

MINISTERIE VAN MIDDENSTAND  
EN LANDBOUW

[C – 2002/16082]

6 NOVEMBER 2001. — Ministerieel besluit tot vaststelling van de referentiemethoden en de principes van de routinemethoden voor de officiële bepaling van de kwaliteit en de samenstelling van melk geleverd aan kopers

De Minister van Consumentenzaken, Volksgezondheid en Leefmilieu,

Gelet op de wet van 28 maart 1975 betreffende de handel in landbouw-, tuinbouw- en zeevisserijproducten, inzonderheid op artikel 3, § 1, gewijzigd bij de wetten van 29 december 1990 en 5 februari 1999;

Gelet op het koninklijk besluit van 3 maart 1994 betreffende de erkenning van interprofessionele organismen voor het bepalen van de kwaliteit en de samenstelling van melk, gewijzigd bij het koninklijk besluit van 3 september 2000;

Gelet op het koninklijk besluit van 17 maart 1994 betreffende de productie van melk en tot instelling van een officiële controle van melk geleverd aan kopers, gewijzigd bij de koninklijke besluiten van 11 juli 1996 en 3 september 2000;

Gelet op het ministerieel besluit van 17 maart 1994 betreffende de officiële bepaling van de kwaliteit en de samenstelling van melk geleverd aan kopers, gewijzigd bij de ministeriële besluiten van 11 juli 1996, 4 oktober 2000, 6 oktober 2000 en 29 december 2000;

Gelet op de Beschikking 91/180/EEG van de Commissie van 14 februari 1991 tot vaststelling van analyse- en testmethoden voor rauwe en voor warmtebehandelde melk;

Gelet op de wetten van 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 de noodzaak om onverwijld maatregelen te nemen inzake analysemethoden voor de officiële bepaling van de kwaliteit en de samenstelling van melk geleverd aan kopers voortvloeit uit de verplichting rekening te houden met de evolutie van de techniek en van de toestellen voor de analyse,

Besluit :

**Artikel 1.** De referentiemethoden voor de officiële bepaling van de kwaliteit en de samenstelling van melk worden hernomen in bijlage 1.

**Art. 2.** De principes van de routinemethoden voor de officiële bepaling van de kwaliteit en de samenstelling van melk worden hernomen in bijlage 2.

**Art. 3.** De routinemethoden moeten voorafgaandelijk erkend worden door de Dienst Zuivel- en Pluimveeproductie van het Bestuur voor de Dierengezondheid en de Kwaliteit van de Dierlijke Producten (DG 5) van het Ministerie en door het Federaal Agentschap voor de Veiligheid van de Voedselketen.

Deze zullen een beslissing nemen na raadpleging van het Wetenschappelijk Comité van het Federaal Agentschap voor de Veiligheid van de Voedselketen.

**Art. 4.** De apparatuur aangewend bij de officiële bepaling van de kwaliteit en de samenstelling van melk moet voorafgaandelijk erkend worden door de Dienst Zuivel- en Pluimveeproductie van het Bestuur voor de Dierengezondheid en de Kwaliteit van de Dierlijke Producten (DG 5) van het Ministerie en door het Federaal Agentschap voor de Veiligheid van de Voedselketen.

Elke verwerving van nieuwe apparatuur voor de officiële bepaling van de kwaliteit en de samenstelling van melk moet voorafgaandelijk ter kennis worden gebracht van hen.

Deze zullen een beslissing nemen na raadpleging van het Wetenschappelijk Comité van het Federaal Agentschap voor de Veiligheid van de Voedselketen.

**Art. 5.** De lijst met de erkende routinemethoden en de erkende apparatuur wordt jaarlijks gepubliceerd bij middel van een omzendbrief.

**Art. 6.** De interprofessionele organismen voor het bepalen van de kwaliteit en de samenstelling van melk vermelden in hun protocol voor de bepaling van elke kwaliteits- en samenstellingsparameter een gedetailleerde beschrijving van de gebruikte methode(n).

MINISTERE DES CLASSES MOYENNES  
ET DE L'AGRICULTURE

[C – 2002/16082]

6 NOVEMBRE 2001. — Arrêté ministériel fixant les méthodes de référence et les principes des méthodes de routine pour la détermination officielle de la qualité et de la composition du lait fourni aux acheteurs

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

Vu la loi du 28 mars 1975 relative au commerce des produits de l'agriculture, de l'horticulture et de la pêche maritime, notamment l'article 3, § 1<sup>er</sup>, modifié par les lois des 29 décembre 1990 et 5 février 1999;

Vu l'arrêté royal du 3 mars 1994 relatif à l'agrément des organismes interprofessionnels pour la détermination de la qualité et de la composition du lait, modifié par l'arrêté royal du 3 septembre 2000;

Vu l'arrêté royal du 17 mars 1994 relatif à la production du lait et instituant un contrôle officiel du lait fourni aux acheteurs, modifié par les arrêtés royaux des 11 juillet 1996 et 3 septembre 2000;

Vu l'arrêté ministériel du 17 mars 1994 relatif à la détermination officielle de la qualité et de la composition du lait fourni aux acheteurs, modifié par les arrêtés ministériels des 11 juillet 1996, 4 octobre 2000, 6 octobre 2000 et 29 décembre 2000;

Vu 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;

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 que la nécessité de prendre sans retard des mesures en matière de méthodes d'analyse pour la détermination officielle de la qualité et de la composition du lait fourni aux acheteurs découle de l'obligation de tenir compte de l'évolution de la technique et de l'appareillage d'analyse,

Arrête :

**Article 1<sup>er</sup>.** Les méthodes de référence pour la détermination officielle de la qualité et de la composition du lait sont reprises à l'annexe 1.

**Art. 2.** Les principes des méthodes de routine pour la détermination de la qualité et de la composition du lait sont repris à l'annexe 2.

**Art. 3.** Les méthodes de routine doivent être préalablement agréées par le Service Productions laitière et avicole de l'Administration de la Santé animale et de la Qualité des Produits animaux (DG 5) du Ministère et par l'Agence fédérale pour la Sécurité de la Chaîne alimentaire.

Ceux-ci prendront une décision après consultation du Comité scientifique de l'Agence fédérale pour la Sécurité de la Chaîne alimentaire.

**Art. 4.** L'appareillage utilisé pour la détermination officielle de la qualité et de la composition du lait doit être préalablement agréé par le Service Productions laitière et avicole de l'Administration de la Santé animale et de la Qualité des Produits animaux (DG 5) du Ministère et par l'Agence fédérale pour la Sécurité de la Chaîne alimentaire.

Toute acquisition de nouvel appareillage pour la détermination officielle de la qualité et de la composition du lait doit leur être signalée.

Ceux-ci prendront une décision après consultation du Comité scientifique de l'Agence fédérale pour la Sécurité de la Chaîne alimentaire.

**Art. 5.** La liste des méthodes de routine agréées et de l'appareillage agréé est publiée annuellement par circulaire.

**Art. 6.** Les organismes interprofessionnels pour la détermination de la qualité et de la composition du lait reprennent dans leur protocole une description détaillée de la (des) méthode(s) utilisée(s) pour la détermination de chacun des paramètres de qualité et de composition.

De gedetailleerde beschrijving van elke gebruikte methode moet minstens de volgende punten omvatten :

1. Principe

2. Meetgebied

3. Reagentia :

herkomst, aanmaak, houdbaarheid, bewaaromstandigheden

4. Apparatuur en uitrusting :

naam, leverancier van de apparatuur, beschrijving van de hulpapparaten

5. Voorbereiding van de monsters

6. Werkwijze :

. voor de instrumentele methoden een beschrijving van de opstart en de kalibratie van het apparaat

. uitvoering van de methode

. beschrijving van de interne controle van de methode aan de hand van blancomonsters en pilootmonsters

. beschrijving van de registratie van de uitgevoerde controles

. uitdrukking van het resultaat

De gedetailleerde beschrijving van elke gebruikte methode en elke wijziging van deze beschrijvingen worden bekendgemaakt in het *Belgische Staatsblad*.

**Art. 7.** Het ministerieel besluit van 14 oktober 1994 tot vaststelling van de analysemethoden voor de officiële bepaling van de kwaliteit en de samenstelling van melk geleverd aan kopers, gewijzigd bij het ministerieel besluit van 29 augustus 1997, wordt opgeheven.

**Art. 8.** Dit besluit treedt in werking de eerste dag van de maand volgend op die gedurende welke het in het *Belgisch Staatsblad* is bekendgemaakt

Brussel, 6 november 2001.

Mevr. M. AELVOET

La description détaillée de chacune des méthodes utilisées doit au moins reprendre les points suivants :

1. Principe

2. Domaine de mesure

3. Réactif :

origine, confection, conservabilité, conditions de conservation

4. Appareillage et équipement :

nom, fournisseur de l'appareillage, description des accessoires

5. Préparation des échantillons

6. Procédure :

. pour les méthodes instrumentales une description du démarrage et de la calibration de l'appareil

. exécution de la méthode

. description du contrôle interne de la méthode à l'aide de blancs et d'échantillons étalons

. description de l'enregistrement des contrôles effectués

. expression du résultat

La description détaillée de chacune des méthodes utilisées et chacune des modifications de ces descriptions sont publiées au *Moniteur belge*.

**Art. 7.** L'arrêté ministériel du 14 octobre 1994 fixant les méthodes d'analyse pour la détermination officielle de la qualité et de la composition du lait fourni, modifié par l'arrêté ministériel du 29 août 1997, est abrogé.

**Art. 8.** Le présent arrêté entre en vigueur le premier jour du mois suivant celui au cours duquel il aura été publié au *Moniteur belge*.

Bruxelles, le 6 novembre 2001.

Mme M. AELVOET

Bijlagen bij het ministerieel besluit van 6 november 2001 tot vaststelling van de referentiemethoden en de principes van de routinemethoden voor de officiële bepaling van de kwaliteit en de samenstelling van melk geleverd aan kopers

Bijlage 1 : Referentiemethoden

1. Bepaling van de bacteriologische kwaliteit

De referentiemethode voor de bepaling van de bacteriologische kwaliteit is de telplaatmethode bij 30 °C beschreven in de meest recente versie van de internationale norm FIL 100 B : 1991 of ISO 4833 : 1991 of van de Franse norm NF-VO8/051.

*Principe :*

Een bepaald volume van een melkmonster wordt in Petri platen gemengd met een bepaald groeimedium en wordt geïncubeerd bij 30 °C gedurende 72 uren. De kolonies worden geteld en het aantal kolonievormende eenheden wordt uitgedrukt per milliliter melk.

2. Bepaling van het vriespunt

De referentiemethode voor de bepaling van het vriespunt is de cryoscopische methode beschreven in de internationale norm FIL 108 B : 1991, of de meest recente versie.

*Principe :*

Een bepaalde hoeveelheid melk wordt onderkoeld tot de, van het toestel afhankelijke, gewenste temperatuur en vervolgens wordt kristallisatie veroorzaakt door mechanische trilling. De temperatuur stijgt snel door de kristallisatie tot een bepaald niveau bereikt wordt dat overeenstemt met het vriespunt van het melkmonster. De cryoscoop wordt geijkt met behulp van twee standaardoplossingen.

3. Bepaling van het vetgehalte

De referentiemethode voor de bepaling van het vetgehalte is de Röse-Gottlieb methode beschreven in de internationale norm FIL 1D : 1996, of de meest recente versie.

*Principe :*

Het vetgehalte van een melkmonster wordt bepaald door extractie van een ammoniak- en ethanolhoudende oplossing van een bepaalde hoeveelheid melk met diethylether en petroleumether. De solventen worden verwijderd door distillatie en verdamping. De massa van het geëxtraheerde vet wordt bepaald.

#### 4. Bepaling van het eiwitgehalte

De referentiemethode voor de bepaling van het eiwitgehalte is de Kjeldahl methode beschreven in de internationale norm FIL 20 B : 1993, of de meest recente versie.

##### Principe :

Een bepaalde hoeveelheid melk wordt gedestruëerd met een mengsel van geconcentreerd zwavelzuur en kaliumsulfaat in de aanwezigheid van koper(II)sulfaat als katalysator. De organische stikstof aanwezig in het melkmonster wordt omgezet in ammoniumsulfaat. Een overmaat aan natriumhydroxide wordt toegevoegd aan de zure gekoelde oplossing om de ammoniak vrij te maken. De vrijgemaakte ammoniak wordt gedistilleerd en in een boorzuoroplossing geabsorbeerd. Vervolgens wordt de hoeveelheid overgebrachte ammoniak bepaald door titratie met chloorzuur en het stikstofgehalte wordt berekend op basis van de geproduceerde hoeveelheid ammoniak. Het stikstofgehalte wordt geconverteerd naar eiwitgehalte met behulp van een vermenigvuldigingsfactor 6,38.

Gezien om te worden gevoegd bij het ministerieel besluit van 6 november 2001.

De Minister van Consumentenzaken, Volksgezondheid en Leefmilieu,  
Mevr. M. AELVOET

#### Bijlage 2 : Principe van de routinemethoden

##### 1. Bepaling van micro-organismen

###### Telling van het aantal aërobe bacteriën

De bacteriën worden gekleurd met een aangepaste kleurstof en worden vervolgens geteld met behulp van een epifluorescentiemicroscop. Indien de resultaten niet weergegeven worden in CFU (colony forming units), moeten deze omgezet worden met behulp van een conversietabel, opgesteld aan de hand van de referentiemethode.

##### 2. Bepaling van het gehalte aan somatische cellen

De somatische cellen zijn de deeltjes met een minieme fluorescentie-intensiteit als gevolg van een kleuring van het DNA in de cellen. Dankzij de ontwikkelde fluorescentie kunnen de cellen geteld worden met behulp van een epifluorescentiemicroscop.

##### 3. Opsporen van remstoffen

Het opsporen van remstoffen in melk is gebaseerd op een microbiologische inhibitortest gekenmerkt door een kleuromslag. Alle melkmonsters die na een voorgeschreven incubatieduur in een eerste screening een positief resultaat geven, worden onderworpen aan een bevestigingsproef. Beoordeling van de kleur gebeurt door spectrofotometrische meting van de absorptie bij één of meer specifieke golflengten. De gevolgde werkwijze wordt geverifieerd met behulp van standaarden.

##### 4. Bepaling van het vriespunt

De vriespuntbepaling gebeurt indirect met behulp van een spectrofotometrische meting in het middeninfrarood gebied gekoppeld aan een geleidbaarheidsmeting. De met deze methode bekomen resultaten worden beoordeeld ten opzichte van een limietwaarde. Monsters die niet voldoen worden bevestigd met de referentiemethode.

##### 5. Onderzoek naar de zichtbare zuiverheid - Filtratieproef

Ter vaststelling van de zichtbare zuiverheid wordt een filtratieproef uitgevoerd. Hierbij wordt een bepaald volume melk met een apparaat gefiltreerd door een wattenschijfje. De beoordeling wordt geverifieerd met behulp van een standaard.

##### 6. Opsporen van resten van oxiderende ontsmettingsmiddelen

Door inwerking van oxidatiemiddelen op kaliumjodide in zuur milieu ontstaat vrij jood, dat na toevoeging van een zetmeeloplossing blauw kleurt. Vergelijking van de bekomen kleurintensiteiten gebeurt met behulp van een standaardoplossing.

##### 7. Bepaling van vet- en eiwitgehalte door midden-infrarood spectrometrie

Het vet en eiwit bevatten elk specifieke bindingen die bij bepaalde golflengten licht absorberen in het midden-infrarood spectrum. De elektromagnetische absorptie gemeten bij deze golflengten laat de kwantitatieve bepaling van vet en eiwit in de melk toe. De wederzijdse beïnvloeding van de absorptie door de melkbestanddelen vet, eiwit en lactose wordt gecompenseerd met behulp van intercorrectiefactoren. De bekomen absorpties worden gekalibreerd ten opzichte van de referentiemethode.

Gezien om te worden gevoegd bij het ministerieel besluit van 6 november 2001.

De Minister van Consumentenzaken, Volksgezondheid en Leefmilieu,  
Mevr. M. AELVOET

Annexes à l'arrêté ministériel du 6 novembre 2001 fixant les méthodes de référence et les principes des méthodes de routine pour la détermination officielle de la qualité et de la composition du lait fourni aux acheteurs

#### Annexe 1 : Méthodes de référence

##### 1. Détermination de la qualité bactériologique

La méthode de référence pour la détermination de la qualité bactériologique est le comptage sur plaque à 30 °C décrite dans la version la plus récente de la norme internationale FIL 100 B : 1991 ou ISO 4833 : 1991 ou de la norme française NF-VO8/051.

##### Principe :

Un volume déterminé d'échantillon de lait est mélangé à un milieu de culture défini, dans des boîtes de Petri, et incubé à 30 °C pendant 72 heures. Les colonies sont comptées et le nombre d'unités formant colonies est exprimé par millilitre de lait.

## 2. Détermination du point de congélation

La méthode de référence pour la détermination du point de congélation est la méthode au cryoscope à thermistance décrite dans la norme internationale FIL 108 B : 1991, ou la version la plus récente.

### Principe :

Une prise d'essai est refroidie jusqu'à la température appropriée, fonction de l'appareil, et sa cristallisation est amorcée par vibration mécanique. La cristallisation entraîne une augmentation rapide de la température jusqu'à un palier correspondant au point de congélation de la prise d'essai. L'instrument est étalonné à l'aide de deux solutions standards.

## 3. Détermination de la teneur en matière grasse

La méthode de référence pour la détermination de la teneur en matière grasse est la méthode Röse-Gottlieb décrite dans la norme internationale FIL 1D : 1996, ou la version la plus récente.

### Principe :

La matière grasse d'une solution ammoniac-ethanolique est extraite d'une prise d'essai au moyen d'oxyde diéthylique et d'éther de pétrole. Les solvants sont éliminés par distillation et par évaporation. La masse grasse restante est déterminée pondéralement.

## 4. Détermination de la teneur en protéines

La méthode de référence pour la détermination de la teneur en protéines est la méthode Kjeldahl décrite dans la norme internationale FIL 20 B : 1993, ou la version la plus récente.

### Principe :

Une prise d'essai est digérée avec un mélange d'acide sulfurique concentré et de sulfate de potassium en présence de sulfate de cuivre (II) utilisé comme catalyseur. L'azote organique présent dans la prise d'essai est ainsi converti en sulfate d'ammonium. Un excès d'hydroxyde de sodium est ajouté à la solution acide refroidie pour libérer l'ammoniac. L'ammoniac libéré est distillé dans une solution d'acide borique. La quantité d'ammoniac recueillie est ensuite déterminée par titrage avec une solution d'acide chlorhydrique et la teneur en azote est calculée sur base de la quantité d'ammoniac produite. L'azote est converti en protéines à l'aide du facteur de multiplication 6,38.

Vu pour être annexé à l'arrêté ministériel du 6 novembre 2001.

La Ministre de la Protection de la Consommation, de la Santé publique et de l'Environnement,  
Mme M. AELVOET

## Annexe 2 : Principe des méthodes de routine

### 1. Dénombrement des micro-organismes

#### Comptage du nombre de colonies aérobies

Les bactéries sont colorées par un colorant fluorescent adapté et sont ensuite comptées au moyen d'un microscope à épifluorescence. Si les résultats ne sont pas donnés en UFC (unités formant colonies), ceux-ci sont transformés à l'aide d'une table de conversion établie au moyen de la méthode de référence.

### 2. Dénombrement des cellules somatiques

Les cellules somatiques sont des particules qui ont une intensité de fluorescence minimale due à la coloration de l'ADN cellulaire. Grâce à la fluorescence développée, les cellules peuvent être comptées par un microscope à épifluorescence.

### 3. Détection des substances inhibitrices

La détection des substances inhibitrices dans le lait est basée sur une épreuve d'inhibition microbiologique caractérisée par un changement de coloration. Tous les échantillons de lait donnant, après une durée d'incubation prescrite, un résultat positif lors d'un premier triage sont soumis à une épreuve de confirmation. L'appréciation de la coloration s'effectue par la mesure spectrophotométrique de l'absorption à une seule ou à plusieurs longueurs d'onde spécifiques. La procédure suivie est vérifiée au moyen de standards.

### 4. Détermination du point de congélation

La détermination du point de congélation est effectuée par une méthode indirecte basée sur une mesure spectrophotométrique dans l'infra-rouge moyen couplée à une mesure de conductivité. Les résultats obtenus avec cette méthode sont jugés par rapport à une valeur limite. Les échantillons qui ne satisfont pas sont confirmés avec la méthode de référence.

### 5. Examen de la propreté visible - Epreuve de filtration

La détermination de la propreté visible est réalisée par une épreuve de filtration. Celle-ci consiste à filtrer, à l'aide d'un appareil de filtration, un volume défini de lait à travers un petit disque d'ouate. L'appréciation est vérifiée à l'aide d'un standard.

### 6. Recherche de la présence de traces de désinfectants (oxydants)

Par l'action d'oxydants sur l'iodure de potassium en milieu acide, l'iode est libéré et coloré en bleu après addition d'une solution d'amidon. L'intensité de la coloration est comparée à celle d'une solution standard.

### 7. Détermination de la teneur en matière grasse et en protéines par spectrophotométrie dans l'infra-rouge moyen

La matière grasse et les protéines comportent des liaisons spécifiques qui absorbent la lumière à des longueurs d'onde déterminées dans l'infra-rouge moyen. L'absorption électromagnétique, mesurée à ces longueurs d'onde permet la détermination quantitative de la matière grasse et des protéines du lait. L'influence réciproque des constituants du lait (matière grasse, protéines et lactose) est compensée par l'application de facteurs d'inter-corrrection. Les absorptions obtenues sont calibrées par rapport à la méthode de référence.

Vu pour être annexé à l'arrêté ministériel du 6 novembre 2001.

La Ministre de la Protection de la Consommation, de la Santé publique et de l'Environnement,  
Mme M. AELVOET