsteringsmethodes met het oog op de officiële controle op residuen van bestrijdingsmiddelen in en op voedingsmiddelen

ALBERT II, Koning der Belgen,  
Aan allen die nu zijn en hierna wezen zullen, Onze Groet.

Gelet op de wet van 4 februari 2000 houdende oprichting van het Federaal Agentschap voor de Veiligheid van de Voedselketen, inzonderheid artikel 5;

Gelet op het koninklijk besluit van 22 februari 2001 houdende organisatie van de controles die worden verricht door het Federaal Agentschap voor de Veiligheid van de Voedselketen en tot wijziging van diverse wettelijke bepalingen, in het bijzonder artikel 3, §5;

Gelet op de Richtlijn 2002/63/EG van de Commissie van 11 juli 2002 houdende vaststelling van communautaire bemonsteringsmethoden voor de officiële controle op residuen van bestrijdingsmiddelen in en op producten van plantaardige en van dierlijke oorsprong en tot intrekking van Richtlijn 79/700/EEG;

Gelet op het advies van het wetenschappelijk comité van het Federaal Agentschap voor de Veiligheid van de Voedselketen, gegeven op 25 februari 2003;

Gelet op de wetten op de Raad van State, gecoördineerd op 12 januari 1973, inzonderheid op artikel 3, § 1, en 84, eerste lid, 1°, vervangen bij de wet van 4 juli 1989 en gewijzigd bij de wet van 4 augustus 1996;

Gelet op de dringende noodzakelijkheid;

Overwegende dat de dringende noodzakelijkheid gemotiveerd is omwille van de verplichting zich binnen de voorgeschreven termijnen te schikken naar Richtlijnen 2002/63/EG;

Op de voordracht van Onze Minister van Volksgezondheid,

Hebben Wij besloten en besluiten Wij :

**Artikel 1.** Het nemen van monsters van voedingsmiddelen met het oog op de officiële controle van de naleving van de maximale gehalten aan residuen van bestrijdingsmiddelen gebeurt overeenkomstig de voorschriften opgenomen in de bijlage bij dit besluit.

**Art. 2.** Elke afwijking van de beschreven bemonsteringsmethoden moet worden vermeld in het proces-verbaal.

**Art. 3.** Het ministerieel besluit van 17 mei 1991 tot vaststelling van de modaliteiten van monsterneming van groenten en fruit voor de controle op residuen van bestrijdingsmiddelen, wordt opgeheven.

**Art. 4.** Dit besluit treedt in werking op de dag van publicatie in het Belgisch Staatsblad.

Gegeven te Brussel, 12 maart 2003.

ALBERT

Van Koningswege :

De Minister van Consumentenzaken,  
Volksgezondheid en Leefmilieu,

J. TAVERNIER

## Annexe

**MODES DE PRELÈVEMENT DES ECHANTILLONS DE DENREES  
ALIMENTAIRES EN VUE DU CONTROLE OFFICIEL DES TENEURS EN RESIDUS DE PESTICIDES**

**1. DEFINITIONS**Lot

Quantité de matière à usage alimentaire livrée en une seule fois et ayant des caractéristiques présumées uniformes telles que l'origine, le producteur, la variété, l'emballer, le type de conditionnement, la marque, l'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 pour lequel il n'y a pas de raison de penser qu'il contient des résidus en quantité excessive.

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

(b) *Une livraison peut comprendre un ou plusieurs lots.*

(c) *Lorsque la taille ou les limites de chaque lot d'une expédition 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 considéré homogène en conséquence des procédés de calibrage ou de fabrication subis, par exemple.*

Unité

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

Notes. Les unités se définissent comme suit.

(a) *Fruits et légumes frais : chaque fruit, légume ou grappe naturelle de ceux-ci (raisins par exemple) constitue une unité, sauf s'ils sont de petite taille. Lorsqu'un dispositif d'échantillonnage peut être utilisé sans endommager le matériel, il peut servir à constituer des unités. Les œufs, les fruits ou légumes frais ne peuvent 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 constituent 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 complets peuvent constituer une unité. Lorsqu'un dispositif d'échantillonnage peut être utilisé sans affecter les résidus, il peut servir à constituer des unités.*

(d) *Matériels emballés : le conditionnement individuel le plus petit doit être considéré comme une unité. Lorsque les plus petits conditionnements sont encore très volumineux, ils doivent être échantillonnés comme un matériel en vrac, comme sous (e) ci-dessous. Lorsque les plus petits conditionnements sont très petits, un lot de petits conditionnements peut constituer une unité.*

(e) *Matériels en vrac et gros conditionnements (tels que tonneaux, fromages, etc.) qui sont individuellement trop volumineux pour constituer des échantillons élémentaires : les unités sont constituées à l'aide d'un dispositif d'échantillonnage.*

Echantillon élémentaire

Une ou plusieurs unités prélevées en un seul endroit dans le lot.

Notes. (a) *L'endroit du lot où l'échantillon élémentaire est prélevé devrait être choisi de façon aléatoire; si cela n'est matériellement pas possible, l'endroit devrait être choisi de façon aléatoire dans les parties accessibles du lot.*

(b) *Le nombre d'unités requises pour constituer un échantillon élémentaire est déterminé par la taille minimale et le nombre des échantillons de laboratoire requis.*

(c) *Pour les produits d'origine végétale, les produits laitiers, les œufs et produits d'œufs, lorsque plusieurs échantillons élémentaires sont prélevés sur un lot, chacun de ceux-ci devrait contribuer dans la même proportion à l'échantillon global.*

(d) *Lorsque les échantillons élémentaires sont prélevés à intervalles au cours du chargement ou du déchargement d'un lot, « l'endroit » du prélèvement est en fait un point dans le temps.*

(e) *Les unités ne doivent être ni découpées ni brisées pour obtenir le ou les échantillon(s) élémentaire(s), sauf si la subdivision des unités est spécifiée au tableau 3.*

Echantillon global

Pour les produits autres que la viande et la volaille, ensemble combiné et soigneusement mélangé des échantillons élémentaires prélevés dans un lot. Pour la viande et la volaille, chaque échantillon élémentaire est considéré comme équivalant à un échantillon global distinct.

Echantillon de laboratoire

Echantillon envoyé au laboratoire ou reçu par ce dernier. Quantité représentative de matière prélevée dans l'échantillon global.

Echantillon à analyser

La matière préparée aux fins de l'analyse, à partir de l'échantillon de laboratoire, par séparation de la partie de la denrée alimentaire visée par les teneurs maximales autorisées pour les résidus, puis mélangée, broyée, hachée menu, etc. pour prélever des portions analytiques avec le minimum d'erreurs d'échantillonnage.

Portion analytique

Une quantité représentative du matériel prélevé sur l'échantillon à analyser, d'une taille appropriée à la mesure de la concentration en résidus.

Dispositif d'échantillonnage

(i) *Instrument tel que cuillère, louche, sonde, couteau ou fourchette utilisé pour prélever une unité d'un matériel alimentaire en vrac, de paquets (tels que tonneaux, gros fromages) ou d'unités de viande ou de volaille qui sont trop grands pour être utilisés comme échantillons élémentaires.*

(ii) *Un instrument tel qu'un diviseur d'échantillons utilisé pour préparer un échantillon de laboratoire à partir d'un échantillon global, ou pour préparer une portion analytique d'un échantillon de laboratoire.*

Notes. (a) *Des dispositifs d'échantillonnage spécifiques sont décrits dans les normes ISO<sup>1,2,3</sup> et FIL/IDF<sup>4</sup>.*

(b) *Pour les matériaux tels que les feuilles en vrac, la main de l'agent habilité à l'échantillonnage peut être considérée comme un dispositif d'échantillonnage.*



## 2. PROCEDURES D'ECHANTILLONNAGE

### Précautions à prendre

Il convient d'éviter toute contamination ou détérioration des échantillons à tous les stades, étant donné que les résultats des analyses peuvent en être affectés. Chaque lot soumis au contrôle doit être échantillonné séparément.

Les produits complètement ou partiellement avariés ne peuvent être utilisés à des fins d'échantillonnage.

### Collecte d'échantillons élémentaires

A chaque endroit choisi du lot, deux échantillons élémentaires sont prélevés, l'un destiné à la constitution d'échantillons globaux et de laboratoire pour la première analyse, l'autre destiné à la constitution d'échantillons globaux et de laboratoire pour la contre-analyse.

Le nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever d'un lot pour constituer un échantillon global figure au tableau 1, ou au tableau 2 dans le cas d'un lot de viande ou de volaille suspect.

Nota

(1) Organisation internationale de normalisation, 1979. Norme ISO 950 : céréales - prélèvement d'échantillons (en grains).

(2) Organisation internationale de normalisation, 1979. Norme ISO 951 : légumineuses conditionnées - prélèvement d'échantillons.

(3) Organisation internationale de normalisation, 1980. Norme ISO 1839 : prélèvement d'échantillons - thé.

(4) Fédération internationale de la laiterie, 1995. Norme FIL/IDF 50C : lait et produits laitiers - modes d'échantillonnage.

Tableau 1. Nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever d'un lot

	Nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever du lot
(a) Viande et volaille	
lot non suspect	1
lot suspect	Déterminé conformément au tableau 2
(b) Autres produits	
(i) Produits, conditionnés ou en vrac, dont on peut penser qu'ils sont bien mélangés ou homogènes	1
(ii) Produits, conditionnés ou en vrac, qui peuvent ne pas être bien mélangés ou homogènes	Le nombre d'unités ou le poids requis pour constituer un échantillon élémentaire dépend de la taille minimale des échantillons de laboratoire exigés. Dans toute la mesure du possible, les échantillons élémentaires seront de taille égale (cf. tableau 4)
Ou	
Poids du lot (en kg)	
< 50	3
50-500	5
> 500	10
Ou	
Nombre de boîtes, de cartons ou d'autres récipients du lot	
1-25	1
26-100	5
> 100	10

Tableau 2. Nombre d'échantillons élémentaires sélectionnés de manière aléatoire pour avoir la probabilité de trouver au moins un échantillon non conforme dans un lot de viande ou de volaille, pour une incidence donnée de résidus non conformes dans le lot

Incidence des résidus non conformes dans le lot	Nombre minimal d'échantillons élémentaires ( $n_o$ ) nécessaires pour détecter un résidu non conforme avec une probabilité de :		
	90 %	95 %	99 %
%			
90	1	2	2
80	2	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	2301	2995	4603

Notes. (a) Le tableau suppose un échantillonnage aléatoire.

(b) Lorsque le nombre d'échantillons élémentaires indiqués dans le tableau 2 est supérieur d'environ 10%, au nombre d'unités contenues dans le lot total, le nombre d'échantillons élémentaires peut être inférieur et doit être calculé comme suit :

$$n = n_o / (1 + (n_o - 1) / N)$$

où  $n$  = le nombre minimum d'échantillons élémentaires à prélever

$n_o$  = le nombre d'échantillons élémentaires figurant au tableau 2

$N$  = le nombre d'unités pouvant donner un échantillon élémentaire dans le lot.

(c) Lorsqu'un seul échantillon élémentaire est prélevé, la probabilité de détecter un échantillon non conforme est analogue à l'incidence des résidus non conformes.

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

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

où  $p$  est la probabilité et  $i$  l'incidence des résidus non conformes présents dans le lot (tous deux exprimés en fractions et non en pourcentages) et où  $n$  est le nombre d'échantillons.

#### Préparation de l'échantillon global et de l'échantillon de laboratoire

Les principes qui suivent sont d'application aussi bien pour la constitution des échantillons destinés à la première analyse que pour la constitution des échantillons destinés à la contre-analyse.

Les procédures concernant la viande et la volaille sont décrites au tableau 3. Chaque échantillon élémentaire est considéré comme un échantillon global distinct.

Les procédures concernant les produits d'origine végétale, les œufs ou les produits laitiers sont décrites aux tableaux 4 et 5. Les échantillons élémentaires devraient être combinés et bien mélangés pour constituer l'échantillon global.

Lorsque le volume de l'échantillon global est plus important que nécessaire pour la constitution des échantillons de laboratoire, il doit être divisé de façon à obtenir des échantillons de laboratoire représentatifs. Toutefois, les unités de produits végétaux frais et les œufs entiers ne doivent être ni coupés ni divisés.

Lorsque les unités sont de taille moyenne ou grande et que le mélange de l'échantillon global conduirait à des échantillons de laboratoire moins représentatifs, ou que les unités (p. ex. œufs, fruits à chair tendre) pourraient être endommagées par le mélange, les unités doivent être réparties de manière aléatoire entre les échantillons de laboratoire au moment du prélèvement des échantillons élémentaires.

L'échantillon de laboratoire doit être placé dans un récipient propre et inerte qui le protège correctement contre tout risque de contamination, de dommage ou de fuite. Le récipient doit être scellé et solidement étiqueté. Les échantillons frais doivent être conservés au frais et les échantillons congelés doivent rester congelés.

Les échantillons seront acheminés le plus rapidement possible vers le laboratoire.

Tableau 3. Viande et volaille : description des échantillons élémentaires et taille minimale des échantillons de laboratoire

	Type de produit	Exemples	Nature des échantillons élémentaires à prélever	Taille minimale de chaque échantillon de laboratoire
Produits alimentaires primaires d'origine animale				
1	Viandes de mammifères			
1.1	Gros mammifères, carcasse entière ou demi-carcasse, habituellement $\geq 10$ kg	Bovins, ovins, porcins	Diaphragme entier ou partie du diaphragme, complété, 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, individuels 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	Soit une coupe transversale prélevée sur le produit congelé dans un récipient soit 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			
2.1	Gros mammifères à l'abattage, carcasse entière ou demi-carcasse, habituellement $\geq 10$ kg	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	Soit graisse visible, prélevée sur une ou plusieurs unités soit unité(s) entière(s) ou portions d'unité(s) entière(s), là où la graisse ne peut être détachée	0,5 kg 2 kg
2.4	Tissu graisseux de mammifères en vrac		Unités prélevées avec un dispositif d'échantillonnage en 3 endroits au moins	0,5 kg
3	Abats de mammifères			
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		1 ou les deux reins, prélevés sur 1 ou 2 animaux	0,2 kg
3.3	Cœurs de mammifères, frais/réfrigérés/congelés		Cœur(s) entier(s) ou portion du ventricule seulement si le cœur est gros	0,4 kg
3.4	Autres abats de mammifères, frais/réfrigérés/congelés		Partie ou unité entière provenant d'1 ou de plusieurs animaux ou coupe transversale prélevée sur le produit congelé en vrac	0,5 kg
4	Viandes de volaille			
4.1	Carcasses de grands volatiles, $> 2$ kg	Dinde, oie, coq, chapon et canard	Cuisses, 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	Poule, pintade, poulet	Cuisses, pilons ou chair autre que le blanc provenant d'au moins 3 volatiles	0,5 kg, unité débarrassée de la peau et des os
4.3	Carcasses de petits volatiles, carcasse de $< 500$ g	Caille, pigeon	Carcasses d'au moins 6 volatiles	0,2 kg de tissu musculaire
4.4	Morceaux de volatiles, frais/réfrigérés/congelés, emballés pour la vente au détail ou en gros	Pattes, quartiers, poitrines et ailes	Unités emballées, ou morceaux individuels	0,5 kg, unité débarrassée de la peau et des os

	Type de produit	Exemples	Nature des échantillons élémentaires à prélever	Taille minimale de chaque échantillon de laboratoire
5	Graisses de volaille, y compris la graisse de la carcasse			
5.1	Volatiles à l'abattage, carcasses entières ou parties de carcasse	Poulets, dindes	Unités de graisse abdominale prélevée sur au moins 3 volatiles	0,5 kg
5.2	Morceaux de chair de volatiles	Pattes, blancs de volaille	Soit graisse visible, prélevée sur la(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 dispositif d'échantillonnage en 3 endroits au moins	0,5 kg
6	Abats de volaille			
6.1	Abats de volaille comestibles, à l'exception du foie gras d'oie ou de canard et de produits analogues de haute 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 canard et produits analogues de haute valeur		Unité prélevée sur 1 volatile ou sur un récipient	0,05 kg
Aliments transformés d'origine animale				
7	Produits alimentaires secondaires d'origine animale, viandes séchées Produits comestibles dérivés d'origine animale, graisses animales transformées, y compris les graisses fondues ou extraites Produits alimentaires manufacturés (à un seul ingrédient) d'origine animale, avec ou sans agent de conditionnement ou avec ou sans ingrédients secondaires tels qu'agents aromatisants, épices et condiments, et qui sont normalement préemballés et prêts à la consommation, avec ou sans cuisson. Produits alimentaires manufacturés (à plusieurs ingrédients) d'origine animale, un aliment à plusieurs ingrédients composé d'ingrédients, d'origine à la fois animale et végétale, figurera dans cette rubrique si le ou les ingrédient(s) d'origine animale prédomine(nt).			
7.1	Viande de mammifères ou de volaille hachée, cuite, mise en conserve, produits séchés, ou autrement traités, y compris les produits à ingrédients multiples	Jambon, saucisses, bœuf haché, pâté de volaille	Unités emballées, ou section transversale représentative prélevée dans un récipient, ou unité(s) (y compris, le cas échéant jus), prélevée(s) à l'aide d'un dispositif d'échantillonnage	0,5 kg ou 2 kg si la teneur en graisse est < 5%

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

	Type de produit	Exemples	Nature des échantillons élémentaires à prélever	Taille minimale de chaque échantillon de laboratoire
Produits alimentaires primaires d'origine végétale				
1	Tous les fruits frais Tous les légumes frais, y compris pommes de terre, à l'exclusion des plantes aromatiques			
1.1	Produits frais de petite taille, poids unitaire < 25 g en général	Baies, pois, olives	Unités entières ou emballages ou unités prélevées à l'aide d'un dispositif d'échantillonnage	1 kg
1.2	Produits frais de taille moyenne, poids unitaire de 25-250 g en général	Pommes, oranges	Unités entières	1 kg (au moins 10 unités)
1.3	Produits frais, de grande taille, poids unitaire de > 250 g en général	Choux, concombres, raisins (grappes)	Unités entières	2 kg (au moins 5 unités)

	Type de produit	Exemples	Nature des échantillons élémentaires à prélever	Taille minimale de chaque échantillon de laboratoire
2	Légumineuses	Fèves, déshydratées; pois, déshydratés	Unités entières ou unités prélevées avec un dispositif d'échantillonnage	1 kg
	Céréales	Riz, blé	Unités entières ou unités prélevées avec un dispositif d'échantillonnage	1 kg
	Fruits à coques d'arbres	À l'exception des noix de coco	Unités entières ou unités prélevées avec un dispositif d'échantillonnage	1 kg
		Noix de coco	Unités entières	5 unités
	Graines oléagineuses	Arachides	Unités entières ou unités prélevées avec un dispositif d'échantillonnage	0,5 kg
	Graines pour boissons et confiseries	Grains de café	Unités entières ou unités prélevées avec un dispositif d'échantillonnage	0,5 kg
3	Fines herbes, type 5, groupe 027	Persil frais	Unités entières	0,5 kg
		Autres fines herbes, fraîches		0,2 kg
	Épices	Séchées	Unités entières ou unités prélevées avec un dispositif d'échantillonnage	0,1 kg
Aliments transformés d'origine végétale				
4	Produits alimentaires secondaires d'origine végétale, fruits séchés, légumes séchés, fines herbes séchées, houblon, produits céréaliers moulus Produits dérivés d'origine végétale, thés, plantes pour infusions, huiles végétales, jus, et produits divers, p.ex. olives transformées Produits manufacturés (à un seul ingrédient), d'origine végétale, avec ou sans agent de conditionnement ou avec ou sans ingrédients secondaires, tels qu'agents aromatisants, épices et condiments, et qui sont normalement préemballés et prêts à la consommation avec ou sans cuisson Produits manufacturés (à plusieurs ingrédients) d'origine végétale, y compris les produits comprenant des ingrédients d'origine animale dans lesquels le ou les ingrédients d'origine végétale prédomine(nt), pains, et autres produits céréaliers cuits.			
4.1	Produits à haute valeur unitaire		Emballages ou unités prélevées à l'aide d'un dispositif d'échantillonnage	0,1 kg (5)
4.2	Produits solides à faible densité en vrac	Houblon, thé, Plantes pour infusion	Unités emballées ou unités prélevées à l'aide d'un dispositif d'échantillonnage	0,2 kg
4.3	Autres produits solides	Pain, farine, fruit sec	Emballages ou autres unités entières ou unités prélevées à l'aide d'un dispositif d'échantillonnage	0,5 kg
4.4	Produits liquides	Huiles végétales, jus	Unités emballées ou unités prélevées à l'aide d'un dispositif d'échantillonnage	0,5 l ou 0,5 kg

Nota

(5) Il est possible de prélever un échantillon de laboratoire plus petit, mais la raison de procéder ainsi doit être notée dans le procès verbal.



Tableau 5. Œufs et produits laitiers : description des échantillons élémentaires et taille minimale des échantillons de laboratoire

	Type de produit	Exemples	Nature des échantillons élémentaires à prélever	Taille minimale de chaque échantillon de laboratoire
Produits alimentaires primaires d'origine animale				
1	Œufs de volailles			
1.1	Œufs, à l'exception des œufs de caille et autres œufs de ce type		Œufs entiers	12 œufs de poule entiers, 6 œufs d'oie ou de cane entiers
1.2	Œufs de caille et œufs de même type		Œufs entiers	24 œufs entiers
2	Laits		Unités entières ou unités prélevées à l'aide d'un dispositif d'échantillonnage	0,5 l
Aliments transformés d'origine animale				
3	Aliments secondaires d'origine animale, produits laitiers secondaires tels que laits écrémés, laits condensés et laits en poudre Produits comestibles dérivés d'origine animale, matières grasses laitières, produits laitiers dérivés tels que beurres, huiles butyriques, crèmes, crèmes en poudre, caséines, etc.... Aliments manufacturés (à un seul ingrédient) d'origine animale, produits laitiers manufacturés tels que yoghourts, fromages Aliments manufacturés (à plusieurs ingrédients) d'origine animale, produits laitiers manufacturés (y compris les produits contenant des ingrédients d'origine végétale dans lesquels le ou les ingrédients d'origine animale prédomine(nt)), tels que produits à base de fromage fondu, préparations fromagères, yoghourts aromatisés, lait concentré sucré			
3.1	Laits liquides, laits en poudre, laits et crèmes concentrés, crèmes glacées à base laitière, yaourts		Unité(s) emballée(s) ou unité(s) prélevée(s) à l'aide d'un dispositif d'échantillonnage	0,5 l (liquide) ou 0,5 kg (solide)
	<p>(i) Les laits et crèmes évaporés 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 du laboratoire.</p> <p>(ii) Les laits en poudre en vrac doivent être échantillonnés de manière aseptique en enfonçant une sonde sèche au cœur de la poudre à une vitesse de pénétration constante.</p> <p>(iii) Les crèmes en vrac doivent être soigneusement mélangées avec une batte avant le prélèvement d'échantillons, mais en évitant le moussage, le fouettage et le barattage.</p>			
3.2	Beurre et huiles butyriques	Beurre, beurre de sérum, pâtes à tartiner, à faible teneur en matière grasse laitière, huile butyrique anhydre, matière grasse laitière anhydre	Unités entières ou parties d'unité(s) emballée(s) ou unité(s) prélevée(s) à l'aide d'un dispositif d'échantillonnage	0,2 kg ou 0,2 l
3.3	Fromages, y compris fromages fondus			
	Poids unitaire de 0,3 kg ou plus		Unité(s) entière(s) ou unité(s) découpée(s) à l'aide d'un dispositif d'échantillonnage	0,5 kg
	Pois unitaire < 0,3 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 à base d'œufs liquides, congelés ou séchés		Unité(s) prélevée(s) de manière aseptique à l'aide d'un dispositif d'échantillonnage	0,5 kg

Vu pour être annexé à Notre arrêté du 12 mars 2003.

ALBERT

Par le Roi :

Le Ministre de la Protection de la consommation, de la Santé publique et de l'Environnement,  
J. TAVERNIER

## Bijlage

## BEMONSTERINGSMETHODES VOOR VOEDINGSMIDDELEN MET HET OOG OP DE OFFICIELE CONTROLE VAN HET GEHALTE AAN RESIDUEN VAN BESTRIJDINGSMIDDELEN

**1. DEFINITIE**Partij

Een hoeveelheid levensmiddelen die op een bepaald moment geleverd wordt en waarvan aangenomen wordt dat ze uniforme kenmerken bezit zoals oorsprong, producent, variëteit, verpakker, soort verpakking, merktekens, afzender, enz. Een verdachte partij is een partij waarvan om de een of andere reden wordt vermoed dat ze een buitensporig hoge concentratie aan residuen bevat. Een onverdachte partij is een partij waarvoor er geen redenen zijn om te vermoeden dat ze een buitensporig hoge concentratie aan residuen zou kunnen bevatten.

Opmerkingen :

(a) Wanneer een zending bestaat uit partijen die van verschillende kwekers enz. afkomstig zijn, moet elke partij apart worden behandeld.

(b) Een zending kan uit een of meer partijen bestaan.

(c) Wanneer de grootte of grens van elke partij in een grote zending niet gemakkelijk kan worden vastgesteld, moet elke wagon, elke vrachtauto, elk scheepsruim enz. van een reeks van wagons, vrachtauto's, scheepsruimen enz. als een aparte partij worden beschouwd.

(d) Een partij kan bijvoorbeeld als homogeen beschouwd worden als gevolg van sortering of productieproces.

Eenheid

Het kleinste afzonderlijke gedeelte van een partij dat wordt genomen als greep of als deel daarvan.

Opmerkingen : Als eenheid worden beschouwd :

(a) Vers fruit en groenten : elk heel stuk fruit, groente of natuurlijke tros (bijv. druiven), tenzij het klein is. Bij de vorming van eenheden mag een bemonsteringsapparaat worden gebruikt op voorwaarde dat het materiaal daarbij niet wordt beschadigd. Afzonderlijke eieren, vers fruit of groenten mogen niet in stukken gesneden of gebroken worden om eenheden te verkrijgen.

(b) Grote dieren, of delen of organen daarvan : een stuk van een deel of orgaan, dan wel het hele deel of orgaan vormt een eenheid. Delen of organen mogen in stukken worden gesneden om eenheden te vormen.

(c) Kleine dieren, of delen of organen daarvan : elk compleet dier of elk volledig deel of orgaan kan een eenheid vormen. Indien verpakt, kunnen eenheden worden geïdentificeerd als in (d) hieronder. Bij de vorming van eenheden mag een bemonsteringsapparaat worden gebruikt op voorwaarde dat zulks geen invloed heeft op de residuen.

(d) Verpakte materialen : de eenheden zijn hier de kleinste afzonderlijke verpakkingen. Indien de kleinste verpakkingen heel groot zijn, moeten ze worden bemonsterd als in (e) hieronder (bulkgoederen). Indien de kleinste verpakkingen heel klein zijn, kunnen enkele verpakkingen samen de eenheid vormen.

(e) Bulkgoederen en grote verpakkingen (bijv. vaten en kazen) die afzonderlijk te groot zijn om als greep te worden genomen. De eenheden worden gevormd met een bemonsteringsapparaat.

Greep

Een of meer op één plaats uit een partij genomen eenheden.

Opmerkingen :

(a) De plaats waar een greep uit een partij wordt genomen, wordt willekeurig gekozen, maar wanneer dit fysiek onmogelijk is, moet een willekeurige plaats worden gekozen uit de bruikbare delen van de partij.

(b) Het aantal voor een greep vereiste eenheden moet worden bepaald op basis van de minimale grootte van de vereiste laboratoriummonsters en het aantal daarvan.

(c) Voor plantaardige en eiwoudhoudende producten en voor zuivelproducten waarbij meer dan één greep uit een partij wordt genomen, moet elk greep een bij benadering gelijk deel vormen van het verzamelmonster.

(d) Wanneer grepen met tussenpozen worden genomen tijdens het laden of lossen van een partij, is de >plaats' van bemonstering een willekeurig moment.

(f) Eenheden mogen niet in stukken gesneden of gebroken worden om een of meer grepen te maken, tenzij een onderverdeling van eenheden is aangegeven in tabel 3.

Verzamelmonster

Voor andere producten dan vlees en slachtpluimvee, het gecombineerde en goed gemengde geheel van de uit een partij genomen grepen. Voor vlees en slachtpluimvee is ieder greep hetzelfde als een afzonderlijk verzamelmonster beschouwd.

Laboratoriummonster

Het monster dat naar het laboratorium gezonden wordt of door het laboratorium ontvangen wordt. Een representatieve hoeveelheid materiaal genomen uit het verzamelmonster.

Analysemonster

Het materiaal dat voor ontleding uit het laboratoriummonster is bereid door het deel van het product te nemen waarvoor de toegelaten maximumgehalten aan residuen gelden en het vervolgens te mengen, malen, fijn te hakken enz., teneinde analyseporties met minimale bemonsteringsfouten te verkrijgen.

Analyseportie

Een representatieve hoeveelheid materiaal uit het analysemonster, groot genoeg om de concentratie van het residu te meten.

Bemonsteringsapparaat

(i) Een instrument, bijv. een schep, lepel, boor, mes of spies, dat gebruikt wordt om een eenheid te nemen uit bulkmateriaal, uit verpakkingen (bijv. vaten en grote kazen), of uit eenheden vlees of slachtpluimvee die te groot zijn om als greep te kunnen dienen.

(ii) Een instrument, bijv. een monsterverdeler (riffle box), dat gebruikt wordt om uit een verzamelmonster een laboratoriummonster of uit een analysemonster een analyseportie te bereiden.

Opmerkingen :

(a) Specifieke bemonsteringsapparaten worden beschreven in ISO-normen (1)(2)(3) en IDF-normen.(4)

(b) Voor materialen als losse bladeren kan de hand van de monsternemer als een bemonsteringsapparaat worden beschouwd.

#### 4. BEMONSTERINGSPROCEDURES

##### Te nemen voorzorgsmaatregelen

Verontreiniging en beschadiging van monsters moeten in alle stadia worden voorkomen omdat dit invloed kan hebben op de ontledingsresultaten. Elke partij die op overeenstemming moet worden gecontroleerd, moet apart worden bemonsterd.

Volledig of deels bedroven producten mogen niet voor bemonstering worden gebruikt.

##### Het nemen van grepen

Op elke gekozen plaats in de partij worden zowel een greep genomen voor de samenstelling van de verzamel- en laboratoriummonsters voor eerste ontleding, als ook een greep voor de samenstelling van de verzamel- en laboratoriummonsters voor tegenontleding.

Het minimumaantal grepen dat uit een partij moet worden genomen ten einde een verzamelmonster samen te stellen, is vastgesteld in tabel 1 of B wanneer het gaat om een verdachte partij vlees of slachtpluimvee B in tabel 2.

##### Nota

(1) International Organisation for Standardization, 1979. Internationale norm ISO 950 : Granen - Bemonstering (als korrels)

(2) International Organisation for Standardization, 1979. Internationale norm ISO 951 : Peulvruchten in zakken - Bemonstering.

(3) International Organisation for Standardization, 1980. Internationale norm ISO 1839 : Bemonstering - Thee.

(4) International Dairy Federation (IDF - Internationale Zuivelfederatie), 1995. Internationale norm IDF 50C : Melk en melkproducten - bemonsteringsmethoden.

Tabel 1. Minimumaantal uit een partij te nemen grepen

	Minimumaantal uit de partij te nemen grepen
<b>(a) Vlees en slachtpluimvee</b>	
Een onverdachte partij	1
Een verdachte partij	Bepaald overeenkomstig tabel 2
<b>(b) Andere producten</b>	
(i) Verpakte of bulkproducten waarvan mag worden aangenomen dat ze goed gemengd of homogeen zijn	1
(ii) Verpakte of bulkproducten die wellicht niet goed gemengd of niet homogeen zijn	Het aantal eenheden of het gewicht nodig voor een greep hangt af van de minimale grootte van het vereiste laboratoriummonster. De grepen moeten zoveel mogelijk van gelijke grootte zijn (zie tabel 4).
<b>hetzij</b>	
Gewicht van de partij in kg	
< 50	3
50-500	5
> 500	10
<b>hetzij</b>	
Aantal blikken, kartonnen dozen of andere recipiënten in de partij	
1-25	1
26-100	5
> 100	10

Tabel 2. — Aantal willekeurig geselecteerde grepen dat vereist is om met een bepaalde waarschijnlijkheid ten minste één afwijkend monster in een partij vlees of slachtpluimvee te vinden, voor een gegeven incidentie van afwijkende residuen in de partij

Incidentie van afwijkende residuen in de partij	Vereist minimumaantal grepen ( $n_o$ ) om een afwijkend residu te ontdekken met een waarschijnlijkheid van :		
	90 %	95 %	99 %
%			
90	1	2	2
80	2	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	2301	2995	4603

*Opmerkingen :*

(a) De tabel is gebaseerd op aslecte bemonstering.

(b) Wanneer het in tabel 2 aangegeven aantal grepen meer bedraagt dan ongeveer 10 % van de aandelen in de totale partij, mag het aantal genomen grepen lager zijn; in dit aantal moet dan als volgt worden berekend :

$$n = n_o / (1 + (n_o - 1) / N)$$

waarin :

$n$  = minimumaantal te nemen grepen

$n_o$  = aantal in tabel 2 aangegeven grepen

$N$  = aantal eenheden in de partij die een greep kunnen opleveren.

(c) Wanneer een enkel greep wordt genomen, is de waarschijnlijkheid dat een afwijking wordt gevonden, gelijk aan de incidentie van afwijkende residuen.

(d) Voor exacte of alternatieve waarschijnlijkheden of voor een verschillende incidentie van afwijkingen kan het aantal te nemen grepen als volgt worden berekend :  $1 - p = (1 - i)^n$

waarbij  $p$  de waarschijnlijkheid is en  $i$  de incidentie van afwijkende residuen in de partij (beide uitgedrukt in fracties, niet in percentages) en  $n$  het aantal monsters.

Bereiding van het verzamelmonster en van het laboratoriummonster

De hierna volgende principes gelden zowel de samenstelling van de monsters voor eerste ontleding als voor de samenstelling van de monsters voor tegenontleding.

De procedures voor vlees en slachtpluimvee worden beschreven in tabel 3. Elke greep wordt als een apart verzamelmonster beschouwd.

De procedures voor plantaardige producten, eieren en zuivelproducten worden beschreven in de tabellen 4 en 5. De grepen moeten, indien dat in de praktijk mogelijk is, samengevoegd en goed gemengd worden om het verzamelmonster te vormen.

Wanneer het verzamelmonster groter is dan voor de samenstelling van de laboratoriummonsters is vereist, moet het in stukken worden verdeeld om een representatief laboratoriummonsters te verkrijgen, maar eenheden van verse plantaardige producten of hele eieren mogen niet in stukken worden gesneden of gebroken.

In gevallen waarin de eenheden van middelgrote of grote omvang zijn, en waarbij het mengen van het verzamelmonster de laboratoriummonsters minder representatief zou maken, of wanneer de eenheden (bij eieren en zacht fruit) door het mengen beschadigd kunnen worden, moeten eenheden willekeurig worden verdeeld tussen de laboratoriummonsters op het moment waarop de grepen worden genomen.

Het laboratoriummonster moet in een schoon, inert recipiënt worden gedaan dat afdoende bescherming biedt tegen verontreiniging, beschadiging en lekverlies. Het recipiënt moet verzegeld en zorgvuldig geëtiketteerd worden. Verse monsters moeten koel bewaard worden en bevroren monsters moeten bevroren blijven.

De monsters moeten zo snel mogelijk naar het laboratorium worden gebracht.

Tabel 3. Vlees en slachtpluimvee : beschrijving van grepen en minimumgrootte van laboratoriummonsters

	Producttype	Voorbeelden	Aard van te nemen grepen	Minimumgrootte van elk laboratoriummonster
	Primaire levensmiddelen van dierlijke oorsprong			
1	Vlees van zoogdieren			
1.1	Grote zoogdieren, heel of half karkas, doorgaans $\geq 10$ kg	Runderen, schapen, varkens	Geheel middenrif of deel ervan, aangevuld, indien nodig, met muscoli colli	0,5 kg
1.2	Kleine zoogdieren, heel karkas	Konijnen	Heel karkas of achtervoeten	0,5 kg na verwijdering van huid en beenderen
1.3	Delen van vlees van zoogdieren, los vers/gekoeld/bevoren, verpakt of anders	Voeten, koteletten, biefstukken, schouderstukken	Hele eenheid (eenheden) of een gedeelte van een grote eenheid	0,5 kg, na verwijdering van beenderen
1.4	Delen van vlees van zoogdieren, bulk bevoren	Voeten, koteletten	hetzij een bevoren steekproef van een recipiënt, hetzij het geheel (of gedeelten) van afzonderlijke delen vlees	0,5 kg, na verwijdering van beenderen
2	Vet van zoogdieren, met inbegrip van karkasvet			
2.1	Grote zoogdieren, bij de slacht, heel of half karkas, doorgaans $\geq 10$ kg	Runderen, schapen, varkens	Nieren, buikvet of subcutaan vet van één dier	0,5 kg
2.2	Kleine zoogdieren, bij de slacht, heel of half karkas, $< 10$ kg		Buikvet of subcutaan vet van een of meer dieren	0,5 kg
2.3	Delen van vlees van zoogdieren	Bouten, koteletten, biefstukken	hetzij zichtbaar vet, afgesneden van de eenheid (eenheden) hetzij hele eenheid (eenheden) of gedeelten van hele eenheid (eenheden), indien het vet niet kan worden afgesneden	0,5 kg 2 kg
2.4	Vetweefsel van zoogdieren, in bulk		Met een bemonsteringsapparaat op ten minste 3 plaatsen genomen eenheden	0,5 kg
3	Slachtafval van zoogdieren			
3.1	Lever vers, gekoeld, bevoren		Hele lever(s) of deel van lever	0,4 kg
3.2	Nieren vers, gekoeld, bevoren		1 of beide nieren, van 1 of 2 dieren	0,2 kg
3.3	Hart vers, gekoeld, bevoren		Hele hart(en) of een hartkamer wanneer die groot is	0,4 kg
3.4	Overig slachtafval vers, gekoeld, bevoren		Deel of hele eenheid van 1 of meer dieren of een dwarsdoorsnede van het bevoren bulkproduct	0,5 kg
4	Slachtpluimvee			
4.1	Vogel, groot karkas $> 2$ kg	Kalkoen, gans, haan, kapoen, eend	Bovenpoten, hele poten en ander donker vlees	0,5 kg na verwijdering van huid en beenderen
4.2	Vogel, middelgroot karkas 500 g - 2 kg	Kip, parelhoen, kuiken	Bovenpoten, hele poten of ander donker vlees van ten minste 3 vogels	0,5 kg na verwijdering van huid en beenderen
4.3	Vogel, klein karkas $< 500$ g	Kwartel, duif	Karkassen van ten minste 6 vogels	0,2 kg spierweefsel



	Producttype	Voorbeelden	Aard van te nemen grepen	Minimumgrootte van elk laboratoriummonster
4.4	Delen van vogels vers, gekoeld, bevroren verpakt voor detail- of groothandel	Hele poten, kwarten, borsten en vleugels	Verpakte eenheden of afzonderlijke eenheden	0,5 kg na verwijdering van huid en beenderen
5	Vet van pluimvee, met inbegrip van vet van karkassen			
5.1	Vogels, bij de slacht, heel of gedeeltelijk karkas	Kippen, kalkoenen	Eenheden van buikvet van ten minste 3 vogels	0,5 kg
5.2	Delen van vlees van vogels	Hele poten, borstspier	hetzij zichtbaar vet, afgesneden van de eenheid (eenheden) hetzij hele eenheid (eenheden) of gedeelten van hele eenheid (eenheden), indien het vet niet kan worden afgesneden	0,5 kg 2 kg
5.3	Vetweefsel van vogels, in bulk		Met een bemonsteringsapparaat op ten minste 3 plaatsen genomen eenheden	0,5 kg
6	Slachtafval van pluimvee			
6.1	Eetbaar slachtafval van vogels met uitzondering van lever van ganzen en eenden en soortgelijke hoogwaardige producten		Eenheden van ten minste 6 vogels of een aselekt monster uit een recipiënt	0,2 kg
6.2	Lever van ganzen en eenden en soortgelijke hoogwaardige producten		Eenheid van 1 vogel of recipiënt	0,05 kg
Verwerkte levensmiddelen van dierlijke oorsprong				
7	Secundaire levensmiddelen van dierlijke oorsprong, gedroogd vlees Afgeleide eetbare producten van dierlijke oorsprong, verwerkte dierlijke vetten, inclusief uitgesmolten of geëxtraheerd vet Geproduceerde levensmiddelen (een enkel ingrediënt) van dierlijke oorsprong, met of zonder verpakkingsmedium of ingrediënten in kleine hoeveelheden, bijv. smaakstoffen, kruiden en specerijen, en die normaal voorverpakt zijn en klaar voor consumptie, al dan niet gekookt Geproduceerde levensmiddelen (meerdere ingrediënten) van dierlijke oorsprong, hieronder vallen ook levensmiddelen met meerdere ingrediënten van zowel plantaardige als dierlijke oorsprong, voor zover het (de) ingrediënt(en) van dierlijke oorsprong overheerst (overheersen)			
7.1	Zoogdier of vogel, fijnge-malen, gekookte, ingeblikte, gedroogde, uitgesmolten of anderszins verwerkte producten, met inbegrip van producten met meerdere ingrediënten	Ham, worst, gehakt vlees, kippenpastei	Verpakte eenheden, of een representatief monster uit een recipiënt of met een bemonsteringsapparaat genomen eenheden (met inbegrip van eventuele sappen) genomen	0,5 kg of 2 kg bij vetgehalte van <5%

Tabel 4. Plantaardige producten : beschrijving van grepen en minimumgrootte van laboratoriummonsters

	Producttype	Voorbeelden	Aard van te nemen grepen	Minimumgrootte van elk laboratoriummonster
Primaire levensmiddelen van plantaardige oorsprong				
1	Alle soorten vers fruit, Alle soorten verse groenten, met inbegrip van aardappelen, doch met uitzondering van kruiden			
1.1	Kleine verse producten eenheden doorgaans <25 g	Bessen, erwten, olijven	Hele eenheden, of verpakkingen, of met een bemonsteringsapparaat genomen eenheden	1 kg
1.2	Middelgrote verse producten, eenheden doorgaans 25-250 g	Appelen, sinaasappelen	Hele eenheden	1 kg (ten minste 10 eenheden)

	Producttype	Voorbeelden	Aard van te nemen grepen	Minimumgrootte van elk laboratoriummonster
1.3	Grote verse producten, eenheden doorgaans >250 g	Kool, komkommer, druiven (trossen)	Hele eenheden	2 kg (ten minste 5 eenheden)
2	Peulvruchten,	Bonen, gedroogd Erwten, gedroogd	Hele eenheden of met een bemonsteringsapparaat genomen eenheden	1 kg
	Granen,	Rijst, tarwe	Hele eenheden of met een bemonsteringsapparaat genomen eenheden	1 kg
	Noten,	Met uitzondering van kokosnoten	Hele eenheden of met een bemonsteringsapparaat genomen eenheden	1 kg
		Kokosnoten	Hele eenheden	5 eenheden
	Oliezaden,	Pindanoten	Hele eenheden of met een bemonsteringsapparaat genomen eenheden	0,5 kg
	Zaden voor drank en zoetheid,	Koffiebonen	Hele eenheden of met een bemonsteringsapparaat genomen eenheden	0,5 kg
3	Kruiden,	Verse peterselie	Hele eenheden	0,5 kg
		Andere, vers		0,2 kg
	Specerijen,	Gedroogd	Hele eenheden of met een bemonsteringsapparaat genomen eenheden	0,1 kg
Verwerkte levensmiddelen van plantaardige oorsprong				
4	<p>Secundaire levensmiddelen van plantaardige oorsprong, gedroogd fruit, groenten en kruiden, hop, gemalen graanproducten</p> <p>Afgeleide producten van plantaardige oorsprong, thee, kruidenthe, plantaardige oliën, sappen, en diverse producten, bijv. verwerkte olijven</p> <p>Geproduceerde levensmiddelen (een enkel ingrediënt) van plantaardige oorsprong, met of zonder verpakkingsmedium of ingrediënten in kleine hoeveelheden, bijv. smaakstoffen, kruiden en specerijen, en die normaal voorverpakt zijn en klaar voor consumptie, al dan niet gekookt</p> <p>Geproduceerde levensmiddelen (meerdere ingrediënten) van plantaardige oorsprong, met inbegrip van producten met ingrediënten van dierlijke oorsprong waarbij het (de) ingrediënt(en) van plantaardige oorsprong overheerst (overheersen), broodsoorten en andere gekookte graanproducten</p>			
4.1	Zeer dure producten		Verpakkingen of met een bemonsteringsapparaat genomen eenheden	0,1 kg (5)
4.2	Vaste producten met een laag gewicht per volume-eenheid	Hop, thee, kruidenthe	Verpakte eenheden of met een bemonsteringsapparaat genomen eenheden	0,2 kg
4.3	Andere vaste producten	Brood, meel, gedroogd fruit	Verpakkingen of andere complete eenheden of met een bemonsteringsapparaat genomen eenheden	0,5 kg
4.4	Vloeibare producten	Plantaardige oliën, sappen	Verpakte eenheden of met een bemonsteringsapparaat genomen eenheden	0,5 l of 0,5 kg

—  
Nota

(5) Van een product met uitzonderlijke hoge waarde mag een kleiner laboratoriummonster genomen worden, maar de reden hiervoor moet in het proces-verbaal worden vermeld.

Tabel 5. Eieren en zuivelproducten : beschrijving van grepen en minimumgrootte van laboratoriummonsters

	Producttype	Voorbeelden	Aard van te nemen grepen	Minimumgrootte van elk laboratoriummonster
Primaire levensmiddelen van dierlijke oorsprong				
1	Pluimvee-eieren			
1.1	Eieren, met uitzondering van kwarteleieren en soortgelijke eieren		Hele eieren	12 hele kippeneieren, 6 hele ganzen- of eendeneieren
1.2	Eieren, kwarteleieren en soortgelijke eieren		Hele eieren	24 hele eieren
2	Melk		Hele eenheden of met een bemonsteringsapparaat genomen eenheden	0,5 l
Verwerkte levensmiddelen van dierlijke oorsprong				
3	Secundaire levensmiddelen van dierlijke oorsprong, secundaire melkproducten, bijv. afgeroomde melk, gecondenseerde melk en melkpoeder Afgeleide eetbare producten van dierlijke oorsprong, melkvet, afgeleide melkproducten, bijv. boter, boterolie, room, roompoeder, caseïne, enz. Geproduceerde levensmiddelen (een enkel ingrediënt) van dierlijke oorsprong, melkproducten, bijv. yoghurt, kaas Geproduceerde levensmiddelen (meerdere ingrediënten) van dierlijke oorsprong, melkproducten (met inbegrip van producten met ingrediënten van plantaardige oorsprong waarbij het (de) ingrediënt(en) van dierlijke oorsprong overheerst (overheersen)), bijv. bewerkte kaas, kaasbereidingen, gearomatiseerde yoghurt, gezoete gecondenseerde melk			
3.1	Vloeibare melk, melkpoeder, gecondenseerde melk en gecondenseerde room, roomijs, room, yoghurt		Verpakte eenheid (eenheden) of met een bemonsteringsapparaat genomen eenheid (eenheden)	0,5 l (vloeibaar) of 0,5 kg (vast)
	<i>NB. (i) Gecondenseerde melk en gecondenseerde room in bulk moeten voor de monsterneming grondig worden gemengd; aan de zijden en de bodem van de recipiënten vastklevend materiaal moet losgemaakt en goed geroerd worden. Hiervoor wordt ongeveer 2-3 liter genomen en nogmaals goed geroerd voordat het laboratoriummonster genomen wordt.</i> <i>(ii) Melkpoeder in bulk moet aseptisch worden bemonsterd, met behulp van een droge cilinder met schroefboor die met een gelijkmatige snelheid in de poeder wordt gestoken.</i> <i>(iii) Room in bulk moet vóór de monsterneming grondig met een stamper worden gemengd, maar schuimen, kloppen en roeren moeten worden vermeden.</i>			
3.2	Boter en boterolie	Boter, weiboter, vetarme pasta's met botervet, watervrije boterolie, watervrij melkvet	Hele verpakte eenheid (eenheden) of delen daarvan of met een bemonsteringsapparaat genomen eenheid (eenheden)	0,2 kg of 0,2 l
3.3	Kaas, met inbegrip van bewerkte kaas			
	Eenheden van 0,3 kg of meer		Hele eenheid (eenheden) of met een bemonsteringsapparaat gesneden eenheid (eenheden)	0,5 kg
	Eenheden <0,3 kg			0,3 kg
	<i>NB : Ronde kaas moet worden bemonsterd door middel van twee sneden vanuit het midden. Rechthoekige kaas moet worden bemonsterd door middel van twee sneden parallel aan de zijden.</i>			
3.4	Vloeibare, bevroren of gedroogde eiproducten		Aseptisch met een bemonsteringsapparaat genomen eenheid (eenheden)	0,5 kg

Gezien om te worden gevoegd bij Ons besluit van 12 maart 2003.

ALBERT

Van Koningswege :

De Minister van Consumentenzaken, Volksgezondheid en Leefmilieu,  
J. TAVERNIER

**SERVICE PUBLIC FEDERAL SANTE PUBLIQUE,  
SECURITE DE LA CHAINE ALIMENTAIRE  
ET ENVIRONNEMENT**

F. 2003 — 1017

[C — 2003/22257]

**12 MARS 2003. — Arrêté royal portant fixation de la manière de prélever les échantillons pour le contrôle officiel des teneurs maximales en plomb, cadmium, mercure, 3-MCPD et dioxines et pour le dosage des PCB de type dioxine dans certaines denrées alimentaires**

ALBERT II, Roi des Belges,  
A tous, présents et à venir, Salut.

Vu la loi du 4 février 2000 relative à la création de l'Agence fédérale pour la Sécurité de la Chaîne alimentaire, notamment l'article 5;

Vu l'arrêté royal du 22 février 2001 organisant les contrôles effectués par l'Agence fédérale pour la Sécurité de la Chaîne alimentaire et modifiant diverses dispositions légales, notamment l'article 3, § 5;

Vu l'arrêté ministériel du 5 avril 2002 portant fixation de la manière de prélever les échantillons pour le contrôle officiel des teneurs maximales en plomb, cadmium, mercure et 3-MCPD dans certaines denrées alimentaires;

Vu le règlement (CE) n° 466/2001 de la Commission du 8 mars 2001 portant fixation de teneurs maximales pour certains contaminants dans les denrées alimentaires, comme modifié par les règlements 2375/2001, 221/2002, 257/2002, 472/2002 et 563/2002;

Vu la directive 2001/22/CE de la Commission du 8 mars 2001 portant fixation de modes de prélèvement d'échantillons et de méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs maximales en plomb, cadmium, mercure et 3-MCPD dans les denrées alimentaires;

Vu la directive 2002/69/CE de la Commission du 26 juillet 2002 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 recommandation 2002/201/CE de la Commission du 4 mars 2002 sur la réduction de la présence de dioxines, de furanes et de PCB dans les aliments pour animaux et les denrées alimentaires;

Vu l'avis du comité scientifique de l'Agence fédérale pour la Sécurité de la Chaîne alimentaire, donné le 25 février 2003;

Vu les lois sur le Conseil d'Etat, coordonnées le 12 janvier 1973, notamment l'article 3, § 1<sup>er</sup> remplacé par la loi du 4 juillet 1989 et modifié par la loi du 4 août 1996;

Vu l'urgence motivée par la nécessité de se conformer au délai prescrit par la directive 2002/69/CE susmentionnée, à savoir le 28 février 2003;

Sur la proposition de Notre Ministre de la Santé publique,

Arrête :

**Article 1<sup>er</sup>.** En vue du contrôle officiel des teneurs maximales (première analyse et contre-analyse) en plomb, cadmium, mercure, 3-MCPD et dioxines fixées dans le règlement (CE) N° 466/2001, et en vue du dosage des PCB de type dioxine dans les denrées alimentaires comme prévu dans la recommandation 2002/201/CE, les dispositions concernant l'échantillonnage en annexe du présent arrêté doivent être appliquées. Les échantillons globaux ainsi obtenus sont considérés comme étant représentatifs des lots concernés.

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 dans le procès-verbal.

**FEDERALE OVERHEIDSDIENST VOLKSGEZONDHEID,  
VEILIGHEID VAN DE VOEDSELKETEN  
EN LEEFMILIEU**

N. 2003 — 1017

[C — 2003/22257]

**12 MAART 2003. — Koninklijk besluit tot vaststelling van de wijze van het nemen van monsters voor de officiële controle op de maximumgehalten aan lood, cadmium, kwik, 3-MCPD en dioxines en voor de gehaltebepaling van dioxineachtige PCB's in voedingsmiddelen**

ALBERT II, Koning der Belgen,  
Aan allen die nu zijn en hierna wezen zullen, Onze Groet.

Gelet op de wet van 4 februari 2000 houdende oprichting van het Federaal Agentschap voor de Veiligheid van de Voedselketen, inzonderheid op artikel 5;

Gelet op het koninklijk besluit van 22 februari 2001 houdende organisatie van de controles die worden verricht door het Federaal Agentschap voor de Veiligheid van de Voedselketen en tot wijziging van diverse wettelijke bepalingen, inzonderheid op artikel 3, § 5;

Gelet op het ministerieel besluit van 5 april 2002 tot vaststelling van de wijze van het nemen van monsters voor de officiële controle op de maximumgehalten aan lood, cadmium, kwik en 3-MCPD in bepaalde voedingsmiddelen;

Gelet op de verordening (EG) Nr. 466/2001 van de Commissie van 8 maart 2001 tot vaststelling van maximumgehalten aan bepaalde verontreinigingen in levensmiddelen, zoals gewijzigd door de verordeningen 2375/2001, 221/2002, 257/2002, 472/2002 en 563/2002;

Gelet op de richtlijn 2001/22/EG van de Commissie van 8 maart 2001 tot vaststelling van bemonsteringswijzen en ontledingmethoden voor de officiële controle op de maximumgehalten aan lood, cadmium, kwik en 3-MCPD in levensmiddelen;

Gelet op de richtlijn 2002/69/EG van de Commissie van 26 juli 2002 tot vaststelling van bemonsteringswijzen en ontledingmethoden voor de officiële controle op dioxinen en de gehaltebepaling van dioxineachtige PCB's in levensmiddelen;

Gelet op de aanbeveling 2002/201/EG van de Commissie van 4 maart 2002 inzake de reductie van de aanwezigheid van dioxines, furanen, en PCB's in diervoeder en levensmiddelen;

Gelet op het advies van het wetenschappelijk comité van het Federaal Agentschap voor de Veiligheid van de Voedselketen, gegeven op 25 februari 2003;

Gelet op de wetten op de Raad van State, gecoördineerd op 12 januari 1973, inzonderheid op artikel 3, § 1 vervangen door de wet van 4 juli 1989 en gewijzigd door de wet van 4 augustus 1996;

Gelet op de dringende noodzakelijkheid gemotiveerd door de verplichting om zich binnen door bovenvermeld bepaalde termijn richtlijn 2002/69/EG te schikken, met name 28 februari 2003;

Op de voordracht van Onze Minister van Volksgezondheid,

Besluit :

**Artikel 1.** Bij de monsterneming met het oog op de officiële controle van de naleving van de maximale gehalten aan lood, cadmium, kwik, 3-MCPD en dioxines bepaald in verordening (EG) nr. 466/2001, alsook bij de monsterneming met het oog op de gehaltebepaling van dioxineachtige PCB's in levensmiddelen zoals voorzien in aanbeveling 2002/201/EG, moeten de bepalingen in de bijlage van dit besluit worden toegepast. De op die manier verkregen verzamelmonsters worden geacht representatief te zijn voor de betrokken partijen.

Indien de hier beschreven bemonsteringswijze niet kan worden toegepast zonder aanzienlijke economische schade toe te brengen (bij voorbeeld wegens de vorm van de verpakking of de aard van de vervoermiddelen), kan een alternatieve bemonsteringswijze worden toegepast mits die zo representatief mogelijk is en nauwkeurig wordt beschreven in het proces-verbaal.

**Art. 2.** L'arrêté ministériel du 5 avril 2002 portant fixation de la manière de prélever les échantillons pour le contrôle officiel des teneurs maximales en plomb, cadmium, mercure et 3-MCPD dans certaines denrées alimentaires est abrogé.

**Art. 3.** Le présent arrêté entre en vigueur le jour de sa publication au *Moniteur belge*.

**Art. 4.** Notre Ministre de la Santé publique est chargé de l'exécution du présent arrêté.

Donné à Bruxelles, le 12 mars 2003.

ALBERT

Par le Roi :

Le Ministre de la Santé publique,  
J. TAVERNIER

**Art. 2.** Het ministerieel besluit van 5 april 2002 tot vaststelling van de wijze van het nemen van monsters voor de officiële controle op de maximumgehalten aan lood, cadmium, kwik en 3-MCPD in bepaalde voedingsmiddelen wordt opgeheven.

**Art. 3.** Dit besluit treedt in werking de dag van bekendmaking in het Belgisch staatsblad.

**Art. 4.** Onze Minister van Volksgezondheid is belast met de uitvoering van dit besluit.

Gegeven te Brussel, 12 maart 2003.

ALBERT

Van Koningswege :

De Minister van Volksgezondheid,  
J. TAVERNIER

Annexe

**Méthodes de prélèvement d'échantillons pour le contrôle officiel des teneurs en plomb, cadmium, mercure, 3-MCPD et dioxines (PCDD/PCDF) et pour le dosage des pcb de type dioxine dans certaines denrées alimentaires**

**1. Objet et domaine d'application**

Les échantillons destinés au contrôle officiel des teneurs en plomb, cadmium, mercure, 3-MCPD, dioxines (PCDD/PCDF) des denrées alimentaires ainsi qu'à la détermination des teneurs en PCB de type dioxine des denrées alimentaires sont à prélever conformément aux méthodes décrites ci-dessous. Les échantillons globaux ainsi obtenus sont considérés comme représentatifs des lots ou sous-lots sur lesquels ils sont prélevés. Le respect des teneurs maximales fixées dans le règlement (CE) n° 466/2001 portant fixation de teneurs maximales pour certains contaminants dans les denrées alimentaires, est établi sur la base des teneurs déterminées dans les échantillons de laboratoire.

Tableau de l'OMS TEF pour l'évaluation des risques pour les êtres humains, fondé sur les conclusions de la réunion de l'OMS tenue à Stockholm (Suède), du 15 au 18 juin 1997 [Van den Berg et al. (1998) Toxic Equivalency Factors (TEFs) for PCBs, PCDDs, PCDFs for Humans and for Wildlife. *Environmental Health Perspectives*, 106(12), 775].

Congénère	Valeur du TEF	Congénère	Valeur du TEF
<b><i>Dibenzo-p-dioxines (PCDD)</i></b>		<b><i>PCB "de type dioxine" PCB non-ortho + PCB mono-ortho</i></b>	
2,3,7,8-TCDD	1	PCB non-ortho	
1,2,3,7,8-PeCDD	1	PCB 77	0,0001
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB 81	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB 126	0,1
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1	PCB 169	0,01
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01		
OCDD	0,0001	<b><i>PCB mono-ortho</i></b>	
<b><i>Dibenzofuranes (PCDF)</i></b>		PCB 105	0,0001
2,3,7,8-TCDF	0,1	PCB 114	0,0005
1,2,3,7,8-PeCDF	0,05	PCB 118	0,0001
2,3,4,7,8-PeCDF	0,5	PCB 123	0,0001
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,1	PCB 156	0,0005
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 157	0,0005
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,1	PCB 167	0,00001
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 189	0,0001
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,01		
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,01		
OCDF	0,0001		

Abréviations utilisées : T = tetra; Pe = penta; Hx = hexa; Hp = hepta; O = octa; CDD = chlorodibenzodioxine; CDF = chlorodibenzofurane; CB = chlorobiphényle



## 2. Définitions

« Lot » : quantité identifiable d'une denrée alimentaire, livrée en une fois, pour laquelle il est établi par l'agent responsable qu'elle présente des caractéristiques communes, telles que l'origine, la variété, le type d'emballage, l'emballer, l'expéditeur ou le marquage. Dans le cas des poissons et des produits de la pêche, la taille de l'animal doit également être comparable.

« 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 élémentaires prélevés sur le lot ou le sous-lot.

« Echantillon de laboratoire » : partie ou quantité représentative de l'échantillon global destinée au laboratoire.

## 3. Dispositions générales

### 3.1. Produit à échantillonner

Tout lot à analyser fait l'objet d'un échantillonnage séparé.

### 3.2. 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 susceptible de modifier la teneur en plomb, cadmium, mercure, 3-MPCD, dioxines et en PCB de type dioxine, de perturber les analyses ou de compromettre la représentativité des échantillons globaux.

### 3.3. Echantillons élémentaires

Dans la mesure du possible, les échantillons élémentaires sont prélevés en divers points du lot ou sous-lot. Toute dérogation à cette règle est à signaler dans le procès-verbal prévu au point 3.7.

### 3.4. Préparation de l'échantillon global

L'échantillon global est obtenu en assemblant tous les échantillons élémentaires. Il doit peser au moins 1 kilogramme (kg) à moins que ce ne soit pas possible.

### 3.5. Subdivision de l'échantillon global en échantillons de laboratoire

Les échantillons de laboratoire sont prélevés sur l'échantillon global homogénéisé. La taille des échantillons de laboratoire doit être suffisante pour permettre au moins une double analyse.

### 3.6. Conditionnement et envoi des échantillons globaux et de laboratoire

Chaque échantillon global ou de laboratoire est placé dans un récipient propre, en matériau inerte, le protégeant convenablement contre tout facteur de contamination, toute perte de substance à analyser par absorption sur la paroi interne du récipient et tout dommage pouvant résulter du transport. Toutes les précautions nécessaires doivent être prises pour éviter que la composition des échantillons globaux et de laboratoire se modifie au cours du transport ou du stockage.

### 3.7. Fermeture et étiquetage des échantillons globaux et de laboratoire

Chaque échantillon officiel est scellé sur le lieu de prélèvement et identifié. Pour chaque prélèvement, un procès-verbal d'échantillonnage doit être établi, permettant d'identifier sans ambiguïté le lot échantillonné et reprenant la date et le lieu d'échantillonnage, ainsi que toute information supplémentaire pouvant être utile à l'analyste.

## 4. Plans d'échantillonnage

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

### 4.1. Plomb, cadmium, mercure, 3-MCPD

Dans le cas de produits liquides pour lesquels on peut supposer une distribution homogène du contaminant en question à l'intérieur d'un lot donné, il est suffisant de prélever un échantillon élémentaire par lot qui constitue l'échantillon global. On indiquera le numéro du lot. Les produits liquides contenant des protéines végétales hydrolysées (PVH) ou de la sauce de soja liquide doivent être bien agités, ou homogénéisés par tout autre moyen approprié, avant le prélèvement de l'échantillon élémentaire.

Pour les autres produits, le nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever du lot est indiqué dans le tableau 1.

A chaque endroit sélectionné du lot, deux échantillons élémentaires sont prélevés, l'un destiné à la constitution d'échantillons globaux et de laboratoire pour la première analyse, l'autre destiné à la constitution d'échantillons globaux et de laboratoire pour la contre-analyse.

**4.2. Dioxines (PCDD/PCDF) et PCB de type dioxine**

Dans le cas du lait et des huiles, pour lesquels on peut présumer une répartition homogène des contaminants concernés au sein d'un lot donné, il est suffisant de prélever trois échantillons par lot constituant l'échantillon global.

Le poids de l'échantillon global réunissant tous les échantillons élémentaires sera d'au moins 1 kg (voir point 3.4.), sauf au cas où un tel prélèvement n'est pas réalisable. Les échantillons élémentaires doivent avoir un poids semblable. Un échantillon élémentaire doit peser au moins 100 grammes. Le poids de l'échantillon élémentaire dépend de la taille des particules dans le lot. Par dérogation à ce qui précède, l'échantillon global pour les œufs de poule est au moins de 12 œufs.

Pour les autres produits, le nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever du lot est indiqué dans le tableau 1.

A chaque endroit sélectionné du lot, deux échantillons élémentaires sont prélevés, l'un destiné à la constitution d'échantillons globaux et de laboratoire pour la première analyse, l'autre destiné à la constitution d'échantillons globaux et de laboratoire pour la contre-analyse.

Tableau 1  
Nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever sur le lot

Poids du lot (à exprimer en kg)	Nombre d'échantillons élémentaires à prélever
< 50	3
50 à 500	5
> 500	10

Si le lot se présente en emballages distincts, le nombre d'emballages à prélever pour former l'échantillon global est indiqué dans le tableau 2.

Tableau 2  
Nombre d'emballages (échantillons élémentaires)  
à prélever pour former l'échantillon global si le lot se compose d'emballages distincts

Nombre d'emballages ou d'unités compris dans le lot	Nombre d'emballages ou d'unités à prélever
1 à 25	1 emballage ou unité
26 à 100	5 % environ, au moins 2 emballages ou unités
> 100	5 % environ, un maximum de 10 emballages ou unités

Vu pour être annexé à Notre arrêté du 12 mars 2003 portant fixation de la manière de prélever les échantillons pour le contrôle officiel des teneurs maximales en plomb, cadmium, mercure, 3-MCPD et dioxines et pour le dosage des PCB de type dioxine dans certaines denrées alimentaires.

ALBERT

Par le Roi :

Le Ministre de la Santé publique,  
J. TAVERNIER

Bijlage

**Bemonsteringsmethoden voor de officiële controle op het gehalte aan lood, cadmium, kwik, 3-MCPD en dioxinen (PCDD'S/PCDF'S) en voor de gehaltebepaling van dioxineachtige PCB's in bepaalde levensmiddelen**

**1. Doel en toepassingsgebied**

De monsters voor de officiële controle op het gehalte aan lood, cadmium, kwik, 3-MCPD en dioxine (PCDD's/PCDF's) en de gehaltebepaling van dioxineachtige PCB's in levensmiddelen worden genomen overeenkomstig de onderstaande methoden. De op die manier verkregen verzamelmonsters worden geacht representatief te zijn voor de partijen of subpartijen waarvan zij zijn genomen. Op basis van de gehalten die in de laboratoriummonsters worden geconstateerd, wordt bepaald of de partijen voldoen aan de maximumgehalten zoals vastgesteld bij verordening (EG) nr. 466/2001 tot vaststelling van maximumgehalten aan bepaalde verontreinigingen in levensmiddelen.

Tabel TEF's van de WHO voor de beoordeling van de risico's voor de mens, gebaseerd op de conclusies van de bijeenkomst van de Wereldgezondheidsorganisatie in Stockholm, Zweden, 15-18 juni 1997 [Van den Berg e.a., (1998) Toxic Equivalency Factors (TEFs) for PCBs, PCDDs, PCDFs for Humans and for Wildlife. Environmental Health Perspectives, 106(12), 775].

Congeneer	TEF	Congeneer	TEF
<b>Dibenzo-p-dioxines ("PCDD's")</b>		<b>"Dioxineachtige" PCB's non-ortho-PCB's + mono-ortho-PCB's</b>	
2,3,7,8-TCDD	1	Non-ortho-PCB's	
1,2,3,7,8-PeCDD	1	PCB 77	0,0001
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB 81	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB 126	0,1
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1	PCB 169	0,01
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01		
OCDD	0,0001		
<b>Dibenzofuranen ("PCDFs")</b>		<b>Mono-ortho-PCB's</b>	
2,3,7,8-TCDF	0,1	PCB 105	0,0001
1,2,3,7,8-PeCDF	0,05	PCB 114	0,0005
2,3,4,7,8-PeCDF	0,5	PCB 118	0,0001
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,1	PCB 123	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 156	0,0005
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,1	PCB 157	0,0005
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 167	0,00001
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,01	PCB 189	0,0001
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,01		
OCDF	0,0001		

Gebruikte afkortingen : T = tetra; Pe = penta; Hx = hexa; Hp = hepta; O = octa; CDD = chloordibenzodioxine; CDF = chloordibenzofuran; CB = chloorbifenyl

## 2. Definities

Partij : identificeerbare hoeveelheid levensmiddel die in één zending is geleverd en waarbij de verantwoordelijke functionaris gemeenschappelijke kenmerken heeft geconstateerd, zoals herkomst, soort, type verpakking, verpakker, verzender of aangebrachte vermeldingen of stempels. In geval van vissen en visserijproducten dienen ook de afmetingen van de vissen vergelijkbaar te zijn.

Subpartij : deel van een grote partij dat voor bemonsteringdoeleinden van die partij is afgescheiden. Elke subpartij moet fysiek gescheiden zijn en identificeerbaar zijn.

Basismonster : hoeveelheid materiaal die op één plaats uit de partij of subpartij is genomen.

Verzamelmonster : de samengevoegde basismonsters die uit de partij of de subpartij zijn genomen.

Laboratoriummonster : een representatief deel of een representatieve hoeveelheid van het verzamelmonster, bestemd voor het laboratorium.

## 3. Algemene bepalingen

### 3.1. Te bemonsteren product

Elke partij die moet worden geanalyseerd, wordt afzonderlijk bemonsterd.

### 3.2. Voorzorgsmaatregelen

Bij de bemonstering en de bereiding van de laboratoriummonsters moet worden voorkomen dat zich veranderingen voordoen waardoor het gehalte aan lood, cadmium, kwik, 3-MCPD, dioxinen en dioxineactige PCB's kan veranderen of de analyses of de representativiteit van het verzamelmonster kunnen worden beïnvloed.

### 3.3. Basismonsters

De basismonsters worden voorzover dit uitvoerbaar is op verschillende plaatsen uit de partij of de subpartij genomen. Als hiervan wordt afgeweken, wordt dit in het in punt 3.7 bedoelde verslag vermeld.

### 3.4. Bereiding van het verzamelmonster

Het verzamelmonster wordt verkregen door alle basismonsters bij elkaar te voegen. Het moet een gewicht van minimaal 1 kg hebben, behalve als dat niet uitvoerbaar is, bijvoorbeeld als een enkele verpakking bemonsterd is.

### 3.5. Verdeling van het verzamelmonster in laboratoriummonsters

De laboratoriummonsters worden genomen uit het gehomogeniseerde verzamelmonster. De grootte van de laboratoriummonsters moet zodanig zijn dat ten minste duplo-analyses mogelijk zijn.

**3.6. Verpakking en verzending van de verzamel- en laboratoriummonsters**

Elk verzamel- en laboratoriummonster wordt in een schoon recipiënt van inert materiaal geplaatst dat een degelijke bescherming biedt tegen verontreiniging, verlies van analyten door absorptie aan de binnenwand van het recipiënt en beschadiging tijdens het vervoer. Voorts wordt het nodige gedaan om verandering in de samenstelling van de verzamel- en laboratoriummonsters tijdens vervoer of opslag te voorkomen.

**3.7 Verzending en etikettering van de verzamel- en laboratoriummonsters**

Elk officieel monster wordt op de plaats van bemonstering verzegeld en geïdentificeerd. Van elke bemonstering wordt een bemonsteringsverslag opgesteld aan de hand waarvan de bemonsterde partij ondubbelzinnig kan worden geïdentificeerd; hierin worden bemonsteringsdatum en -plaats en alle andere voor de analist nuttige gegevens vermeld.

**4. Bemonstering**

Bij de gebruikte bemonsteringswijze wordt ervoor gezorgd dat het verzamelmonster representatief is voor de te controleren partij.

**4.1. Lood, cadmium, kwik, 3-MCPD**

In geval van vloeibare producten waarbij ervan uitgegaan mag worden dat de verontreiniging in kwestie in een partij homogeen verdeeld is, volstaat het om één basismonster per partij te nemen, dat dan het verzamelmonster is. Het partijnummer moet vermeld worden. Vloeibare producten die gehydrolyseerd plantaardig eiwit (HVP) of vloeibare sojasaus bevatten, worden goed geschud of op andere geschikte wijze gehomogeniseerd alvorens het basismonster wordt genomen.

Voor andere producten is het minimum aantal basismonsters dat van de partij dient te worden genomen in tabel 1 aangegeven.

Op elke gekozen plaats in de partij worden zowel een basismonster voor eerste ontleding, alsook een basismonster voor de samenstelling van de verzamel- en laboratoriummonsters voor tegenontleding genomen.

**4.2. Dioxinen (PCDD/PCDF) en dioxineachtige PCB's**

In geval van melk en oliën, waarbij ervan uitgegaan mag worden dat de verontreinigingen in kwestie in een partij homogeen verdeeld zijn, volstaat het om drie basismonsters per partij te nemen, die samen het verzamelmonster vormen. Het partijnummer moet worden vermeld.

Het verzamelmonster (totaal van alle basismonsters) moet een gewicht van minstens 1 kg hebben (zie punt 3.4). De basismonsters moeten van vergelijkbaar gewicht zijn. Het gewicht van het basismonster moet minimaal 100 zijn. Dit gewicht hangt af van de grootte van de deeltjes in de partij. In afwijking van het vorige, bedraagt de omvang van het te nemen verzamelmonster voor kippeneieren ten minste twaalf eieren.

Voor andere producten is het minimum aantal basismonsters dat van de partij dient te worden genomen in tabel 1 aangegeven.

Op elke gekozen plaats in de partij worden zowel een basismonster voor eerste ontleding, alsook een monster voor de samenstelling van de verzamel- en laboratoriummonsters voor tegenontleding genomen.

Tabel 1  
Minimum aantal van de partij te nemen basismonsters

Gewicht van de partij (in kg)	Minimum aantal basismonsters
< 50	3
Van 50 tot 500	5
> 500	10

Indien de partij uit afzonderlijke verpakkingen bestaat, wordt voor het verzamelmonster een aantal verpakkingen genomen overeenkomstig tabel 2.

Tabel 2  
Aantal voor de vorming van het verzamelmonster te bemonsteren verpakkingen (basismonsters)  
ingeval de partij uit afzonderlijke verpakkingen bestaat

Aantal verpakkingen of eenheden in de partij	Aantal te bemonsteren verpakkingen of eenheden
Van 1 tot 25	Eén verpakking of eenheid
Van 26 tot 100	Circa 5 %, minimaal twee verpakkingen of eenheden
> 100	Circa 5 %, maximaal tien verpakkingen of eenheden

Gezien om te worden gevoegd bij Ons besluit van 12 maart 2003 tot vaststelling van de wijze van het nemen van monsters voor de officiële controle op de maximumgehalten aan lood, cadmium, kwik, 3-MCPD en dioxinen en voor de gehaltebepaling van dioxineachtige PCB's in voedingsmiddelen.

ALBERT

Van Koningswege :

De Minister van Volksgezondheid,  
J. TAVERNIER

SERVICE PUBLIC FEDERAL SANTE PUBLIQUE,  
SECURITE DE LA CHAINE ALIMENTAIRE  
ET ENVIRONNEMENT

F. 2003 — 1018

[C — 2003/22228]

27 FEVRIER 2003. — Arrêté ministériel fixant le mode de préparation des échantillons et les critères pour les méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs maximales en mycotoxines dans certaines denrées alimentaires

Le Ministre de la Santé publique,

Vu la loi du 4 février 2000 relative à la création de l'Agence fédérale pour la Sécurité de la Chaîne alimentaire, notamment l'article 5;

Vu l'arrêté royal du 22 février 2001 organisant les contrôles effectués par l'Agence fédérale pour la Sécurité de la Chaîne alimentaire et modifiant diverses dispositions légales, notamment l'article 3, § 5;

Vu le règlement (CE) n° 466/2001 de la Commission du 8 mars 2001 portant fixation de teneurs maximales pour certains contaminants dans les denrées alimentaires, modifié par les règlements (CE) n° 257/2002 de la Commission du 12 février 2002 et 472/2002 de la Commission du 12 mars 2002;

Vu la directive 2002/26/CE de la Commission du 13 mars 2002 portant fixation des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en ochratoxine A des denrées alimentaires;

Vu la directive 98/53/CE de la Commission du 16 juillet 1998 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, telle que modifiée par la directive 2002/27/CE de la Commission du 13 mars 2002;

Vu l'avis du comité scientifique de l'Agence fédérale pour la Sécurité de la Chaîne alimentaire, donné le 23 décembre 2002;

Vu les lois sur le Conseil d'Etat, coordonnées le 12 janvier 1973, notamment l'article 3, § 1<sup>er</sup> et 84, alinéa 1<sup>er</sup>, 1°, remplacé par la loi du 4 juillet 1989 et modifié par la loi du 4 août 1996;

Vu l'urgence motivée par la nécessité de se conformer au délai prescrit par les directives 2002/26/CE et 98/53/CE susmentionnées, à savoir le 28 février 2003;

Arrête :

**Article 1<sup>er</sup>.** Le présent arrêté s'applique aux denrées alimentaires pour lesquelles des teneurs maximales d'aflatoxines, et d'ochratoxine A, sont fixées dans le règlement (CE) n° 466/2001 visé au préambule.

**Art. 2.** § 1<sup>er</sup>. Lors de la préparation des échantillons et des analyses destinées au contrôle officiel (analyse et contre-analyse) des teneurs en aflatoxine des produits visés à l'article 1<sup>er</sup>, les laboratoires s'en tiennent aux dispositions arrêtées dans le chapitre Ier de l'annexe du présent arrêté.

§ 2. Lors de la préparation des échantillons et des analyses destinées au contrôle officiel (analyse et contre-analyse) des teneurs en ochratoxine A des produits visés à l'article 1<sup>er</sup>, les laboratoires s'en tiennent aux dispositions arrêtées dans le chapitre II de l'annexe du présent arrêté.

**Art. 3.** Le présent arrêté produit ses effets le 28 février 2003.

Donné à Bruxelles, le 27 février 2003.

J. TAVERNIER

FEDERALE OVERHEIDSDIENST VOLKSGEZONDHEID,  
VEILIGHEID VAN DE VOEDSELKETEN  
EN LEEFMILIEU

N. 2003 — 1018

[C — 2003/22228]

27 FEBRUARI 2003. — Ministerieel besluit tot vaststelling van de wijze van monstervoorbereiding en criteria voor de analysemethoden voor de officiële controle op de maximumgehalten aan mycotoxines in bepaalde voedingsmiddelen

De Minister van Volksgezondheid,

Gelet op de wet van 4 februari 2000 houdende oprichting van het Federaal Agentschap voor de Veiligheid van de Voedselketen, inzonderheid artikel 5;

Gelet op het koninklijk besluit van 22 februari 2001 houdende organisatie van de controles die worden verricht door het Federaal Agentschap voor de Veiligheid van de Voedselketen en tot wijziging van diverse wettelijke bepalingen, in het bijzonder artikel 3, § 5;

Gelet op de verordening (EG) nr. 466/2001 van de Commissie van 8 maart 2001 tot vaststelling van maximumgehalten aan bepaalde verontreinigingen in levensmiddelen, zoals gewijzigd bij de verordeningen (EG) nr. 257/2002 van de Commissie van 12 februari 2002 en 472/2002 van de Commissie van 12 maart 2002;

Gelet op de richtlijn 2002/26/EG van de Commissie van 13 maart 2002 tot vaststelling van de bemonsteringswijzen en analysemethoden voor de officiële controle op de gehalten aan ochratoxine A in levensmiddelen;

Gelet op de richtlijn 98/53/EG van de Commissie van 16 juli 1998 tot vaststelling van bemonsteringswijzen en analysemethoden voor de officiële controle op de maximumgehalten aan bepaalde verontreinigingen in levensmiddelen, zoals gewijzigd door de richtlijn 2002/27/EG van de Commissie van 13 maart 2002;

Gelet op het advies van het wetenschappelijk comité van het Federaal Agentschap voor de Veiligheid van de Voedselketen, gegeven op 23 december 2002;

Gelet op de wetten op de Raad van State, gecoördineerd op 12 januari 1973, inzonderheid op artikel 3, § 1, en 84, eerste lid, 1°, vervangen door de wet van 4 juli 1989 en gewijzigd door de wet van 4 augustus 1996;

Gelet op de dringende noodzakelijkheid gemotiveerd door de verplichting om zich binnen de door bovenvermelde richtlijnen 2002/26/EG en 98/53/EG met name de 28 februari 2003;

Besluit :

**Artikel 1.** Dit besluit is van toepassing op de voedingsmiddelen waarvoor maximale gehalten voor aflatoxines en ochratoxine A zijn vastgelegd in verordening (EG) nr. 466/2001 bedoeld in de aanhef.

**Art. 2.** § 1. Bij de bereiding van de monsters en bij de ontledingen voor de officiële controle (ontleding en tegenontleding) op de gehalten aan aflatoxine van de in artikel 1 bedoelde producten, houden de laboratoria zich aan de bepalingen vastgesteld in Hoofdstuk I van de bijlage van dit besluit.

§ 2. Bij de bereiding van de monsters en bij de ontledingen voor de officiële controle (ontleding en tegenontleding) op de gehalten aan ochratoxine A van de in artikel 1 bedoelde producten, houden de laboratoria zich aan de bepalingen vastgesteld in Hoofdstuk II van de bijlage van dit besluit.

**Art. 3.** Dit besluit heeft uitwerking met ingang van 28 februari 2003.

Gegeven te Brussel, 27 februari 2003.

J. TAVERNIER

## Annexe

CHAPITRE I<sup>er</sup>. — 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. 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.

## 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 d'amande dans les fruits entiers. 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.

## 3. Traitement de l'échantillon reçu dans le laboratoire

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. Chaque échantillon de laboratoire prélevé est broyé finement et soigneusement mélangé selon une méthode garantissant une homogénéisation complète.

## 4. Méthode d'analyse à utiliser par le laboratoire

Les laboratoires doivent appliquer une méthode qui respecte les critères suivants :

Critère	Fourchette de concentration	Valeur recommandée	Valeur maximale admise
Valeurs à blanc	Toutes concentrations	Négligeable	
Récupération- aflatoxine M1	0,01-0,05 µg/kg > 0,05 µg/kg	60 tot 120 % 70 tot 110 %	
Récupération- aflatoxines B1, B2, G1 et G2	< 1,0 µg/kg 1-10 µg/kg > 10 µg/kg	50 tot 120 % 70 tot 110 % 80 tot 110 %	
Fidélité RSD <sub>R</sub>	Toutes concentrations	Dérivée de l'équation d'Horwitz	2 x la valeur dérivée de l'équation d'Horwitz
Le rapport entre la fidélité RSD <sub>r</sub> et la fidélité RSD <sub>R</sub> peut être estimé à 0,66 pour la concentration concernée.			

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 :

$$RSD_R = 2 (1 - 0,5 \log C)$$

équation dans laquelle :

- RSD<sub>R</sub> 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 = 1 000 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.

## 5. Rapport d'analyse

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 indiqués dans le rapport.

Le résultat analytique est exprimé sur la partie comestible, en µg/kg. Le pourcentage de la partie comestible (voir point 2) doit être indiqué dans le rapport.

Quand une homogénéisation humide des denrées alimentaires sèches est appliquée, le rapport d'analyse doit mentionner le pourcentage des denrées alimentaires sur l'homogénéisat, indiquant clairement, en cas de besoin, s'il s'agit de la partie comestible ou si le fruit à coque est entier avec sa coque.



CHAPITRE II. — *Préparation des échantillons et critères généraux auxquels doivent satisfaire les méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en ochratoxine A de certaines denrées alimentaires*

1. Traitement de l'échantillon reçu dans le laboratoire

L'ochratoxine A pouvant être 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. Chaque échantillon de laboratoire prélevé est broyé finement et soigneusement mélangé selon une méthode garantissant une homogénéisation complète.

2. Méthode d'analyse à utiliser par le laboratoire

Les laboratoires doivent appliquer une méthode qui respecte les critères suivants :

Teneur µg/kg	Ochratoxine A		
	RSD <sub>r</sub> %	RSD <sub>R</sub> %	Pourcentage de récupération %
<1	≤40	≤60	50 à 120
1-10	≤20	≤30	70 à 110

RSD<sub>r</sub> est l'écart-type relatif, calculé à partir des résultats d'analyse obtenus dans des conditions de répétabilité ( $S_r/X \times 100$ ); X représente la moyenne des résultats d'analyse pour tous les laboratoires et tous les échantillons; S<sub>r</sub> est l'écart-type, calculé à partir des résultats d'analyse obtenus dans des conditions de répétabilité;

r représente la répétabilité : la 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  $r = 2,8 \times s_r$ .

RSD<sub>R</sub> est l'écart-type relatif, calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de reproductibilité ( $s_R/X \times 100$ ); X représente la moyenne des résultats d'analyse pour tous les laboratoires et tous les échantillons; s<sub>R</sub> est l'écart-type, calculé à partir des résultats d'analyse obtenus dans des conditions de reproductibilité; R représente la reproductibilité : la 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 reproductibilité (c'est-à-dire pour un produit identique, obtenu par des opérateurs dans différents laboratoires utilisant la méthode de test normalisée), se situe dans une certaine limite de probabilité (en principe 95 %); d'où  $R = 2,8 \times s_R$ .

Les valeurs relatives à la fidélité sont calculées à partir de l'équation d'Horwitz,

c'est-à-dire :

$$RSD_R = 2^{(1-0,5 \log C)}$$

- RSD<sub>R</sub> représente l'écart-type relatif, calculé à partir des résultats d'analyse obtenus dans des conditions de reproductibilité [ $(S_R/X) \times 100$ ];

- C est le taux de concentration (1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1 000 mg/kg).

Il s'agit d'une équation générale relative à la fidélité qui a été jugée indépendante de l'analyse ou de la matrice et dépendante uniquement de la concentration pour la plupart des méthodes d'analyse de routine.

3. Rapport d'analyse

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 indiqués dans le rapport.

Le résultat analytique est exprimé en µg/kg, tout comme les teneurs maximales dans le règlement (CE) N° 466/2001.

Vu pour être annexé à l'arrêté ministériel du 27 février 2003 fixant le mode de préparation des échantillons et les critères pour les méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs maximales en mycotoxines dans certaines denrées alimentaires.

Le Ministre de la Protection de la Consommation, de la Santé publique et de l'Environnement,

J. TAVERNIER

Bijlage

HOOFDSTUK I. — *Bereiding van de monsters en algemene criteria voor de analysemethoden die worden gebruikt voor de officiële controle op de aflatoxinegehalten van bepaalde voedingsmiddelen*

1. Voorzorgsmaatregelen

Tijdens de bereiding moet het daglicht zoveel mogelijk worden geweerd, want aflatoxine breekt onder invloed van ultraviolet licht geleidelijk af.

2. Berekening van de verhouding tussen dop en kern bij hele noten

De maximumgehalten aan aflatoxinen die bij Verordening (EG) Nr. 1525/98 zijn vastgesteld, gelden voor het eetbare gedeelte.

Het aflatoxinegehalte van het eetbare gedeelte kan als volgt worden bepaald :

- de hele noten van de monsters worden gedopt en het aflatoxinegehalte wordt bepaald op het eetbare gedeelte, of

- voor de bereiding van het monster wordt de hele noot met de dop gebruikt.

In dit geval moet worden geraamd wat het gewicht is van de kernen in het verzamelmonster. Daarvoor wordt een coëfficiënt vastgesteld die de verhouding van de kernen op de hele noten weergeeft. De verhouding wordt vastgesteld op basis van een honderdtal hele noten die uit de partij of uit het verzamelmonster worden genomen. Ze worden gewogen en gedopt en nadien worden de doppen en de kernen afzonderlijk gewogen.

## 3. Behandeling van het monster dat het laboratorium ontvangt

Aangezien aflatoxine zeer ongelijkmatig over de partij verdeeld is, moeten de monsters met zeer veel zorg worden bereid (en vooral zeer goed worden gehomogeniseerd). Voor de homogenisatie moet al het materiaal worden gebruikt dat naar het laboratorium is opgestuurd.

Elk monster wordt fijngemalen en zorgvuldig vermengd zodat een volledig homogeen product ontstaat.

## 4. Door de laboratoria toe te passen analysemethoden

De laboratoria moeten een methode gebruiken die aan de volgende criteria voldoet :

criterium	Concentratiebereik	Aanbevolen waarde	Toegestane maximumwaarde
Blancowaarden	Alle concentraties	Verwaarloosbaar	
Terugvinding aflatoxine M1	0,01-0,05 µg/kg > 0,05 µg/kg	60 tot 120 % 70 tot 110 %	
Terugvinding aflatoxinen B1, B2, G1 en G2	< 1,0 µg/kg 1-10 µg/kg > 10 µg/kg	50 tot 120 % 70 tot 110 % 80 tot 110 %	
RSD <sub>R</sub> -betrouwbaarheid	Alle concentraties	Op basis van de vergelijking van Horwitz	2 x de waarde op basis van de vergelijking van Horwitz
De verhouding van de RSD <sub>R</sub> -betrouwbaarheid op de RSD <sub>R</sub> -betrouwbaarheid mag verondersteld worden 0,66 te zijn voor de betrokken concentratie.			

## Opmerkingen :

- De waarden gelden zowel voor B1 als voor de som van B1, B2, G1 en G2.
- Als de som van de concentraties van de afzonderlijke aflatoxinen B1, B2, G1 en G2 moet worden geregistreerd, moet voor elk van die soorten aflatoxinen bekend zijn welk terugvindingspercentage de gebruikte analysemethode oplevert, of moeten de terugvindingspercentages van die soorten equivalent zijn.
- De limieten van aantoning bij de gebruikte methoden zijn niet aangegeven, aangezien de betrouwbaarheidsparameters voor de betrokken concentraties zijn gegeven.
- De betrouwbaarheidsparameters worden berekend met de vergelijking van Horwitz, d.i. :
  - $RSD_R = 2 (1 - 0,5 \log C)$  waarbij :
  - RSD<sub>R</sub> de relatieve standaardafwijking is, berekend op basis van resultaten die onder reproduceerbaarheidsomstandigheden zijn verkregen [ $(S_R/x) \times 100$ ],
  - C de concentratieverhouding is ( $1 = 100 \text{ g}/100 \text{ g}$ ,  $0,001 = 1 \text{ 000 mg}/\text{kg}$ ).

Dit is een algemene vergelijking voor de betrouwbaarheid, waarvan wordt aangenomen dat zij voor de meeste routineanalysemethoden niet wordt beïnvloed door de analyt of de matrix, maar alleen door de concentratie.

## 5. Analyserapport

Het analytische resultaat wordt geregistreerd al dan niet met een correctie op basis van de terugvinding. De registratiewijze en het terugvindingspercentage moeten worden vermeld.

Het analytische resultaat wordt uitgedrukt op het eetbare gedeelte, in µg/kg. Het percentage eetbare deel (zie punt 2) moet worden vermeld. Indien er een natte homogenisatie van droge voedingsmiddelen gebeurde, dient het analyserapport tevens te vermelden wat het percentage is van het voedingsmiddel op het homogenisaat, waarbij indien relevant ondubbelzinnig wordt vermeld of het hierbij gaat om de hele noten in de dop of enkel het eetbare deel.

HOOFDSTUK II. — *Bereiding van de monsters en algemene criteria voor de analysemethoden die worden gebruikt voor de officiële controle op de gehalten aan ochratoxine A van bepaalde voedingsmiddelen*

## 1. Behandeling van het monster dat het laboratorium ontvangt

Aangezien ochratoxine A zeer ongelijkmatig over de partij kan verdeeld zijn, moeten de monsters met zeer veel zorg worden bereid (en vooral zeer goed worden gehomogeniseerd). Voor de homogenisatie moet al het materiaal worden gebruikt dat naar het laboratorium is opgestuurd. Elk monster wordt fijngemalen en zorgvuldig vermengd zodat een volledig homogeen product ontstaat.

## 2. Door de laboratoria toe te passen ontledingsmethoden

De laboratoria moeten een ontledingsmethode gebruiken die aan de volgende criteria voldoet :

Gehalte µg/kg	Ochratoxine A		
	RSD <sub>r</sub> %	RSD <sub>R</sub> %	Terugvindingspercentage %
<1	≤40	≤60	50 tot 120
1-10	≤20	≤30	70 tot 110

$RSD_r$  is de relatieve standaardafwijking berekend op basis van ontledingsresultaten die onder herhaalbaarheid-omstandigheden zijn verkregen ( $s_r/X \times 100$ ), waarbij  $X$  het gemiddelde is van de ontledingsresultaten voor alle laboratoria en alle monsters,  $S_r$  de standaardafwijking is, berekend op basis van ontledingsresultaten die onder herhaalbaarheid-omstandigheden zijn verkregen,  $r$  de herhaalbaarheid is: de waarde waarvoor geldt dat het absolute verschil tussen de ontledingsresultaten van twee afzonderlijke bepalingen die onder herhaalbaarheid-omstandigheden zijn uitgevoerd (hetzelfde monster, dezelfde persoon, dezelfde apparatuur, hetzelfde laboratorium, en kort na elkaar) met de gekozen waarschijnlijkheid (in principe 95 %) daarbeneden ligt, zodat  $r = 2,8 \times s_r$ .

$RSD_R$  is de relatieve standaardafwijking berekend op basis van ontledingsresultaten die onder reproduceerbaarheid-omstandigheden zijn verkregen ( $s_R/X \times 100$ ), waarbij  $X$  het gemiddelde is van de ontledingsresultaten voor alle laboratoria en alle monsters,  $S_R$  de standaardafwijking is, berekend op basis van ontledingsresultaten die onder reproduceerbaarheid-omstandigheden zijn verkregen,  $R$  de reproduceerbaarheid is: de waarde waarvoor geldt dat het absolute verschil tussen de ontledingsresultaten van twee afzonderlijke bepalingen die onder reproduceerbaarheid-omstandigheden zijn uitgevoerd (identiek monstermateriaal, bepalingen met de gestandaardiseerde testmethode uitgevoerd door personen in verschillende laboratoria) met de gekozen waarschijnlijkheid (in principe 95 %) daarbeneden ligt, zodat  $R = 2,8 \times s_R$ .

De betrouwbaarheidsparameters worden berekend met de vergelijking van Horwitz,

d.i.:

$$RSD_R = 2^{(1-0,5 \log C)}$$

waarbij:

-  $RSD_R$  de relatieve standaardafwijking is, berekend op basis van ontledingsresultaten die onder reproduceerbaarheid-omstandigheden zijn verkregen [ $(S_R/X) \times 100$ ],

-  $C$  de concentratieverhouding is ( $1 = 100 \text{ g}/100 \text{ g}$ ,  $0,001 = 1 \text{ 000 mg}/\text{kg}$ ).

Dit is een algemene vergelijking voor de betrouwbaarheid, waarvan wordt aangenomen dat zij voor de meeste routine-ontledingsmethoden niet wordt beïnvloed door de analyt of de matrix, maar alleen door de concentratie.

### 3. Ontledingsrapport

Het ontledingsresultaat wordt geregistreerd al dan niet met een correctie op basis van de terugvinding. De registratiemethode en het terugvindingspercentage moeten worden vermeld.

Het ontledingsresultaat wordt uitgedrukt in  $\mu\text{g}/\text{kg}$ , net zoals de maximumgehalten in de verordening (EG) Nr 466/2001.

Gezien om te worden gevoegd bij het ministerieel besluit van 27 februari 2003 tot vaststelling van de wijze van monstervoorbereiding en criteria voor de analysemethoden voor de officiële controle op de maximumgehalten aan mycotoxines in bepaalde voedingsmiddelen.

De Minister van Consumentenzaken, Volksgezondheid en Leefmilieu,  
J. TAVERNIER

**SERVICE PUBLIC FEDERAL SANTE PUBLIQUE,  
SECURITE DE LA CHAINE ALIMENTAIRE  
ET ENVIRONNEMENT**

F. 2003 — 1019

[C — 2003/22256]

**13 MARS 2003. — Arrêté ministériel portant fixation des critères pour les méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs maximales en dioxines et le dosage des PCB de type dioxine dans les denrées alimentaires**

Le Ministre de la Santé publique,

Vu la loi du 4 février 2000 relative à la création de l'Agence fédérale pour la Sécurité de la Chaîne alimentaire, notamment l'article 5;

Vu l'arrêté royal du 22 février 2001 organisant les contrôles effectués par l'Agence fédérale pour la Sécurité de la Chaîne alimentaire et modifiant diverses dispositions légales, notamment l'article 3, § 5;

Vu le règlement (CE) n° 466/2001 de la Commission du 8 mars 2001 portant fixation de teneurs maximales pour certains contaminants dans les denrées alimentaires, comme modifié par les règlements 2375/2001, 221/2002, 257/2002, 472/2002 et 563/2002;

Vu la directive 2002/69/CE de la Commission du 26 juillet 2002 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 recommandation 2002/201/CE de la Commission du 4 mars 2002 sur la réduction de la présence de dioxines, de furanes et de PCB dans les aliments pour animaux et les denrées alimentaires;

Vu l'avis du comité scientifique de l'Agence fédérale pour la Sécurité de la Chaîne alimentaire, donné le 25 février 2003;

**FEDERALE OVERHEIDSDIENST VOLKSGEZONDHEID,  
VEILIGHEID VAN DE VOEDSELKETEN  
EN LEEFMILIEU**

N. 2003 — 1019

[C — 2003/22256]

**13 MAART 2003. — Ministerieel besluit tot vaststelling van de criteria voor analysemethoden voor de officiële controle op de maximumgehalten aan dioxines en voor de gehaldebepaling van dioxineachtige PCB's in voedingsmiddelen**

De Minister van Volksgezondheid,

Gelet op de wet van 4 februari 2000 houdende oprichting van het Federaal Agentschap voor de Veiligheid van de Voedselketen, inzonderheid op artikel 5;

Gelet op het koninklijk besluit van 22 februari 2001 houdende organisatie van de controles die worden verricht door het Federaal Agentschap voor de Veiligheid van de Voedselketen en tot wijziging van diverse wettelijke bepalingen, in het bijzonder op artikel 3, § 5;

Gelet op de verordening (EG) Nr. 466/2001 van de Commissie van 8 maart 2001 tot vaststelling van maximumgehalten aan bepaalde verontreinigingen in levensmiddelen, zoals gewijzigd door de verordeningen 2375/2001, 221/2002, 257/2002, 472/2002 en 563/2002;

Gelet op de richtlijn 2002/69/EG van de Commissie van 26 juli 2002 tot vaststelling van bemonsteringswijzen en analysemethoden voor de officiële controle op dioxinen en de gehaldebepaling van dioxineachtige PCB's in levensmiddelen;

Gelet op aanbeveling 2002/201/EG van de Commissie van 4 maart 2002 inzake de reductie van de aanwezigheid van dioxines, furanen en PCB's in diervoeder en levensmiddelen;

Gelet op het advies van het wetenschappelijk comité van het Federaal Agentschap voor de Veiligheid van de Voedselketen, gegeven op 25 februari 2003;

Vu les lois sur le Conseil d'Etat, coordonnées le 12 janvier 1973, notamment l'article 3, § 1<sup>er</sup>, remplacé par la loi du 4 juillet 1989 et modifié par la loi du 4 août 1996;

Vu l'urgence motivée par la nécessité de se conformer au délai prescrit par la directive 2002/69/CE susmentionnée, à savoir le 28 février 2003;

Arrête :

**Article 1<sup>er</sup>.** Lors de l'analyse en vue du contrôle officiel des teneurs maximales (analyse et contre-analyse) en dioxines fixées dans le règlement CE n° 466/2001, et en vue du dosage des PCB de type dioxine dans les denrées alimentaires, comme prévu dans la recommandation 2002/201/CE, les dispositions de l'article 2 et en annexe au présent arrêté doivent être prises en considération.

**Art. 2.** Le laboratoire procède à une double analyse de l'échantillon de laboratoire si le résultat de la première analyse est inférieur ou supérieur de moins de 20 % à la teneur maximale, et calcule la moyenne des résultats. Lors de l'analyse en double, seule la moyenne est indiquée sur le rapport d'analyse.

**Art. 3.** Le présent arrêté entre en vigueur le jour de sa publication au *Moniteur belge*.

Bruxelles, le 13 mars 2003.

J. TAVERNIER

Gelet op de wetten op de Raad van State, gecoördineerd op 12 januari 1973, inzonderheid op artikel 3, § 1 vervangen door de wet van 4 juli 1989 en gewijzigd door de wet van 4 augustus 1996;

Gelet op de dringende noodzakelijkheid gemotiveerd door de verplichting om zich binnen door bovenvermeld 2002/69/EG richtlijn bepaalde termijn te schikken met name 28 februari 2003;

Besluit :

**Artikel 1.** Bij de analyse met het oog op de officiële controle (analyse of tegenanalyse) van de naleving van de maximale gehalten aan dioxines bepaald in verordening (EG) nr. 466/2001, alsook bij de analyse met het oog op de gehaltebepaling van dioxineachtige PCB's in levensmiddelen zoals voorzien in aanbeveling 2002/201/EG, moeten de bepalingen in artikel 2 en in de bijlage van dit besluit in acht genomen worden.

**Art. 2.** Het laboratorium voert op het monster een duplobepaling uit ingeval het verkregen resultaat voor de eerste analyseportie minder dan 20 % onder of boven het maximumgehalte ligt, en berekent het gemiddelde van de resultaten. Bij duplobepalingen wordt enkel het gemiddelde vermeld in het analyseverslag.

**Art. 3.** Dit besluit treedt in werking op de dag van bekendmaking in het Belgisch staatsblad.

Brussel, 13 maart 2003.

J. TAVERNIER

## Annexe

### Préparation des échantillons et prescriptions relatives aux méthodes d'analyse utilisées pour le contrôle officiel des teneurs en dioxines (PCDD/PCDF) de certaines denrées alimentaires et pour le dosage des PCB de type dioxine dans certaines denrées alimentaires

#### 1. Objet et domaine d'application

Ces prescriptions s'appliquent aux analyses de denrées alimentaires effectuées aux fins du contrôle officiel des teneurs en dioxines (dibenzo-p-dioxines polychlorées (PCDD) et dibenzofuranes polychlorés (PCDF)) et du dosage des PCB de type dioxine.

Pour surveiller la présence de dioxines dans les denrées alimentaires, il est possible de mettre en œuvre une stratégie reposant sur une méthode de dépistage, afin de sélectionner les échantillons dont la teneur en dioxines et en PCB de type dioxine est, soit inférieure au niveau considéré, sans que l'écart dépasse 30 à 40 %, soit supérieure au niveau considéré. La teneur en dioxines des échantillons présentant des teneurs significatives doit être déterminée/confirmée au moyen d'une méthode de confirmation.

Les méthodes de dépistage visent à détecter la présence de dioxines et de PCB de type dioxine au niveau considéré. Elles sont dotées d'une grande capacité de traitement d'échantillons, ce qui permet de passer au crible de nombreux échantillons en vue de détecter ceux qui pourraient s'avérer positifs. Elles sont spécialement conçues pour éviter les faux résultats négatifs.

Les méthodes de confirmation fournissent des informations complètes ou complémentaires permettant l'identification et la quantification univoque de dioxines et de PCB de type dioxine au niveau considéré.

#### 2. Contexte

Du fait que les échantillons de l'environnement et les échantillons biologiques (y compris les échantillons de denrées alimentaires) contiennent en général des mélanges complexes de différents congénères de dioxines, le concept de facteurs d'équivalence toxique (TEF) a été créé pour faciliter l'évaluation des risques. Ces TEF ont été établis pour exprimer les concentrations de mélanges de PCDD et de PCDF substitués en 2,3,7,8 et, depuis peu, de certains PCB non-ortho et mono-ortho substitués ayant des propriétés semblables à celles des dioxines, en équivalents toxiques (TEQ) de la 2,3,7,8-TCDD.

Tableau de l'OMS TEF pour l'évaluation des risques pour les êtres humains, fondé sur les conclusions de la réunion de l'OMS tenue à Stockholm (Suède), du 15 au 18 juin 1997 (Van den Berg et al. (1998) Toxic Equivalency Factors (TEFs) for PCBs, PCDDs, PCDFs for Humans and for Wildlife. *Environmental Health Perspectives*, 106(12), 775).

Congénère	Valeur du TEF	Congénère	Valeur du TEF
<b>Dibenzo-p-dioxines (PCDD)</b>		<b>PCB « de type dioxine » PCB non-ortho + PCB mono-ortho</b>	
2,3,7,8-TCDD	1		
1,2,3,7,8-PeCDD	1	<b>PCB non-ortho</b>	
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB 77	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB 81	0,0001
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1	PCB 126	0,1
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01	PCB 169	0,01
OCDD	0,0001	<b>PCB mono-ortho</b>	
<b>Dibenzofuranes (PCDF)</b>		PCB 105	0,0001
2,3,7,8-TCDF	0,1	PCB 114	0,0005
1,2,3,7,8-PeCDF	0,05	PCB 118	0,0001
2,3,4,7,8-PeCDF	0,5	PCB 123	0,0001
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,1	PCB 156	0,0005
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 157	0,0005
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,1	PCB 167	0,00001
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 189	0,0001
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,01		
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,01		
OCDF	0,0001		

\*Abréviations utilisées : T = tetra; Pe = penta; Hx = hexa; Hp = hepta; O = octa; CDD = chlorodibenzodioxine; CDF = chlorodibenzofurane; CB = chlorobiphényle.

Les concentrations de chaque substance dans un échantillon donné sont multipliées par leurs TEF respectifs, puis elles sont additionnées de façon à obtenir la concentration totale en composés de type dioxine, exprimée en TEQ.

Pour le calcul de la « estimation haute », on considère que la contribution au TEQ de chaque congénère non quantifié est égale à la limite de quantification.

Pour le calcul de la « estimation basse », on considère que la contribution au TEQ de chaque congénère non quantifié est égale à zéro.

Pour le calcul de la « estimation intermédiaire », on considère que la contribution au TEQ de chaque congénère non quantifié est égale à la moitié de la limite de quantification.

### 3. Prescriptions d'assurance qualité pour la préparation des échantillons

Des mesures doivent être prises en vue d'éviter toute contamination croisée à chaque étape de la procédure d'échantillonnage et d'analyse.

Les échantillons doivent être conservés et transportés dans des récipients en verre, en aluminium, en polypropylène ou en polyéthylène. Toute trace de poussière de papier doit être enlevée du contenant de l'échantillon. La verrerie doit être rincée à l'aide de solvants préalablement soumis à un contrôle de détection de dioxines.

La conservation et le transport de l'échantillon doivent être effectués d'une façon telle que l'intégrité de l'échantillon de denrée alimentaire soit préservée.

Si nécessaire, chaque échantillon de laboratoire doit être broyé finement et soigneusement mélangé, selon une méthode garantissant une homogénéisation complète (par exemple de façon à pouvoir passer au travers d'un tamis à mailles de 1 mm); les échantillons doivent être séchés avant le broyage si leur teneur en eau est trop élevée.

Un essai à blanc doit être réalisé, en effectuant l'ensemble de la procédure analytique avec pour seule différence l'absence de l'échantillon.

Le poids de l'extrait doit être suffisamment élevé, de façon à répondre aux exigences de sensibilité.

De nombreuses procédures spécifiques de préparation des échantillons peuvent être utilisées de manière satisfaisante pour les produits considérés. Les procédures doivent être validées selon des directives reconnues au plan international.



#### 4. Prescriptions applicables aux laboratoires

Les laboratoires doivent démontrer la validité de la méthode dans une certaine plage autour de la limite réglementaire, par exemple à des niveaux égaux à 0,5 fois, 1 fois et 2 fois ce niveau, avec un coefficient de variation acceptable pour les analyses répétées. Pour plus de précisions sur les critères de validité, se reporter au point 5.

La limite de quantification pour une méthode de confirmation ne doit pas dépasser le cinquième du niveau considéré, pour garantir des coefficients de variation acceptables dans la plage susmentionnée.

Des essais à blanc et des expériences avec enrichissement ou des analyses sur des échantillons de contrôle (si possible, des matériaux de référence certifiés) doivent être effectués régulièrement, dans le cadre des mesures d'assurance qualité internes.

Des participations couronnées de succès à des études inter-laboratoires qui évaluent la compétence du laboratoire sont la meilleure façon de démontrer l'aptitude de ce dernier à effectuer des analyses spécifiques. Cependant, une participation réussie à une étude inter-laboratoire portant, par exemple, sur des échantillons de sols ou d'eaux usées, ne suffit pas à démontrer une compétence pour les échantillons de denrées alimentaires ou d'aliments des animaux, qui présentent des niveaux de contamination inférieurs. C'est pourquoi la participation continue à des études inter-laboratoires sur la détermination des teneurs en dioxine et en PCB de type dioxine des matrices d'aliments des animaux/de denrées alimentaires correspondantes est obligatoire.

Conformément aux dispositions de la directive 93/99/CEE du Conseil, les laboratoires doivent être accrédités par un organisme habilité qui se conforme au Guide ISO/CEI 58, de manière à garantir qu'ils appliquent les procédures d'assurance qualité à leurs analyses. Les laboratoires doivent être agréés selon la norme ISO/CEI 17025 : 1999.

#### 5. Prescriptions concernant les procédures d'analyse relatives aux dioxines et aux PCB de type dioxine

Prescriptions fondamentales de validité des procédures d'analyse :

Sensibilité élevée et faibles limites de détection. En ce qui concerne les PCDD et les PCDF, les seuils de détection doivent être de l'ordre du picogramme de TEQ (10 -12 g), étant donné la toxicité extrêmement élevée de ces composés. Il est connu que les PCB se présentent en quantités plus élevées que les PCDD ou PCDF. Pour la plupart des congénères du groupe des PCB, une sensibilité de l'ordre du nanogramme (10 -9 g) est suffisante. Cependant, pour la mesure des congénères du groupe des PCB de type dioxine plus toxiques (en particulier les congénères non-ortho substitués), il convient d'atteindre la même sensibilité que pour les PCDD et les PCDF.

Grande sélectivité (spécificité). Il est nécessaire de distinguer les PCDD, les PCDF et les PCB de type dioxine d'une multitude d'autres composés extraits simultanément de l'échantillon, susceptibles d'interférer, et qui sont présents dans des concentrations supérieures de plusieurs ordres de grandeur à celle des analytes à doser. Pour les méthodes de chromatographie en phase gazeuse/spectrométrie de masse (CG/SM), il est nécessaire de distinguer entre plusieurs congénères, notamment entre les congénères toxiques (c'est-à-dire les dix-sept PCDD et PCDF substitués en 2,3,7,8 et les PCB de type dioxine) et les autres congénères. Les bio-essais doivent permettre de déterminer sélectivement les valeurs de TEQ, en tant que somme de PCDD, PCDF et PCB de type dioxine.

Grande exactitude (justesse et fidélité). L'essai doit fournir une estimation valide de la concentration réelle d'un échantillon. Une grande exactitude (exactitude de la mesure : degré de concordance entre le résultat de la mesure et la valeur réelle ou attribuée de la grandeur à mesurer) est nécessaire pour empêcher qu'un résultat d'analyse d'échantillon ne soit rejeté en raison du manque de fiabilité de l'estimation des TEQ. L'exactitude est une expression de la justesse (la différence entre la valeur moyenne mesurée pour un analyte dans un matériau certifié et sa valeur certifiée, exprimée en pourcentage de cette valeur) et de la fidélité (la fidélité est généralement calculée sous forme d'écart-type; elle englobe la répétabilité et la reproductibilité et indique le degré de concordance entre les résultats obtenus par application répétée du procédé expérimental dans des conditions déterminées).

Les méthodes de dépistage peuvent comprendre des bio-essais et des méthodes CG/SM, tandis que les méthodes de confirmation sont des méthodes de chromatographie en phase gazeuse à haute résolution/de spectrométrie de masse à haute résolution (CGHR/SMHR). Les critères suivants doivent être remplis pour la valeur totale en TEQ :

	méthodes de dépistage	méthodes de confirmation
taux de faux négatifs	< 1 %	
Justesse		-20 % à + 20 %
Coefficient de variation	< 30 %	< 15 %

#### 6. Prescriptions spécifiques concernant les méthodes CG/SM utilisées à des fins de dépistage ou de confirmation

Des étalons internes de PCDD/F substitués en 2,3,7,8 marqués au 13C (et des étalons internes de PCB de type dioxine marqués au 13C, si des PCB de type dioxine doivent être dosés) doivent être ajoutés au tout début de la méthode d'analyse, par exemple avant la phase d'extraction, afin de valider la procédure analytique. Au moins un congénère doit être ajouté pour chacun des groupes isomères tetra à octachlorés des PCDD/F (et au moins un congénère pour chaque groupe isomère des PCB de type dioxine, si des PCB de type dioxine doivent être dosés) (une autre méthode consiste à ajouter au moins un congénère pour chaque fonction d'enregistrement d'un isomère sélectionné par spectrométrie de masse utilisée pour le contrôle des PCDD/F et des PCB de type dioxine). Il est fortement recommandé, surtout pour les méthodes de confirmation, d'utiliser l'ensemble des dix-sept étalons internes de PCDD/F substitués en 2,3,7,8 marqués au 13C ainsi que la totalité des douze étalons internes de PCB de type dioxine marqués au 13C (si des PCB de type dioxine doivent être dosés).

Des facteurs de réponse relatifs doivent également être déterminés dans le cas des congénères pour lesquels aucun analogue marqué au 13C n'est ajouté, en utilisant des solutions d'étalonnage appropriées.



Pour les denrées alimentaires d'origine végétale et les denrées alimentaires d'origine animale contenant moins de 10 % de graisses, il est obligatoire d'ajouter les étalons internes avant la phase d'extraction. Pour les denrées alimentaires d'origine animale contenant plus de 10 % de graisses, les étalons internes peuvent être ajoutés soit avant la phase d'extraction soit après l'extraction des graisses. Il convient de valider adéquatement l'efficacité de l'extraction, en fonction de la phase au cours de laquelle les étalons internes ont été introduits et de la façon dont les résultats sont consignés (sur base du produit ou des graisses).

Avant l'analyse CG/SM, un ou deux étalons de substitution doivent être ajoutés.

Un contrôle de récupération est nécessaire. Dans le cas des méthodes de confirmation, les taux de récupération des étalons internes doivent se situer dans une plage allant de 60 à 120 %. Pour des congénères individuels, en particulier pour certaines dibenzodioxines et dibenzofuranes hepta et octachlorés, des taux de récupération inférieurs ou supérieurs sont acceptables, à condition que leur contribution à la valeur TEQ ne dépasse pas 10 % de la valeur totale TEQ (en tenant compte uniquement des PCDD/F). Dans le cas des méthodes de dépistage, les taux de récupération doivent se situer dans une plage allant de 30 à 140 %.

Il convient de séparer les dioxines des composés chlorés interférents, tels que les PCB et les diphényléthers chlorés, en utilisant des techniques chromatographiques appropriées (de préférence au moyen d'une colonne de florisil, d'alumine et/ou de charbon).

La séparation des isomères par chromatographie en phase gazeuse doit être suffisante (< 25 % de pic à pic entre 1,2,3,4,7,8-HxCDF et 1,2,3,6,7,8-HxCDF).

Le dosage doit être effectué conformément à la méthode EPA 1613, révision B, intitulée « Tetra- through octa-chlorinated dioxins and furans by isotope dilution HRGC/HRMS » de l'Agence pour la protection de l'environnement des Etats-Unis ou à une autre méthode présentant des critères d'efficacité équivalents.

L'écart entre l'estimation haute et l'estimation basse de la teneur de l'ensemble des congénères ne doit pas dépasser 20 % pour les denrées alimentaires dont la contamination par les dioxines est d'environ 1 pg OMS-TEQ/g de graisse (en tenant compte uniquement des PCDD/PCDF). Les mêmes prescriptions s'appliquent aux denrées alimentaires à faible teneur en graisse dont la contamination est de l'ordre de 1 pg OMS-TEQ/g de produit. Pour des niveaux de contamination inférieurs, par exemple 0,50 pg OMS-TEQ/g de produit, la différence entre le niveau supérieur et le niveau inférieur peut se situer dans une plage allant de 25 à 40 %.

## 7. Méthodes analytiques de dépistage

### 7.1. Introduction

Différentes approches analytiques peuvent être mises en œuvre pour la méthode de dépistage : une approche de dépistage pure et une approche quantitative.

#### Approche de dépistage

La réponse des échantillons est comparée à celle d'un échantillon de référence, au niveau considéré. Les échantillons dont la réponse est inférieure à celle de la référence sont déclarés négatifs et ceux dont la réponse est supérieure à celle de la référence sont considérés comme positifs. Prescriptions :

Dans chaque série d'essais, un échantillon blanc et un ou des échantillons de référence doivent être extraits et testés au même moment et dans les mêmes conditions. La réponse de l'échantillon de référence doit être nettement plus élevée que celle du blanc.

Des échantillons de référence supplémentaires, d'une concentration égale à 0,5 fois et 2 fois le niveau considéré, doivent être inclus, pour démontrer l'efficacité de l'essai dans la plage pertinente pour le contrôle du niveau considéré.

Dans le cas où l'on procède à l'essai d'autres matrices, la validité du ou des échantillons de référence doit être prouvée, en utilisant de préférence des échantillons dont la valeur de TEQ, établie par CGHR/SMHR, est de l'ordre de celle de l'échantillon de référence ou, à défaut, un blanc enrichi pour atteindre ce niveau.

Etant donné qu'aucun étalon interne ne peut être utilisé dans le cadre des bio-essais, les tests de répétabilité sont d'une grande importance pour obtenir des données sur l'écart-type au sein d'une série d'essais. Le coefficient de variation doit être inférieur à 30 %.

Dans le cas des bio-essais, il convient de définir les composés cibles, les interférences potentielles, ainsi que la valeur maximale tolérée pour le blanc.

#### Approche quantitative

L'approche quantitative comprend obligatoirement des séries de dilution types, un processus de nettoyage et de mesurage double ou triple, ainsi que des essais à blanc et des tests de récupération. Le résultat peut être exprimé en TEQ, ce qui suppose que les composés à l'origine du signal satisfont au principe du TEQ. A cette fin, on peut utiliser la TCDD (ou un mélange type de dioxines/furanes) pour élaborer une courbe d'étalonnage, qui permet de calculer la valeur de TEQ dans l'extrait et par conséquent, dans l'échantillon. Cette quantité est ensuite corrigée de la valeur de TEQ calculée pour l'échantillon blanc (pour tenir compte des impuretés provenant des solvants ou des substances chimiques utilisés) et pour la récupération (cette dernière quantité est calculée à partir de la valeur TEQ dans un échantillon de contrôle de la qualité dont la concentration est proche du niveau considéré). Il ne faut jamais perdre de vue qu'une partie de la perte apparente de la récupération peut être due à des effets de matrice et/ou à des écarts entre les valeurs des TEF pour les bio-essais et les valeurs officielles des TEF établies par l'OMS.

### 7.2. Prescriptions concernant les méthodes analytiques de dépistage

Le dépistage peut être effectué au moyen de méthodes d'analyse CG/SM et de bio-essais. Les prescriptions établies au point 6 doivent être utilisées pour les méthodes CG/SM. Des prescriptions spécifiques sont établies au point 7.3 pour les bio-essais cellulaires et au point 7.4 pour les bio-essais réalisés au moyen de kits.

Des données doivent être fournies sur le nombre de résultats faux positifs et faux négatifs d'un grand nombre d'échantillons en dessous et au-dessus du niveau maximal ou du seuil d'intervention, par comparaison avec la valeur de TEQ déterminée par une méthode analytique de confirmation. Les taux réels de faux négatifs doivent être inférieurs à 1 %. Le taux de faux échantillons positifs doit être suffisamment faible pour que l'utilisation de la méthode de dépistage reste avantageuse.

Les résultats positifs doivent toujours être confirmés par une méthode analytique de confirmation (CGHR/SMHR). En outre, des échantillons d'une large plage de TEQ doivent être confirmés par CGHR/SMHR (environ 2 à 10 % des échantillons négatifs). Des informations sur la correspondance entre les résultats des bio-essais et ceux de la CGHR/SMHR doivent être fournies.

### 7.3. Prescriptions spécifiques aux bio-essais cellulaires

Pour les bio-essais, une série de concentrations de référence de TCDD ou d'un mélange dioxines/furanes (courbe de réponse avec  $R^2 > 0,95$  pour une dose complète) est nécessaire lors de chaque essai. Cependant, pour le dépistage, une courbe plus détaillée dans la zone des faibles teneurs peut être utilisée pour l'analyse des échantillons à faible teneur.

Pour les résultats du bio-essai dans un intervalle de temps constant, il convient d'utiliser une concentration de référence de TCDD (environ 3 fois la limite de quantification) sur un formulaire de contrôle qualité. On peut également se fonder sur la réponse relative d'un échantillon de référence comparée à une courbe d'étalonnage de TCDD, étant donné que la réponse des cellules peut dépendre d'un grand nombre de facteurs.

Il convient de réaliser et de vérifier des graphiques de contrôle qualité pour chaque type de matériau de référence, afin de garantir que le résultat est conforme aux indications fournies.

L'induction de la dilution de l'échantillon utilisée doit se situer dans la partie linéaire de la courbe de réponse, en particulier pour les calculs quantitatifs. Les échantillons qui se situent au-delà de cette partie linéaire doivent être dilués et faire l'objet d'un nouvel essai. C'est pourquoi il est conseillé de tester au moins trois dilutions à la fois.

L'écart type ne doit ni dépasser 15 % lorsqu'une triple mesure est effectuée pour chaque dilution d'échantillon, ni dépasser 30 % pour trois expériences indépendantes.

Il est possible de choisir comme limite de détection une valeur égale à trois fois l'écart type du blanc de solvant ou de la réponse de fond. Une autre méthode consiste à prendre une concentration qui correspond à une réponse supérieure à la réponse de fond sur la courbe d'étalonnage du jour (facteur d'induction 5 fois supérieur au blanc de solvant). Il est possible de choisir comme limite de quantification une valeur cinq à six fois supérieure à l'écart type du blanc de solvant ou de prendre une concentration qui correspond à une réponse supérieure à la réponse de fond sur la courbe d'étalonnage du jour (facteur d'induction 10 fois supérieur au blanc de solvant).

### 7.4. Prescriptions spécifiques aux bio-essais réalisés au moyen de kits

(À ce jour que cet arrêté est fait, il n'a pas encore été prouvé que, parmi les bio-essais réalisés au moyen de kits commercialisés, il en existe au moins un qui dispose d'une sensibilité et d'une fiabilité suffisantes pour pouvoir être utilisé à des fins de dépistage de dioxines, aux niveaux requis pour les échantillons de denrées alimentaires et d'aliments des animaux.)

Il convient de suivre les instructions du fabricant en ce qui concerne la préparation des échantillons et les analyses.

Les kits d'essai dont la date d'expiration est dépassée ne doivent pas être utilisés.

Il convient de ne pas utiliser des matériaux ou composants prévus pour d'autres kits.

La température de conservation des kits d'essais doit se situer dans la plage de températures de conservation spécifiée et leur température de fonctionnement doit être égale à la valeur spécifiée.

La limite de détection pour les immuno-essais s'obtient en additionnant la moyenne et une valeur égale à 3 fois l'écart-type, pour une série de 10 analyses du blanc, et en divisant cette somme par la valeur de la pente dans l'équation de régression linéaire.

Il convient d'utiliser des étalons de référence pour les essais en laboratoire, afin de garantir que la réponse à l'étalon se situe dans une plage acceptable.

### 8. Indication des résultats

Dans la mesure où la procédure analytique le permet, les résultats doivent comprendre les teneurs en congénères individuels des PCDD/PCDF et des PCB et les estimations haute, basse et intermédiaire doivent être indiquées, afin de consigner un maximum de données, ce qui permet une interprétation des résultats en fonction de prescriptions spécifiques.

Le rapport doit également mentionner la teneur en graisses de l'échantillon ainsi que la méthode utilisée pour extraire les graisses.

Les taux de récupérations des étalons internes individuels doivent être fournis s'ils se situent en dehors de la plage mentionnée au point 6 ou s'ils dépassent le niveau maximum. Dans tous les autres cas, ils doivent être fournis sur demande.

Vu pour être annexé à l'arrêté ministériel du 13 mars 2003 portant fixation des critères pour les méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs maximales en dioxines et le dosage des PCB de type dioxine dans les denrées alimentaires.

Le Ministre de la Santé publique,  
J. TAVERNIER

## Bijlage

### **Monstervoorbereiding en voorschriften voor de ontledingmethoden die worden gebruikt voor de officiële controle op het gehalte aan dioxinen (PCDD'S/PCDF'S) en de gehaltebepaling van dioxineachtige PCB's in bepaalde levensmiddelen**

#### 1. Doel en toepassingsgebied

Deze voorschriften gelden voor de ontleding van levensmiddelen voor de officiële controle op het gehalte aan dioxinen (polychloordibenzo-p-dioxinen, PCDD's, en polychloordibenzofuranen, PCDF's) en de gehaltebepaling van dioxineachtige PCB's.

De aanwezigheid van dioxinen in levensmiddelen kan worden nagegaan aan de hand van een screeningmethode waarmee monsters met een gehalte aan dioxinen en dioxineachtige PCB's dat minder dan 30-40 % onder het betrokken concentratieniveau ligt of dat overschrijdt, worden uitgeselecteerd. De dioxineconcentratie in deze uitgeselecteerde monsters moet worden bepaald of bevestigd met behulp van een bevestigingsmethode.

Screeningmethoden zijn methoden die worden gebruikt om de aanwezigheid van dioxinen en dioxineachtige PCB's op het betrokken concentratieniveau vast te stellen. Met deze methoden kunnen in korte tijd veel monsters worden verwerkt en ze worden gebruikt om uit grote aantallen monsters die monsters te selecteren die mogelijk positief reageren. Zij zijn er specifiek op gericht fout-negatieve resultaten te vermijden.

Bevestigingsmethoden zijn methoden die volledige of aanvullende informatie leveren voor de ondubbelzinnige identificatie en bepaling van dioxinen en dioxineachtige PCB's op het betrokken concentratieniveau.

## 2. Achtergrond

Aangezien milieumonsters en biologische monsters (met inbegrip van monsters van levensmiddelen) in de regel complexe mengsels van verschillende dioxinecongeneren bevatten, is het begrip toxischeequivalentiefactoren (TEF's) ontwikkeld om de risicobeoordeling te vergemakkelijken. Deze TEF's zijn vastgesteld om de concentraties van mengsels van 2,3,7,8-gesubstitueerde PCDD's en PCDF's, en later ook een aantal non-ortho- en mono-ortho-chloorgesubstitueerde PCB's die dioxineachtige activiteit bezitten, uit te drukken in toxische equivalenten (TEQ's) 2,3,7,8-TCDD.

Tabel TEF's van de WHO voor de beoordeling van de risico's voor de mens, gebaseerd op de conclusies van de bijeenkomst van de Wereldgezondheidsorganisatie in Stockholm, Zweden, 15-18 juni 1997 (Van den Berg e.a., (1998) Toxic Equivalency Factors (TEFs) for PCBs, PCDDs, PCDFs for Humans and for Wildlife. Environmental Health Perspectives, 106(12), 775).

Congeneer	TEF	Congeneer	TEF
<b>Dibenzo-p-dioxinen (« PCDD's »)</b>		<b>« Dioxineachtige » PCB's Non-ortho-PCB's + Mono-ortho-PCB's</b>	
2,3,7,8-TCDD	1	Non-ortho-PCB's	
1,2,3,7,8-PeCDD	1	PCB 77	0,0001
1,2,3,4,7,8-HxCDD	0,1	PCB 81	0,0001
1,2,3,6,7,8-HxCDD	0,1	PCB 126	0,1
1,2,3,7,8,9-HxCDD	0,1	PCB 169	0,01
1,2,3,4,6,7,8-HpCDD	0,01	<b>Mono-ortho-PCB's</b>	
OCDD	0,0001	PCB 105	0,0001
<b>Dibenzofuranen (« PCDF's »)</b>		PCB 114	0,0005
2,3,7,8-TCDF	0,1	PCB 118	0,0001
1,2,3,7,8-PeCDF	0,05	PCB 123	0,0001
2,3,4,7,8-PeCDF	0,5	PCB 156	0,0005
1,2,3,4,7,8-HxCDF	0,1	PCB 157	0,0005
1,2,3,6,7,8-HxCDF	0,1	PCB 167	0,00001
1,2,3,7,8,9-HxCDF	0,1	PCB 189	0,0001
2,3,4,6,7,8-HxCDF	0,1		
1,2,3,4,6,7,8-HpCDF	0,01		
1,2,3,4,7,8,9-HpCDF	0,01		
OCDF	0,0001		

\* Gebruikte afkortingen: « T » = tetra; « Pe » = penta; « Hx » = hexa; « Hp » = hepta; « O » = octa; « CDD » = chloordibenzodioxine; « CDF » = chloordibenzofuran; « CB » = chloorbifenyyl.

De concentraties van de verschillende stoffen in een monster worden elk met de bijbehorende TEF vermenigvuldigd en vervolgens bij elkaar opgeteld ter verkrijging van de totale concentratie aan dioxineachtige verbindingen, uitgedrukt in TEQ's.

Om de bovengrens te berekenen wordt de bijdrage van elke niet-bepaalde congeneer aan de TEQ gelijkgesteld aan de bepaalbaarheidsgrens.

Om de ondergrens te berekenen wordt de bijdrage van elke niet-bepaalde congeneer aan de TEQ gelijkgesteld aan nul.

Om de middelwaarde te berekenen wordt de bijdrage van elke niet-bepaalde congeneer aan de TEQ gelijkgesteld aan de helft van de bepaalbaarheidsgrens.

## 3. Kwaliteitsborgingsvoorschriften voor de monstervoorbereiding

Er moeten maatregelen worden genomen om kruiscontaminatie in elke fase van de bemonsterings- en ontledingsprocedure te voorkomen.

De monsters moeten worden bewaard en vervoerd in recipiënten van glas, aluminium, polypropyleen of polyethyleen. Sporen papierstof moeten van de monsterrecipiënt verwijderd worden. Het glaswerk moet worden gespoeld met oplosmiddelen die van tevoren op de aanwezigheid van dioxinen zijn gecontroleerd.

De levensmiddelmonsters moeten zodanig worden bewaard en vervoerd dat de integriteit ervan bewaard blijft.

Voorzover nodig wordt elk laboratoriummonster fijngemalen en zorgvuldig gemengd zodat een volledig homogeen product ontstaat (bv. zo fijn gemalen dat het een zeef met mazen van 1 mm kan passeren); als het vochtgehalte te hoog is, moeten de monsters voor het malen worden gedroogd.

Er moet een blancobepaling worden verricht door de gehele ontledingsprocedure met weglating van het monster uit te voeren.

Er moet een voldoende grote hoeveelheid monster worden geëxtraheerd om aan de eisen inzake de gevoeligheid te voldoen.

Er bestaan tal van geschikte specifieke monstervoorbereidingsprocedures die voor de betrokken producten kunnen worden gebruikt. De procedures moeten worden gevalideerd volgens internationaal aanvaarde richtsnoeren.

#### 4. Voorschriften voor de laboratoria

De laboratoria moeten de prestaties aantonen van een methode in de buurt van het betrokken concentratieniveau, bv. 0,5 maal, 1 maal en 2 maal het betrokken concentratieniveau met een aanvaardbare variatiecoëfficiënt voor herhaalde ontleding. Zie voor de bijzonderheden met betrekking tot de acceptatiecriteria punt 5.

De bepaalbaarheidsgrens voor een bevestigingsmethode dient ongeveer een vijfde van het betrokken concentratieniveau te zijn, zodat om en nabij het betrokken concentratieniveau aanvaardbare variatiecoëfficiënten worden verkregen.

Bij wijze van interne kwaliteitsborging moeten voortdurend blancobepalingen en bepalingen op verrijkte monsters of controlemonsters (bij voorkeur gecertificeerde referentiematerialen, indien beschikbaar) worden uitgevoerd.

Het met goed gevolg deelnemen aan interlaboratoriumonderzoeken ter bepaling van de geschiktheid van laboratoria is de beste manier om de bekwaamheid tot het uitvoeren van specifieke ontledingen aan te tonen. Succesvolle deelname aan interlaboratoriumonderzoeken voor bv. bodem- of afvalwatermonsters bewijst echter nog niet noodzakelijk dat een laboratorium ook monsters van levensmiddelen en diervoeders, waarin de verontreinigingsconcentraties lager zijn, kan ontleden. Daarom is het verplicht om steeds deel te nemen aan interlaboratoriumonderzoeken voor de gehaltebepaling van dioxinen en dioxineachtige PCB's in de betrokken matrices (levensmiddelen en diervoeders).

De laboratoria moeten overeenkomstig richtlijn 93/99/EEG van de Raad door een erkende instantie die werkt volgens ISO-handleiding 58 geaccrediteerd zijn om te garanderen dat zij kwaliteitsborging op hun ontledingen toepassen. De laboratoria moeten geaccrediteerd zijn overeenkomstig de norm ISO/IEC/17025:1999.

#### 5. Voorschriften voor een ontledingsmethode voor dioxinen en dioxineachtige PCB's

Basisvoorschriften voor de acceptatie van ontledingsmethoden :

Hoge gevoeligheid en lage aantoonbaarheidsgrenzen. Voor PCDD's en PCDF's moeten de aantoonbaarheidsgrenzen in het picogram TEQ-gebied (10-12 g) liggen in verband met de extreme toxiciteit van sommige van deze verbindingen. Het is bekend dat PCB's in hogere concentraties voorkomen dan PCDD's en PCDF's. Voor de meeste PCB-congeneren is een gevoeligheid in het nanogramgebied (10-9 g) al voldoende. Voor de bepaling van de sterker toxische dioxineachtige PCB-congeneren (met name non-ortho-gesubstitueerde congeneren) moet echter dezelfde gevoeligheid worden gehaald als voor PCDD's en PCDF's.

Hoge selectiviteit (specificiteit). PCDD's, PCDF's en dioxineachtige PCB's moeten kunnen worden onderscheiden van tal van andere stoffen die ook worden geëxtraheerd en de bepaling kunnen storen, en die aanwezig zijn in concentraties die enkele orden van grootte hoger kunnen liggen dan de concentraties van de te bepalen analyten. Bij gaschromatografie-massaspectrometriemethoden (GC/MS) moet onderscheid kunnen worden gemaakt tussen de verschillende congeneren, bv. tussen toxische congeneren (zoals de zeventien 2,3,7,8-gesubstitueerde PCDD's en PCDF's en dioxineachtige PCB's) en andere congeneren. Met behulp van bioassays kunnen de TEQ-waarden selectief als de som van PCDD's, PCDF's en dioxineachtige PCB's worden bepaald.

Grote nauwkeurigheid (juistheid en precisie). De bepaling moet een betrouwbare schatting van de werkelijke concentratie in een monster opleveren. Grote nauwkeurigheid (nauwkeurigheid van de meting: de mate van overeenstemming tussen het meetresultaat en de werkelijke of toegekende waarde van de te meten grootheid) is vereist om afwijzing van een ontledingsuitkomst van een monster op grond van de geringe betrouwbaarheid van de raming van de TEQ's te voorkomen. De nauwkeurigheid wordt uitgedrukt als juistheid (verschil tussen de gemiddelde waarde die is gemeten voor een analyt in een gecertificeerd referentiemateriaal en zijn gecertificeerde waarde, uitgedrukt als percentage van deze laatste waarde) en precisie (de precisie wordt gewoonlijk berekend als standaardafwijking, inclusief herhaalbaarheid en reproduceerbaarheid, en geeft de mate van overeenstemming aan tussen de resultaten die worden verkregen door de testprocedure een aantal malen onder de voorgeschreven omstandigheden toe te passen).

Tot de screeningsmethoden behoren bioassays en GC/MS-methoden; als bevestigingsmethoden worden hogeresolutiegaschromatografie/hogeresolutiemassaspectrometriemethoden (HRGC/HRMS) gebruikt. Bij de totale TEQ-waarde moet aan de volgende criteria voldaan worden :

	Screeningmethoden	Bevestigingsmethoden
Percentage fout-negatieve uitslagen	< 1 %	
Juistheid		- 20 % tot + 20 %
VC (variatioecoëfficiënt)	< 30 %	< 15 %



## 6. Specifieke voorschriften voor screening- en bevestigingsmethoden (GC/MS)

Aan het begin van de ontledingsprocedure, bv. vóór de extractie, moeten 13C-gelabelde 2,3,7,8-chloorgesubstitueerde interne PCDD/F-standaarden (en 13C-gelabelde interne dioxineachtige PCB-standaarden, indien dioxineachtige PCB's moeten worden bepaald) worden toegevoegd om de ontledingsmethode te valideren. Er moet ten minste één congeneer voor elk van de tetra- tot octagechlorideerde homologe groepen voor PCDD/F's (en ten minste één congeneer voor elk van de homologe groepen voor dioxineachtige PCB's, indien dioxineachtige PCB's moeten worden bepaald) worden toegevoegd (een andere mogelijkheid is het toevoegen van ten minste één congeneer voor elke voor de bepaling van PCDD/F's en dioxineachtige PCB's gebruikte functie voor meting van massaspectrometrisch geselecteerde ionen). Er is een duidelijke voorkeur, zeker in het geval van bevestigingsmethoden, voor het gebruik van alle 17 13C-gelabelde 2,3,7,8-gesubstitueerde interne PCDD/F-standaarden en alle 12 13C-gelabelde interne dioxineachtige PCB-standaarden (wanneer dioxineachtige PCB's moeten worden bepaald).

De relatieve responsfactoren moeten ook worden bepaald voor congenen waarvoor geen 13C-gelabeld analogon is toegevoegd onder gebruikmaking van geschikte ijkoplossingen.

In geval van levensmiddelen van plantaardige oorsprong en levensmiddelen van dierlijke oorsprong die minder dan 10 % vet bevatten, moeten de interne standaarden vóór de extractie worden toegevoegd. Bij levensmiddelen van dierlijke oorsprong die meer dan 10 % vet bevatten, kunnen de interne standaarden hetzij vóór de extractie worden toegevoegd, hetzij na de vetextractie. Er moet een geschikte validatie van de extractie-efficiëntie worden uitgevoerd, afhankelijk van het stadium waarin interne standaarden worden geïntroduceerd en van de vraag of de resultaten op product- of vetbasis worden weergegeven.

Voordat de GC/MS-ontleding wordt uitgevoerd, moeten een of twee standaarden (surrogaten) worden toegevoegd ter bepaling van de terugvinding.

Bepaling van de terugvinding is noodzakelijk. Voor bevestigingsmethoden moet de terugvinding van de verschillende interne standaarden tussen 60 en 120 % liggen. Lagere of hogere terugvindingspercentages voor bepaalde congenen, met name voor sommige hepta- en octagechlorideerde dibenzodioxinen en dibenzofuranen, kunnen worden geaccepteerd mits hun bijdrage tot de TEQ-waarde niet meer dan 10 % van de totale TEQ-waarde (gebaseerd op uitsluitend PCDD/F's) bedraagt. Voor screeningmethoden moet de terugvinding tussen de 30 en 140 % liggen.

De dioxinen moeten met behulp van geschikte chromatografische technieken worden gescheiden van storende chloorverbindingen zoals PCB's en gechlorideerde difenylethers (bij voorkeur met behulp van een florisil-, aluminiumoxide- en/of koolstofkolom).

De gaschromatografische scheiding van de isomeren moet voldoende zijn (< 25 % piek-piek tussen 1,2,3,4,7,8-HxCDF en 1,2,3,6,7,8-HxCDF).

De bepaling dient te gebeuren volgens EPA Method 1613 revision B : Tetra- through octa-chlorinated dioxins and furans by isotope dilution HRGC/HRMS of een methode met gelijkwaardige prestatiecriteria.

Het verschil tussen de bovengrens en de ondergrens mag niet meer dan 20 % bedragen voor levensmiddelen met een dioxineverontreiniging van omstreeks 1 pg WHO-TEQ/g vet (gebaseerd op uitsluitend PCDD's/PCDF's). Voor levensmiddelen met een laag vetgehalte gelden dezelfde eisen voor een verontreiniging van omstreeks 1 pg WHO-TEQ/g product. Voor geringe verontreinigingen, bv. 0,50 pg WHO-TEQ/g product, mag het verschil tussen de bovengrens en de ondergrens 25 tot 40 % bedragen.

## 7. Screeningmethoden

### 7.1. Inleiding

Er kunnen verschillende benaderingen worden gevolgd voor de screeningmethode : een echte screening en een kwantitatieve benadering.

#### Screening

De respons van de monsters wordt vergeleken met die van een referentiemonster bij het betrokken concentratieniveau. Monsters die een kleinere respons vertonen dan het referentiemonster worden als negatief aangemerkt, monsters met een grotere respons als verdacht positief. Eisen :

In elke testreeks moeten een blanco en een referentiemonster worden meegenomen, die op hetzelfde moment onder identieke omstandigheden worden geëxtraheerd en onderzocht. Het referentiemonster moet een duidelijk verhoogde respons te zien geven in vergelijking met een blanco.

Er moeten extra referentiemonsters met een concentratie van 0,5 maal en 2 maal het betrokken concentratieniveau worden onderzocht om aan te tonen dat de test in het voor de controle van het betrokken concentratieniveau relevante concentratiebereik voldoet.

Bij het onderzoeken van andere matrices moet nagegaan worden of de referentiemonsters geschikt zijn, bij voorkeur door monsters te onderzoeken waarvan met HRGC/HRMS is aangetoond dat zij een TEQ-waarde omstreeks dat van het referentiemonster hebben, dan wel een tot die concentratie verrijkt blanco monster.

Aangezien er bij bioassays geen interne standaarden kunnen worden gebruikt, zijn herhaalbaarheidstests van groot belang om gegevens te verkrijgen over de standaardafwijking binnen één testreeks. De variatiecoëfficiënt moet kleiner dan 30 % zijn.

Voor bioassays moeten de doelverbindingen, de mogelijke storingen en de maximaal toelaatbare blancowaarden worden vastgesteld.

#### Kwantitatieve benadering

Voor de kwantitatieve benadering zijn standaardverdunningsreeksen, clean-up en bepaling in duplo of triplo, alsmede blanco- en terugvindingsbepalingen nodig. Het resultaat kan worden uitgedrukt als TEQ, waarbij wordt aangenomen dat de verbindingen die het signaal geven voldoen aan het TEQ-principe. Dit kan worden gedaan door met TCDD (of een standaardmengsel dioxinen/furanen) een ijkkromme te maken om het TEQ-gehalte in het extract en dus in het monster te berekenen. Dit wordt vervolgens gecorrigeerd voor het TEQ-gehalte dat voor een blanco monster is berekend (om te corrigeren voor onzuiverheden afkomstig van de gebruikte oplosmiddelen en chemicaliën) en de terugvinding (berekend uit het TEQ-gehalte in een kwaliteitscontrolemonster met een concentratie omstreeks het betrokken concentratieniveau). N.B. : het schijnbare verlies in de terugvinding kan ten dele te wijten zijn aan matrixeffecten en/of verschillen tussen de TEF-waarden in de bioassays en de officiële TEF-waarden die door de WHO zijn vastgesteld.

## 7.2. Voorschriften voor screeningmethoden

Voor screening kunnen GC/MS-methoden en bioassays worden gebruikt. Voor GC/MS-methoden moeten de in punt 6 beschreven voorschriften worden gebruikt. Voor bioassays op basis van cellen zijn specifieke voorschriften vastgelegd in punt 7.3 en voor bioassays op basis van kits in punt 7.4.

Er moet informatie beschikbaar zijn over het aantal fout-positieve en fout-negatieve uitslagen in een groot aantal monsters onder en boven het maximumniveau of actieniveau in vergelijking met het TEQ-gehalte dat met behulp van een bevestigingsmethode is bepaald. Het werkelijke percentage fout-negatieve uitslagen moet kleiner dan 1 % zijn. Het percentage fout-positieve monsters moet zo klein zijn dat gebruik als screeningstest zinvol is.

Positieve resultaten moeten altijd door middel van een bevestigingsmethode (HRGC/HRMS) bevestigd worden. Daarnaast moeten monsters uit een groot TEQ-bereik worden bevestigd met HRGC/HRMS (ongeveer 2-10 % van de negatieve monsters). Er moet informatie over de overeenstemming tussen de bioassay- en HRGC/HRMS-resultaten worden verstrekt.

## 7.3. Specifieke voorschriften voor bioassays op basis van cellen

Bij het uitvoeren van een bioassay is voor elke testrun een reeks referentieconcentraties van TCDD of een dioxine/furanenmengsel vereist (volledige dosis-responscurve met  $R^2 > 0,95$ ). Voor screeningdoeleinden kan echter ook een gedetailleerdere curve voor het lage-concentratiebereik worden gebruikt voor het ontleden van monsters met een laag gehalte.

Voor het resultaat van de bioassay over een constant tijdsinterval moet een TCDD-referentieconcentratie (ongeveer driemaal de bepaalbaarheidsgrens) op een kwaliteitscontroleformulier worden gebruikt. Een andere mogelijkheid is de relatieve respons van een referentiemonster ten opzichte van de TCDD-ijklijn, aangezien de respons van de cellen van tal van factoren kan afhangen.

Voor elk soort referentiemateriaal moeten kwaliteitscontrolekaarten worden bijgehouden en gecontroleerd om na te gaan of het resultaat in overeenstemming is met de aangegeven richtsnoeren.

Met name voor kwantitatieve berekeningen moet de inductie van de gebruikte monsterverdunning in het lineaire gebied van de ijkcurve liggen. Monsters die boven het lineaire gebied van de ijkcurve liggen, moeten worden verdund en opnieuw worden gemeten. Aanbevolen wordt om telkens ten minste drie verdunningen te meten.

De standaardafwijking mag voor een triplobepaling bij elke monsterverdunning niet meer zijn dan 15 % en bij drie onafhankelijke experimenten niet meer dan 30 %.

De aantoonbaarheidsgrens kan worden gesteld op driemaal de standaardafwijking van de oplosmiddelblanco of het achtergrondniveau. Een andere mogelijkheid is hiervoor de concentratie te nemen die in de ijkcurve van de testdag overeenkomt met een respons die boven de achtergrond ligt (een inductie van vijfmaal de respons van de oplosmiddelblanco). De bepaalbaarheidsgrens kan worden gesteld op vijf- tot zesmaal de standaardafwijking van de oplosmiddelblanco of het achtergrondniveau; ook kan hiervoor de concentratie worden genomen die in de ijkcurve van de testdag overeenkomt met een respons die boven de achtergrond ligt (een inductie van tienmaal de respons van de oplosmiddelblanco).

## 7.4. Specifieke voorschriften voor bioassays op basis van kits

(Op het moment dat dit besluit gemaakt wordt, zijn er nog geen gegevens bekend over in de handel verkrijgbare bioassays op basis van kits die gevoelig en betrouwbaar genoeg zijn om te worden gebruikt voor de screening op de aanwezigheid van dioxinen bij de vereiste concentratieniveaus in monsters van levensmiddelen of diervoeders.)

De aanwijzingen van de fabrikant voor de monstervoorbereiding en de ontledingen moeten worden opgevolgd.

Testkits waarvan de houdbaarheidsdatum is verstrekt, mogen niet worden gebruikt.

Materiaal of componenten die bedoeld zijn voor andere kits mogen niet worden gebruikt.

De testkits moeten worden opgeslagen binnen het aangegeven temperatuurbereik en worden gebruikt bij de aangegeven gebruikstemperatuur.

De aantoonbaarheidsgrens voor een immunoassay wordt bepaald als de som van het gemiddelde en driemaal de standaardafwijking, verkregen uit 10 herhaalde blanco-ontledingen, gedeeld door de helling van de lineaire regressievergelijking.

In het laboratorium moeten proeven worden uitgevoerd op referentiestandaarden om na te gaan of de respons van de standaard in de test in een aanvaardbaar bereik ligt.

## 8. Rapportage van de resultaten

Voorzover de gebruikte ontledingsprocedure dit toelaat, moeten de ontledingsresultaten de concentratieniveaus van de afzonderlijke PCDD/F- en PCB-congeneren bevatten en worden gerapporteerd als « ondergrens », « bovengrens » en « middelwaarde » teneinde voldoende details te verstrekken om de resultaten al naar de gestelde eisen te kunnen interpreteren.

Het verslag moet ook het vetgehalte van het monster en de voor vetextractie gehanteerde methode omvatten.

De terugvindingspercentages van de verschillende interne standaarden moeten beschikbaar worden gesteld in geval de terugvindingspercentages buiten het in punt 6 aangegeven bereik liggen, wanneer het maximumniveau wordt overschreden en in andere gevallen op verzoek.

Gezien om te worden gevoegd bij het ministerieel besluit van 13 maart 2003 tot vaststelling van de criteria voor analysemethoden voor de officiële controle op de maximumgehalten aan dioxines en voor de gehaltebepaling van dioxineachtige PCB's in voedingsmiddelen.

De Minister van Volksgezondheid,

J. TAVERNIER