

# LOIS, DECRETS, ORDONNANCES ET REGLEMENTS WETTEN, DECRETEN, ORDONNANTIES EN VERORDENINGEN

## MINISTERE DES AFFAIRES SOCIALES, DE LA SANTE PUBLIQUE ET DE L'ENVIRONNEMENT

F. 99 — 1793

[C - 99/22622]

**12 JUIN 1999. — Arrêté ministériel fixant les modalités d'échantillonnage et la compétence technique des laboratoires en vue de la recherche de résidus de PCB/dioxines dans certains produits d'origine animale**

Le Ministre de la Santé publique,

Vu la loi du 24 janvier 1977 relative à la protection de la santé des consommateurs en ce qui concerne les denrées alimentaires et les autres produits, notamment l'article 6bis;

Vu la décision 1999/363/CEE de la Commission du 3 juin 1999 concernant des mesures de protection contre la contamination par la dioxine de certains produits d'origine animale destinés à la consommation humaine ou animale;

Vu la décision 1999/368/CE de la Commission du 4 juin 1999 concernant des mesures de protection contre la contamination par la dioxine par les produits d'origine animale destinés à la consommation humaine ou animale dérivés de bovins et de porcins;

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;

Considérant qu'il est nécessaire de prendre sans délai des mesures afin d'éviter tout risque d'intoxication à la dioxine chez le consommateur;

Sur la proposition de Notre Vice-Premier Ministre et Ministre de l'Intérieur, chargé de la Santé publique,

Arrête :

**Article 1<sup>er</sup>.** Le présent arrêté est applicable aux produits d'origine animale qui sont mis sous saisie conservatoire en application de :

— l'arrêté ministériel du 31 mai 1999 relatif à des mesures relatives à certains produits d'origine animale, modifié par les arrêtés des 2, 5, 8 et 12 juin 1999;

— l'arrêté ministériel du 5 juin 1999 portant des mesures relatives à certains produits d'origine animale provenant de bovins et de porcs, modifié par les arrêtés des 8 et 12 juin 1999;

Le présent arrêté est aussi applicable aux produits visés à la décision 1999/368/CE de la Commission du 4 juin 1999 et qui ne sont pas repris dans les arrêtés ministériels ci-dessus.

**Art. 2.** La procédure d'échantillonnage et les méthodes d'analyse en vue de la recherche de résidus de dioxines ou de PCB dans les produits d'origine animale sont reprises dans les annexes I et II au présent arrêté.

**Art. 3.** Le présent arrêté entre en vigueur le 12 juin 1999.

Bruxelles, le 12 juin 1999.

L. VAN DEN BOSSCHE

## MINISTERIE VAN SOCIALE ZAKEN, VOLKSGEZONDHEID EN LEEFMILIEU

N. 99 — 1793

[C - 99/22622]

**12 JUNI 1999. — Ministerieel besluit tot vaststelling van de modaliteiten van monsterneming en de technische competentie van de laboratoria voor het opsporen van residuen van PCB/dioxines in sommige producten van dierlijke oorsprong**

De Minister van Volksgezondheid,

Gelet op de wet van 24 januari 1977 betreffende de bescherming van de gezondheid van de verbruikers op het stuk van de voedingsmiddelen en andere producten, inzonderheid op de artikel 6bis;

Gelet op de beschikking 1999/363/EEG van de Commissie van 3 juni 1999 tot vaststelling van beschermende maatregelen met betrekking tot dioxineverontreiniging van voor menselijke of dierlijke voeding bestemde dierlijke producten;

Gelet op de beschikking 1999/368/EG van de Commissie van 4 juni 1999 tot vaststelling van beschermende maatregelen met betrekking tot dioxineverontreiniging van voor menselijke of dierlijke voeding bestemde dierlijke producten afkomstig van runderen en varkens;

Gelet op de wetten op de Raad van State, gecoördineerd op 12 januari 1973, inzonderheid op artikel 3, § 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 onverwijld maatregelen moeten worden genomen om elk risico op dioxinevergiftiging bij de consument te vermijden;

Op de voordracht van Onze Vice-Eerste Minister en Minister van Binnenlandse Zaken, belast met Volksgezondheid,

Besluit :

**Artikel 1.** Dit besluit is van toepassing op de producten van dierlijke oorsprong, die onder bewarend beslag zijn geplaatst in toepassing van :

— het ministerieel besluit van 31 mei 1999 houdende maatregelen betreffende sommige producten van dierlijke oorsprong, gewijzigd bij de ministeriële besluiten van 2, 5, 8 en 12 juni 1999;

— het ministerieel besluit van 5 juni 1999 houdende maatregelen betreffende sommige producten van dierlijke oorsprong afkomstig van runderen en varkens, gewijzigd bij de ministeriële besluiten van 8 en 12 juni 1999.

Dit besluit is eveneens van toepassing op de producten van dierlijke oorsprong bedoeld in de beschikking 1999/368/EG van de Commissie van 4 juni 1999 en die niet zijn opgenomen in de voornoemde ministeriële besluiten.

**Art. 2.** De procedure van monsterneming en de technische competentie van de laboratoria voor het opsporen van residuen van dioxines of PCB in producten van dierlijke oorsprong zijn vastgesteld in de bijlagen I en II bij dit besluit.

**Art. 3.** Dit besluit treedt in werking met ingang van 12 juni 1999.

Brussel, 12 juni 1999.

L. VAN DEN BOSSCHE

## Annexe I

Procédure d'échantillonnage pour les analyses PCB/dioxines  
des certains produits d'origine animale

## Objectif :

Cette procédure vise à déterminer le nombre d'échantillons à prélever et la méthode d'échantillonnage afin de pouvoir libérer, avec un certain degré de confiance, une population donnée de produits sur base des résultats d'analyses effectuées sur ces échantillons.

Ce plan concerne les produits incriminés et mis sous saisies, qui sont rassemblés et conservés au niveau des fabricants, des grossistes et des centres de distribution ou des centrales d'achat.

Ne sont visés que les produits fabriqués à partir du 15 janvier 99. Le responsable doit faire un inventaire de tous les produits visés dans les AM concernés et tenir cet inventaire et les preuves documentaires s'y rapportant à la disposition de l'IGDA ou de l'IEV (notamment les factures d'achat, les numéros de lot tels que mentionnés sur l'étiquetage des produits, les dates de fabrication éventuellement mentionnées sur l'étiquetage pour certains produits).

## Procédure :

## 1. Détermination du lot

Il s'agit de la population à échantillonner.

## 1° Niveau fabricant

La population à échantillonner est le lot de fabrication d'une même catégorie de produit incriminé. Exemple de catégories : mayonnaises aux œufs, saucissons secs, pâtés, jambons.

Lot de fabrication : l'ensemble des unités individuelles de vente finales aux consommateurs ou aux utilisateurs de produits fabriqués dans des circonstances et à des moments identiques. (ex. de critère : date de fabrication, période de fabrication, n° de lot).

Lot de fabrication homogène : lot de fabrication pour lequel il est prouvé que la contamination est répartie de manière homogène dans toutes les unités appartenant à ce lot ou dans les matières premières incriminées utilisées pour la fabrication de ce lot (ex. de critère : il existe une étape d'homogénéisation efficace dans le processus de fabrication et une traçabilité entre toutes les unités de produits d'un même lot et cette étape est établie).

## 2° Niveau du commerce

La population à échantillonner est l'ensemble des unités individuelles de vente finales aux consommateurs de produits de la même catégorie et provenant du même fournisseur qui portent la même date de durabilité minimale (mention obligatoire d'étiquetage selon la réglementation). Le numéro de lot obligatoire figurant sur l'étiquetage peut aussi être utilisé.

Dans les 2 cas précités, il est permis de regrouper des produits appartenant à la même catégorie qui sont de nature et de composition et de mode de production similaires. Exemple de produits groupés : mayonnaises, dressings, et autres sauces similaires à base d'œufs (plus de 2 %).

## 2. Inventaire des produits d'un même lot

## 1° Niveau fabricant

Pour chaque catégorie de produit, le fabricant doit faire l'inventaire du nombre total d'unités de vente finales appartenant à un même lot de fabrication. Cet inventaire peut se calculer à partir du poids total du lot (tenant compte du poids d'une unité).

## 2° Niveau commerce

Pour chaque catégorie de produit provenant d'un même fournisseur, le responsable doit faire l'inventaire du nombre total d'unités de vente finales et éventuellement des numéros de lot figurant sur l'étiquetage de ces unités (tels que prescrit par la réglementation) appartenant à un même lot.

## 3. Détermination de l'intensité de l'échantillonnage

Il s'agit de déterminer la taille de l'échantillon à prélever dans chaque lot et à soumettre à analyse.

## 3.1. Cas d'un lot de fabrication ou de commerce non homogène

La méthode est basée sur la norme ISO 3951 : 1989.

Le plan proposé et les paramètres de ce plan figure au point 6.

## 3.2. Cas d'un lot de fabrication homogène

Taille de l'échantillon : 3 unités au minimum.

Décision d'acceptation ou de rejet du lot :

## a) Viande de volaille, produits à base de viande de volaille, œufs et le lait :

Si tous les résultats des analyses PCB effectuées sur l'échantillon sont  $< 200 \mu\text{g}/\text{kg}$  sur la matière grasse (200 ppb) ou si les résultats des analyses dioxine effectuées sont  $< 5\text{pg TEQ}/\text{gr}$ . sur la matière grasse, le lot est accepté.

## b) Viande de bovin, de porc et les produits à base de ces viandes :

Si tous les résultats des analyses PCB ou dioxine sont  $<$  la limite encore à fixer légalement, mais pour l'instant en dessous des valeurs ci-dessus, le lot est accepté.

c) Si un résultat d'analyse est  $>$  que les limites ci-dessus, le lot est rejeté.

#### 4. Méthode d'échantillonnage et analyse

Les unités doivent être prélevées dans le lot de sorte que chacune ait la même probabilité de faire partie de l'échantillon (échantillonnage aléatoire).

Cela signifie notamment :

- plusieurs unités contenues dans un même emballage secondaire ne peuvent pas constituer l'échantillon;
- prélever à des endroits différents;
- prélever des unités de produits de nature différente (ex. : pâtés au poivre, pâtés aux asperges, ...).

La quantité minimale de l'unité soumise à analyse est déterminé par les besoins de la méthode d'analyse des PCB. Si, lors de l'échantillonnage, l'unité contient une quantité moindre, il faut compléter avec d'autres unités et il faut considérer l'ensemble comme une nouvelle unité simple de l'échantillon.

L'identification du lot de chaque unité échantillonnée (ex. : numéro de lot) doit être relevée et elle doit être mentionnée sur la demande d'analyse, de même que le nom et l'adresse du fabricant. Ces données doivent figurer sur le rapport d'analyse, ainsi que l'identification précise des produits visés (se référer à la norme EN 45001). L'analyse ne peut être effectuée que par les laboratoires publiée régulièrement au *Moniteur belge*.

La procédure d'échantillonnage et l'identification seront sous contrôle d'un fonctionnaire compétent, qui mettra sous scellés les échantillons.

Norme fixée légalement : pour les PCB/dioxines : voir point 3.2.

L'échantillonnage effectué en laboratoire sur les unités de l'échantillon aux fins des analyses et la méthode d'analyse doivent être conformes aux normes ISO ou EN ad hoc.

#### 5. Libération des produits

Le certificat de libération est établi pour toutes les unités de vente constitutives du lot qui a été soumis à échantillonnage et analyse. Il mentionnera le nombre d'unités et les numéros de lots des produits. Il sera accompagné d'une déclaration du responsable certifiant que la présente procédure a été suivie (si nécessaire, il peut déléguer l'exécution de tout ou partie de cette procédure au laboratoire d'analyse).

Les résultats d'analyse seront rapportés obligatoirement sur un point central, et jugées par un Comité, d'au moins deux experts : 1 désigné par le Ministre de la Santé publique et 1 expert désigné par le Ministre de l'Agriculture.

#### 6. Intensité d'échantillonnage

Paramètres :

- Probabilité de 95 % d'accepter un lot
- NQA = 0,25 (NQA = niveau de qualité acceptable ou pourcentage maximum de défauts dans le lot qui, pour les besoins de l'inspection par échantillonnage, est considéré comme acceptable).
- niveau d'inspection général I pour les petits échantillons, niveau d'inspection spécial S4 pour les grands échantillons
- taille de l'échantillon : voir tableau ci-dessous :

Effectif du lot	Méthode quantitative		
	N	n	K
2 à 8	7	2,00	I
9 à 15	7	2,00	I
16 à 25	7	2,00	I
26 à 50	7	2,00	I
51 à 90	7	2,00	I
91 à 150	7	2,00	I
151 à 280	7	2,00	S4
281 à 500	7	2,00	S4
501 à 1200	10	2,11	S4
1201 à 3200	15	2,20	S4
3201 à 10000	20	2,24	S4
10001 à 35000	25	2,28	S4
35001 à 150000	35	2,31	S4
150001 à 500000	50	2,35	S4

N : taille du lot

n : nombre d'unités à prélever pour constituer un échantillon d'un lot

Décision d'acceptation ou de rejet du lot :

Calculer l'index de qualité  $Q = (200 \text{ ppm} - m)/s$  ( $m$  = moyenne des résultats de l'échantillon,  $s$  = écart type des résultats relatifs à l'échantillon) et comparer  $Q$  avec la constante d'acceptabilité  $k$  (voir tableau ci-dessus).

a) si  $k < Q$ , le lot est accepté;

b) si  $k > Q$ , le lot est rejeté;

c) Viande de volaille, produits à base de viande de volaille, œufs et le lait :

si tous les résultats des analyses PCB effectuées sur l'échantillon sont  $< 200 \mu\text{g}/\text{kg}$  sur la matière grasse (200 ppb) ou si les résultats des analyses dioxine effectuées sont  $< 5 \text{pg TEQ}/\text{gr.}$  sur la matière grasse, le lot est accepté.

Viande de bovin, de porc et les produits à base de ces viandes :

Si tous les résultats des analyses PCB ou dioxine sont  $<$  la limite encore à fixer légalement, mais pour l'instant en dessous des valeurs ci-dessus, le lot est accepté.

d) Si un résultat d'analyse est  $>$  que les limites ci-dessus, le lot est rejeté.

Vu pour être annexé à l'arrêté ministériel du 12 juin 1999.

L. VAN DEN BOSSCHE

---

#### Bijlage I

Bemonsteringsprocedure voor de PCB/dioxine-analyses van de sommige producten van dierlijke oorsprong

Doelstelling :

Deze procedure tracht het aantal stalen dat genomen moet worden en de steekproefmethode te bepalen om, met een zekere mate van vertrouwen, een bepaalde hoeveelheid producten te kunnen vrijgeven op basis van de resultaten van de analyses die op deze stalen werden uitgevoerd.

Dit plan slaat op de verdachte en in beslag genomen producten die verzameld en bewaard worden op het niveau van de fabrikanten, de groothandelaars en de verdeelcentra of aankoopcentrales.

Enkel de producten die vanaf 15 januari 1999 werden gefabriceerd, worden hier bedoeld. De verantwoordelijke persoon dient een inventaris op te stellen van alle producten die in de betrokken ministeriële besluiten bedoeld worden en dient die inventaris en de daarmee verband houdende bewijzen ter beschikking te houden van de AEWI of het IVK (onder meer aankoopfacturen, nummers van de loten zoals die vermeld worden op de etiketten van de producten, de fabricatiedata die eventueel vermeld worden op de etiketten voor bepaalde producten).

Procedure :

1. Bepaling van het lot

Het gaat om de hoeveelheid waarop de bemonstering moet gebeuren.

1° Niveau van de fabrikant

De partij waarop de bemonstering moet gebeuren, is het fabricagelot van éénzelfde categorie van verdachte producten. Voorbeelden van categorieën : mayonaise op basis van eieren, droge worsten, deegwaren, hespen.

Fabricagelot : het geheel van individuele verkoopseenheden, aan de eindverbruikers of enige andere gebruiker van deze producten die in identieke omstandigheden en op identieke tijdstippen gemaakt werden (vb. van criterium : fabricatiedatum, fabricatieperiode, lotnummer).

Homogeen lotnummer : fabricagelot waarvoor bewezen is dat de besmetting op homogene manier verdeeld is over alle producten die tot dat lot behoren of over de verdachte grondstoffen die gebruikt werden om dat lot te fabriceren (vb. van criterium : er bestaat een etappe van efficiënte homogenisering in het fabricageproces en het verband tussen alle eenheden van producten van hetzelfde lot en deze etappe kan eenduidig worden bewezen).

2° Niveau van de handel

De hoeveelheid waarop steekproeven moeten worden genomen, is het geheel van individuele verkoopseenheden voor de verbruikers van producten van dezelfde categorie die van dezelfde leverancier komen en die dezelfde datum van minimale houdbaarheid dragen (verplichte vermelding op de etiketten volgens de reglementering). Ook het verplichte lotnummer dat op de etiketten staat kan worden gebruikt.

In de 2 voorgaande gevallen mogen ook producten samengenomen worden die tot dezelfde categorie behoren die een gelijkaardige aard, samenstelling en productiewijze hebben. Een voorbeeld van samengevoegde producten : mayonaises, dressings en andere gelijkaardige sauzen op basis van eieren (meer dan 2 %).

## 2. Inventaris van de producten van éénzelfde lot :

### 1° Niveau van de fabrikant

Voor elke productcategorie dient de fabrikant de inventaris op te stellen van het totale aantal verkoopseenheden dat tot eenzelfde fabricagelot behoort. Die inventaris kan ook berekend worden op basis van het totale gewicht van het lot (rekening houdend met het gewicht van een eenheid).

### 2° Niveau van de handel

Voor elke categorie van producten die afkomstig zijn van eenzelfde leverancier dient de verantwoordelijke persoon de inventaris te maken van het totale aantal verkoopseenheden en eventueel van de lotnummers die op de etiketten staan van deze eenheden (zoals door de reglementering voorgeschreven), die tot eenzelfde lot behoren.

## 3. Bepaling van de intensiteit van de steekproef

Het betreft hier het bepalen van het aantal stalen dat in elk lot genomen moet worden en ter analyse moet worden overgemaakt.

### 3.1. Een niet homogeen fabricage- of handelslot

De methode is gebaseerd op de ISO-norm 3951 : 1989.

Het voorgestelde plan en zijn parameters zijn te vinden in punt 6.

### 3.2. Een homogeen fabricagelot

Aantal stalen : ten minste drie eenheden.

Beslissing tot aanvaarding of tot afwijzing van het lot :

a) Vlees van gevogelte, producten op basis van vlees van gevogelte, eieren en melk : indien de resultaten van de analyse PCB in het staal  $< 200 \mu/\text{kg}$  uitgedrukt op vet (200 ppb) of indien de resultaten van de analyses dioxine in het staal  $< 5 \text{ pg TEQ/g}$ , uitgedrukt op vet, dan wordt het lot aanvaard.

b) Vlees van runderen, varkens of producten op basis van vlees van runderen of varkens : indien de resultaten van de analyses op PCB of dioxines  $< \text{is dan de grenswaarde welke nog wettelijk moet vastgelegd worden, maar op dit ogenblik } < \text{ is dan de hierboven vermelde grenswaarden, dan wordt het lot aanvaard.}$

c) Indien een analyseresultaat  $> \text{ is dan de hierboven vermelde grenswaarden, dan wordt het lot afgewezen.}$

## 4. Methode van steekproef en analyse

De eenheden moeten op die manier in het lot gekozen worden dat elke eenheid dezelfde waarschijnlijkheid heeft om deel uit te maken van het staal (aselecte steekproef). Dat betekent onder andere :

— Het staal kan niet samengesteld worden door verschillende eenheden die in eenzelfde secundaire verpakking steken;

— Een staal nemen op verschillende plaatsen;

— Een staal nemen van eenheden van producten van verschillende aard (vb. : paté met peper, paté met asperge, ...).

De minimale hoeveelheid eenheden die ter analyse wordt voorgelegd, wordt bepaald door de noden van de PCB-analysmethode. Indien de eenheid bij de steekproef een kleinere hoeveelheid bevat, moet die aangevuld worden met andere eenheden en het geheel moet beschouwd worden als een nieuwe eenheid van het staal.

De identificatie van het lot van elke eenheid waarvan een staal is afgenomen (vb. : lotnummer), moet genoteerd worden en moet vermeld worden op de analyseaanvraag, net zoals de naam en het adres van de fabrikant. Deze gegevens moeten vermeld worden in het analyseverslag evenals de exacte identificatie van de geïdentificeerde producten (volgens de norm EN 45001). De analyse kan enkel uitgevoerd worden door de laboratoria die regelmatig gepubliceerd zullen worden in het *Belgisch Staatsblad*.

De procedure van de bemonstering en de identificatie zullen onder de controle staan van een bevoegd ambtenaar die het staal zal verzegelen.

Wettelijk vastgestelde norm voor PCB/dioxine : zie punt 3.2.

De steekproef die in het laboratorium wordt uitgevoerd op de eenheden van het staal met de analyses als doel en de analysmethode moeten conform de ISO- of de ad hoc EN-normen zijn.

## 5. Het vrijgeven van de producten

Het certificaat van vrijgeving wordt opgesteld voor alle verkoopseenheden die deel uitmaken van het lot dat aan de bemonstering onderworpen werd en geanalyseerd werd. Het zal het aantal eenheden en de lotnummers van de producten vermelden. Het zal vergezeld zijn van een verklaring van de verantwoordelijke persoon die stelt dat de beschreven procedure gevolgd werd (indien nodig kan hij de uitvoering van de hele procedure of van een gedeelte daarvan delegeren aan het analyselabo).

De analyseresultaten worden verplicht gerapporteerd op een centrale plaats waar een comité van ten minste twee ambtenaren een beoordeling zal uitbrengen : ten minste 1 aangeduid door de Minister van Volksgezondheid en 1 aangeduid door de Minister van Landbouw.

## 6. Intensiteit van de steekproef

Parameters :

- Een zekerheid van 95 % om een lot te beoordelen.
- $NQA = 0,25$  ( $NAQ =$  niveau van aanvaardbare kwaliteit of maximum percentage van gebreken in het lot dat, voor de inspectiebehoeften per steekproef, als aanvaardbaar beschouwd wordt).
- Algemeen inspectieniveau I voor de kleine stalen, speciaal inspectieniveau S4 voor de grote stalen.
- Grootte van de steekproef : zie de tabel hieronder :

Grootte van het lot	Kwantitatieve methode		
	N	n	K
2 tot 8	7	2.00	I
9 tot 15	7	2.00	I
16 tot 25	7	2.00	I
26 tot 50	7	2.00	I
51 tot 90	7	2.00	I
91 tot 150	7	2.00	I
151 tot 280	7	2.00	S4
281 tot 500	7	2.00	S4
501 tot 1200	10	2.11	S4
1201 tot 3200	15	2.20	S4
3201 tot 10000	20	2.24	S4
10001 tot 35000	25	2.28	S4
35001 tot 150000	35	2.31	S4
150001 tot 500000	50	2.35	S4

N : grootte van het lot

n : aantal eenheden dat afgenomen moet worden om een staal van een lot samen te stellen

Om te beslissen of een lot wordt aanvaard of afgewezen, wordt de volgende berekening gemaakt :

Kwaliteitsindex  $Q = (200 \text{ ppb-m})/s$  ( $m$ -gemiddelde van de resultaten van het staal,  $s$  = verschil type van de resultaten met betrekking tot het staal) en vergelijk  $Q$  met de aanvaardbaarheidsconstante  $k$  (zie de tabel hierboven).

a) Als  $k < Q$  wordt het lot aanvaard;b) Als  $k > Q$  wordt het lot afgewezen;

c) Vlees van gevogelte, producten op basis van vlees van gevogelte, eieren en melk : indien de resultaten van de analyse PCB in het staal  $< 200 \mu\text{g/kg}$  uitgedrukt op vet (200 ppb) of indien de resultaten van de analyses dioxine in het staal  $< 5 \text{ pg TEQ/g}$ , uitgedrukt op vet, dan wordt het lot aanvaard.

Vlees van runderen, varkens of producten op basis van vlees van runderen of varkens : indien de resultaten van de analyses op PCB of dioxines  $<$  dan de grenswaarde welke nog wettelijk moet vastgelegd worden, maar op dit ogenblik  $<$  dan de hierboven vermelde grenswaarden, dan wordt het lot aanvaard.

d) Indien een analyseresultaat  $>$  dan de hierboven vermelde grenswaarden, dan wordt het lot afgewezen.

Gezien om te worden gevoegd bij het ministerieel besluit van 12 juni 1999.

L. VAN DEN BOSSCHE

## Annexe II

Procédure visant à déterminer la compétence technique des laboratoires chargés de la réalisation des analyses PCB/dioxines des produits soumis à des mesures conservatoires de protection du consommateur contre la contamination par les PCB/dioxines

## 1. Sélection et reconnaissance des laboratoires belges en matière d'analyses de PCB

La sélection des laboratoires est basée sur le fait de disposer d'un système de qualité interne et d'une procédure de validation suffisante de la méthode utilisée. Afin d'évaluer la compétence technique des laboratoires, les laboratoires doivent faire l'objet d'une évaluation complémentaire par un ou plusieurs auditeurs compétents et reconnus de façon formelle comme auditeurs Beltest EN-45001. Une liste actualisée des auditeurs est tenue à jour par le Ministre de l'Agriculture et par le Ministre de la Santé publique.

En cours d'audit, les auditeurs vérifieront si les laboratoires qui désirent être reconnus disposent de l'appareillage requis, d'un personnel qualifié en nombre suffisant, des standards nécessaires et d'une méthode de validation correcte ainsi que d'un protocole de contrôle de la qualité de l'analyse.

Le laboratoire doit renvoyer une déclaration selon le modèle repris au point 7 de cette annexe. Lorsque le résultat de l'audit est positif et que la déclaration est renvoyée, le laboratoire est formellement reconnu par le Ministre de l'Agriculture ainsi que par le Ministre de la Santé publique. La liste des laboratoires sera publiée régulièrement au *Moniteur belge*.

## 2. Critères de validité exigés pour les analyses de PCB

— Le laboratoire doit consacrer 10 % de sa capacité d'analyse des PCB à la validation.

— Limite de détection (en anglais : LOD - Limit of Detection) : le laboratoire doit démontrer qu'il est capable d'atteindre une limite de détection (sur base des graisses) de 200 µg/kg (somme de 7 congénères).

— Limite de quantification (en anglais : LOQ - Limit of Quantitation) : celle-ci peut être établie via la technique de régression ou via les analyses.

— Linéarité : la zone de linéarité doit être établie. S'il existe un autre lien mathématique dans la zone de travail, il faut le détailler.

— Répétabilité : 6 essais complets doivent au moins être effectués dans les mêmes conditions. La déviation standard relative maximale doit être inférieure à 20 %.

— Reproductibilité intra-essai : c'est la reproductibilité au sein du laboratoire. Elle doit être déterminée à l'aide de cartes-contrôle (en utilisant des limites 2 sigma et 3 sigma). La reproductibilité intra-essai doit satisfaire au critère de Horwitz :  $s_{rel,max} = 2^{(1-0,5 \log c)}$ .

— Taux de récupération : doit être déterminé à l'aide des matériels de référence du BCR suivants : CRM 349 (cod liver oil, 2 ppm), CRM 350 (huile de maquereau, 0,7 ppm) et CRM 450 (poudre de lait naturelle, 0,04 ppm). Si les matériels de références repris ci-dessus ne sont plus disponibles, le laboratoire doit reprendre dans chaque série de mesures un échantillon témoin augmenté de 100 µg/kg de graisse pour chaque congénère de PCB.

— Spécificité : elle peut être démontrée notamment via  $R_1$  (1 ou 2 colonnes) avec une fenêtre maximale autorisée d'1 %, la comparaison avec des profils Arochlor 1254 et 1260, la spectrométrie de masse avec identification de 2 ions spécifiques dans une proportion donnée.

## 3. Programme de qualité interne demandé pour les analyses de PCB

Le programme décrit ci-dessous doit être suivi lors des analyses de routine quotidiennes.

— Procédure à blanc : la procédure complète sans la matrice doit être réalisée et aucun signal significatif et supérieur à la limite de détection ne peut être décelé.

— Standards de travail : un seul standard, utilisé dans la zone de travail, suffit lorsque l'on utilise la technique de dilution isotopique. Lorsqu'on utilise la technique GC-ECD la courbe de calibration doit comporter au moins 5 points et, dans le cadre de la technique GC-MS, 3 standards doivent être utilisés.

— (C)RM ou échantillon Shewart dopé : il faut doper le standard dans la zone de travail, ceci pour les congénères individuels.

Le laboratoire doit conserver un schéma détaillé de la procédure d'analyse (p. ex. : standard 1, standard 2, échantillon 1, échantillon 2, échantillon 3, standard 1,...).

## 4. Présentation des résultats pour les analyses de PCB

Les résultats des analyses doivent contenir toutes les données relatives aux échantillons et tous les résultats doivent être exprimés en µg/kg de matière grasse.

— Le laboratoire peut faire des remarques techniques en ce qui concerne les résultats, mais les remarques subjectives doivent être évitées.

— Les résultats individuels des 7 congénères doivent être fournis. Lorsque le résultat d'un congénère individuel est inférieur à la limite de détection individuelle, il faut présenter ce résultat de la façon suivante : en néerlandais, "NIET AANTOONBAAR", en français "NON DECELABLE" ou en anglais "NOT DETECTABLE". Lorsque le résultat individuel d'un congénère est inférieur à la limite de détection individuelle, il ne faut pas le prendre en compte lorsqu'on établit la somme des 7 congénères (ce résultat devient donc égal à zéro). Lorsque la somme totale des 7 congénères est inférieure à la limite de détection totale, ce résultat doit être présenté de la façon suivante : en néerlandais "NIET AANTOONBAAR", en français "NON DECELABLE" ou en anglais "NOT DETECTABLE". Cependant le chiffre correspondant à la limite de détection totale doit être mentionné.

## 5. Archivage des échantillons

— Les échantillons prélevés de façon officielle doivent être gardés dans un réfrigérateur sous une température inférieure à 8 °C et ceci pendant une période d'au moins 5 jours (à condition que le résultat soit inférieur aux valeurs tolérables maximales en vigueur).

— Les échantillons prélevés de façon officielle dont les résultats d'analyse dépassent les valeurs tolérables maximales en vigueur, doivent être conservés dans un congélateur (à - 18 °C). L'autorité compétente donnera des instructions complémentaires au sujet de ces échantillons.

## 6. Reconnaissance de laboratoires étrangers

Les laboratoires étrangers doivent disposer d'une accréditation EN-45001 dans le domaine repris dans l'Annexe I. Cette accréditation EN-45001 doit être délivrée par un organisme d'accréditation repris dans les reconnaissances mutuelles de l'EA (European cooperation for Accreditation). Le certificat d'accréditation et l'annexe technique doivent être envoyés à un des services repris ci-dessous :

Ministère des Classes moyennes et de l'Agriculture Inspection Générale des Matières premières et des Produits transformés WTC III, 8e étage, Avenue Simon Bolivar 30, B-1000 Bruxelles  Tél. 00 32 2 208 38 61 Telefax : 00 32 2 208 38 66 E-mail : Geert. De. Poorter@cmlag.fgov.be	Ministère des Affaires sociales, de la Santé publique et de l'Environnement Institut scientifique de la Santé publique - Louis Pasteur Rue Juliette Wytsman 14 B-1050 Bruxelles  Tél. : 00 32 2 642 51 86 Telefax : 00 32 2 642 52 27 E-mail : Hedwig.Beernaert@iph.fgov.be
--	--

Lorsque le laboratoire n'est pas accrédité pour l'analyse des PCB et des dioxines pour les matrices mentionnées, il faut suivre la même procédure que pour les laboratoires belges.

## 7. Declaration Form

I accept the requirements explained in the PCB-PROTOCOL,

I will execute the different aspects of this protocol to the best of my abilities.

Name of the director of the Laboratory :

Name of the Laboratory :

Adress :

Place and zipcode :

Country :

Tel. :

Telefax :

E-mail :

Signature :

Return this form to one of the services mentioned below :

Ministère des Classes moyennes et de l'Agriculture

Inspection Générale des Matières premières et des Produits transformés

WTC III, 8e étage,

Avenue Simon Bolivar 30,

B-1000 Bruxelles

Tél. 00 32 2 208 38 61

Telefax : 00 32 2 208 38 66

E-mail : Geert. De. Poorter@cmlag.fgov.be

Ministère des Affaires sociales, de la Santé publique et de l'Environnement

Institut scientifique de la Santé publique - Louis Pasteur

Rue Juliette Wytsman, 14

B-1050 Bruxelles

Tél. : 00 32 2 642 51 86

Telefax : 00 32 2 642 52 27

E-mail : Hedwig.Beernaert@iph.fgov.be

Vu pour être annexé à l'arrêté ministériel du 12 juin 1999.

L. VAN DEN BOSSCHE



## Bijlage II

## Procedure voor het bepalen van de technische competentie van de laboratoria die PCB/dioxine-analyses uitvoeren op sommige producten van dierlijke oorsprong

## 1. Selectie van Belgische laboratoria voor PCB-analyses

De selectie van de laboratoria is gebaseerd op het beschikken over een intern kwaliteitssysteem en een voldoende methodenvalidatie-strategie. Om de technische competentie van het laboratorium zal een audit uitgevoerd worden. Deze audit wordt uitgevoerd door een of meerdere Beltest EN-45001 bevoegd verklaarde auditors. Een geactualiseerde lijst van auditors wordt bijgehouden door de Minister van Landbouw en de Minister van Volksgezondheid.

Tijdens de audit zal door de bevoegde auditoren nagegaan worden of de laboratoria die wensen erkend te worden, beschikken over de vereiste apparatuur, voldoende gekwalificeerd personeel, de noodzakelijke standaarden en een correct methodenvalidatie- en kwaliteitscontroleprotocol.

Het laboratorium moet een modelverklaring zoals in punt 7 van deze bijlage is weergegeven, terugsturen. Als én de audit positief is én de verklaring teruggezonden wordt, zal het laboratorium formeel erkend worden door de Minister van Landbouw en door de Minister van Volksgezondheid. De lijst met laboratoria zal op regelmatige tijdstippen gepubliceerd worden in het *Belgisch Staatsblad*.

## 2. Vereiste validatiecriteria voor PCB-analyses

— Het laboratorium dient 10 % van zijn totale analysecapaciteit voor PCB's te besteden aan validatiewerk.

— Volgende criteria dienen bepaald te worden :

— Aantoonbaarheidsgrens (Engels : LOD : Limit of Detection) : het laboratorium moet aantonen dat het in staat is om een aantoonbaarheidsgrens van ten hoogste 200 µg/kg (uitgedrukt op vet) te behalen (de som van de 7 congenen).

— Bepaalbaarheidsgrens (Engels : LOQ : Limit of Quantitation) : deze kan bepaald worden via de regressie-techniek of via analyses.

— Lineariteit : het lineair gebied moet aangetoond worden. Als er binnen het werkgebied een ander mathematisch verband is moet dit omstandig worden bewezen.

— Herhaalbaarheid : ten minste zes volledige proeven moeten uitgevoerd worden onder dezelfde omstandigheden. De maximale relatieve standaardafwijking moet kleiner zijn dan 20 %.

— Intra-reproduceerbaarheid : de reproduceerbaarheid binnen het laboratorium. Deze dient bepaald te worden via controlekaarten (met gebruik van 2 s en 3 s grenzen). De intra-reproduceerbaarheid moet voldoen aan het criterium van Horwitz :  $s_{rel,max} = 2^{(1-0.5 \log c)}$ .

— Rendement : dit moet aangetoond worden via de volgende BCR-referentiematerialen : CRM 349 (cod liver oil, 2 ppm), CRM 350 (mackerel oil 0.7 ppm) en CRM 450 (natural milk powder, 0.04 ppm). Indien de vernoemde BCR-referentiematerialen niet (meer) ter beschikking zijn, dan moet het laboratorium in elke meetreeks een controlemonster opnemen waaraan 100 µg/kg vet per individuele PCB congener is toegevoegd.

— Specificiteit : dit kan onder meer aangetoond worden via  $R_t$  (1 of 2 kolommen) met een maximum toegelaten venster van 1 %, vergelijking met Arochlor 1254 en 1260 patronen, massa-spectrometrie met identificatie van twee specifieke ionen in een bepaalde verhouding.

## 3. Vereist intern kwaliteitsprogramma voor PCB-analyses

Onderstaand programma moet bij de dagelijkse routine-analyses uitgevoerd worden.

— Procedure blanco : de volledige procedure zonder de matrix moet uitgevoerd worden en er mag geen significant signaal waargenomen worden dat groter is dan de aantoonbaarheidsgrens.

— Werkstandaarden : één standaard volstaat binnen het werkgebied als de isotopendilutie-techniek wordt gebruikt. Als de GC-ECD-techniek wordt gebruikt, moet de kalibratiecurve ten minste 5 punten bevatten en voor de GC-MS-techniek dienen er drie standaarden gebruikt te worden.

— (C)RM of een gespiked Shewart-monster; het spiken dient te gebeuren binnen het werkgebied en voor de individuele congenen.

Het laboratorium moet een gedetailleerd schema bijhouden van de analysegang (bijv. : standaard 1, standaard 2, monster 1, monster 2, monster 3, standaard 1,...)

## 4. Weergave van resultaten voor PCB-analyses

— De beproevingsverslagen moeten alle monstergegevens omvatten en alle resultaten moeten uitgedrukt worden in µg/kg (uitgedrukt op vet).

— Het laboratorium mag technische opmerkingen maken i.v.m. de resultaten, maar subjectieve opmerkingen moeten vermeden worden.

— De individuele resultaten van de 7 congenen moeten aangegeven worden. Als een individueel resultaat van een congener kleiner is dan de individuele aantoonbaarheidsgrens, moet de weergave van dit resultaat als volgt luiden : in het Nederlands : «NIET AANTOONBAAR» of in het Frans : «NON DECELABLE» of in het Engels «NOT DETECTABLE». Als een individueel resultaat van een congener kleiner is dan de individuele aantoonbaarheidsgrens, dan wordt dit individuele resultaat niet in rekening gebracht bij de som van de 7 congenen (het desbetreffende individuele resultaat wordt dus gelijkgesteld aan 0). Als de totale som van de zeven congenen kleiner is dan de totale aantoonbaarheidsgrens, dan moet de weergave van het totale resultaat als volgt luiden : in het Nederlands : «NIET AANTOONBAAR» of in het Frans «NON DECELABLE» of in het Engels «NOT DETECTABLE». Tevens moet het cijfer dat de totale aantoonbaarheidsgrens weergeeft, vermeld worden.

## 5. Archivering van monsters

— Officieel genomen monsters moeten in een koelkast bij een temperatuur kleiner dan 8 °C bewaard worden en dit voor een periode van minstens 5 dagen (op voorwaarde dat het resultaat lager is dan de vastgestelde maximale tolerantiewaarde).

— Officieel genomen monsters met analyseresultaten die de maximale tolerantiewaarde overschrijden, moeten in een diepvries bewaard worden (bij - 18 °C). De bevoegde overheid zal dan verdere instructies geven wat er met deze monsters moet gebeuren.

## 6. Aanvaarding van buitenlandse laboratoria

De buitenlandse laboratoria dienen over een EN-45001-accreditatie te beschikken in het domein vermeld in bijlage I. Deze EN-45001-accreditatie moet afgeleverd zijn door een accreditatie-instantie die opgenomen is in de wederzijdse erkenningen van de EA (European Cooperation for Accreditation) in het domein dat in deze bijlage vermeld is. Het accreditatiecertificaat en de technische bijlage moeten opgestuurd worden naar één van onderstaande diensten :

Ministerie van Middenstand en Landbouw Inspectie-generaal Grondstoffen en Verwerkte Producten WTC III, achtste verdieping Simon Bolivarlaan 30 B-1000 Brussel  Tel. : 00 32 2 208 38 61 Telefax : 00 32 2 208 38 66 E-mail : Geert.De.Poorter@cmlag.fgov.be	Ministerie van Sociale Zaken, Volksgezondheid en Leefmilieu Wetenschappelijk Instituut Volksgezondheid - Louis Pasteur Juliette Wytsmanstraat 14 B-1050 Brussel  Tel. : 00 32 2 642 51 86 Telefax : 00 32 2 642 52 27 E-mail : Hedwig.Beernaert@iph.fgov.be
---	--

Als het laboratorium niet geaccrediteerd is voor analyses van PCB en dioxines in de vermelde matrices, dan moet dezelfde procedure gevolgd worden als voor de Belgische laboratoria.

## 7. Declaration Form

I accept the requirements explained in the PCB-PROTOCOL,

I will execute the different aspects of this protocol to the best of my abilities.

Name of the director of the Laboratory :

Name of the Laboratory :

Adress :

Place and zipcode :

Country :

Tel. :

Telefax :

E-mail :

Signature :

Return this form to one of the services mentioned below :

Ministerie van Middenstand en Landbouw

Inspectie-generaal Grondstoffen en Verwerkte Producten

WTC III, achtste verdieping

Simon Bolivarlaan 30

B-1000 Brussel

Tel. : 00 32 2 208 38 61

Telefax : 00 32 2 208 38 66

E-mail : Geert.De.Poorter@cmlag.fgov.be

Ministerie van Sociale Zaken, Volksgezondheid en Leefmilieu

Wetenschappelijk Instituut Volksgezondheid - Louis Pasteur

Juliette Wytsmanstraat 14

B-1050 Brussel

Tel. : 00 32 2 642 51 86

Telefax : 00 32 2 642 52 27

E-mail : Hedwig.Beernaert@iph.fgov.be

Gezien om te worden gevoegd bij het ministerieel besluit van 12 juni 1999.

L. VAN DEN BOSSCHE