

FEDERAAL AGENTSCHAP
VOOR DE VEILIGHEID VAN DE VOEDSELKETEN

N. 2004 — 3761

[C — 2004/22709]

9 SEPTEMBER 2004. — Ministerieel besluit tot wijziging van 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 Volksgezondheid,

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 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;

Gelet op de Verordening (EG) nr. 466/2001 van de Commissie van 8 maart 2001 tot vaststelling van maximumgehalten aan bepaalde verontreinigingen in levensmiddelen, gewijzigd bij de Verordeningen (EG) nr. 257/2002 van 12 februari 2002, nr. 472/2002 van 12 maart 2002, nr. 1425/2003 van 11 augustus 2003, nr. 2174/2003 van 12 december 2003 en nr. 455/2004 van 11 maart 2004;

Gelet op de Richtlijn 98/53/EG van 16 juli 1998 tot vaststelling van bemonsteringswijzen en analysemethoden voor de officiële controle op de maximumgehalten aan bepaalde verontreinigingen in levensmiddelen, gewijzigd bij de Richtlijnen 2002/27/EG van 13 maart 2002 en 2003/121/EG van 15 december 2003;

Gelet op de Richtlijn 2003/78/EG van de Commissie van 11 augustus 2003 tot vaststelling van bemonsteringswijzen en analysemethoden voor de officiële controle op het patulinegehalte in levensmiddelen;

Gelet op het advies nr. 37.411/3 van de Raad van State, gegeven op 8 juli 2004, met toepassing van artikel 84, § 1, eerste lid, 1^o, van de gecoördineerde wetten op de Raad van State,

Besluit :

Artikel 1. In artikel 1 van 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 worden de woorden « en patuline » ingevoegd tussen de woorden « aflatoxines, ochratoxine A » en de woorden « zijn vastgelegd ».

Art. 2. In artikel 2 van hetzelfde besluit worden de volgende wijzigingen aangebracht :

1^o De § 1 wordt aangevuld met het volgende lid :

« Dit hoofdstuk bepaalt specifieke maximumgehalten voor maïs die bestemd is om te worden gesorteerd of een andere fysische behandeling te ondergaan voordat hij bestemd wordt voor menselijke consumptie of om te worden gebruikt als ingrediënt in levensmiddelen. ».

2^o Er wordt een § 3 ingevoegd, luidende als volgt :

« § 3. Bij de bereiding van de monsters en bij de ontleding en tegenontleding op het patulinegehalte van de in artikel 1 bedoelde producten, houden de laboratoria zich aan de bepalingen vastgesteld in hoofdstuk III van de bijlage bij dit besluit. ».

Art. 3. De bijlage bij hetzelfde besluit wordt opgeheven en vervangen door de bijlage bij dit besluit.

Brussel, 9 september 2004.

R. DEMOTTE

AGENCE FEDERALE
POUR LA SECURITE DE LA CHAINE ALIMENTAIRE

F. 2004 — 3761

[C — 2004/22709]

9 SEPTEMBRE 2004. — Arrêté ministériel modifiant 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 Santé publique,

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 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;

Vu le Règlement (CE) n° 466/2001 de la Commission du 8 mars 2001 portant fixation des teneurs maximales pour certains contaminants dans les denrées alimentaires, modifié par les Règlements (CE) n° 257/2002 du 12 février 2002, n° 472/2002 du 12 mars 2002, n° 1425/2003 du 11 août 2003, n° 2174/2003 du 12 décembre 2003 et n° 455/2004 du 11 mars 2004;

Vu la Directive 98/53/CE 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, modifiée par les Directives 2002/27/CE du 13 mars 2002 et 2003/121/CE du 15 décembre 2003;

Vu la Directive 2003/78/CE de la Commission du 11 août 2003 portant fixation des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en patuline des denrées alimentaires;

Vu l'avis n° 37.411/3 du Conseil d'Etat, donné le 8 juillet 2004 en application de l'article 84, § 1^{er}, alinéa 1^{er}, 1^o des lois coordonnées sur le Conseil d'Etat,

Arrête :

Article 1^{er}. Dans l'article 1^{er} de 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, les mots « et de patuline » sont insérés entre les mots « d'aflatoxines, d'ochratoxine A, » et « sont fixées ».

Art. 2. Dans l'article 2 du même arrêté, sont apportées les modifications suivantes :

1^o Le § 1^{er} est complété par l'alinéa suivant :

« Ce chapitre fixe les teneurs maximales spécifiques pour le maïs destiné à être soumis à un traitement de triage ou à d'autres traitements physiques, avant toute consommation humaine ou toute utilisation comme ingrédient de denrées alimentaires. ».

2^o Il est inséré un § 3, rédigé comme suit :

« § 3. Lors de la préparation des échantillons et des analyses et des contre-analyses des teneurs en patuline des produits visés à l'article 1^{er}, les laboratoires s'en tiennent aux dispositions fixées dans le chapitre III de l'annexe du présent arrêté. ».

Art. 3. L'annexe du même arrêté est abrogée et remplacée par l'annexe du présent arrêté.

Bruxelles, le 9 septembre 2004.

R. DEMOTTE

Bijlage

HOOFDSTUK I. — *Bereiding van de monsters en algemene criteria voor de analysemethoden die worden gebruikt voor de officiële controle op de aflatoxingehalten 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 aflatoxingehalte van het eetbare gedeelte kan als volgt worden bepaald :

- de hele noten van de monsters worden ontdopt en het aflatoxingehalte 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 ontdopt 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 :

Criterion — Critère	Concentratiebereik — Fourchette de concentration	Aanbevolen waarde — Valeur recommandée	Toegestane maximumwaarde — Valeur maximale admise
Blancowaarden — Valeurs à blanc	Alle concentraties — Toutes concentrations	Verwaarloosbaar — Négligeable	
Terugvinding aflatoxine M1 — Récupération-aflatoxines M1	0,01-0,05 µg/kg > 0,05 µg/kg	60 tot 120 % — 60 à 120 % 70 tot 110 % — 70 à 110 %	
Terugvinding aflatoxinen B1, B2, G1 en G2 — Récupération aflatoxines B1, B2, G1 et G2	< 1,0 µg/kg 1-10 µg/kg > 10 µg/kg	50 tot 120 % — 50 à 120 % 70 tot 110 % — 70 à 110 % 80 tot 110 % — 80 à 110 %	
RSDR-betrouwbaarheid — Fidélité RSDR	Alle concentraties — Toutes concentrations	Op basis van de vergelijking van Horwitz — Dérivée de l'équation d'Horwitz	2 x de waarde op basis van de vergelijking van Horwitz — 2 x la valeur dérivée de l'équation d'Horwitz
De verhouding van de RSD _r -betrouwbaarheid op de RSD _r -betrouwbaarheid mag verondersteld worden 0,66 te zijn voor de betrokken concentratie — Le rapport entre la fidélité RSD _r et la fidélité RSD _r peut être estimé à 0,66 pour la concentration concernée.			

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 aantoonbaarheidsgrenzen bij de gebruikte methoden zijn niet aangegeven, aangezien de precisieparameters voor de betrokken concentraties zijn gegeven.

Annexe

CHAPITRE 1^{er}. — *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 entre le coque et l'amande dans les fruits à coque entiers

Les teneurs maximales en aflatoxine fixées 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, ou,

- pour la préparation de l'échantillon, le fruit à coque entier avec sa coque est utilisé.

Dans ce cas, il faut faire une estimation du poids de l'amande dans l'échantillon global. A cette fin est défini un facteur approprié pour la proportion d'amande dans les fruits entiers. La proportion est fixée sur base d'une centaine de fruits à coque entiers prélevés sur le lot ou sur l'échantillon global. Ils sont pesés et décortiqués et par après les coques et les amendes sont pesées séparément.

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. Pour l'homogénéisation, la totalité du produit reçu dans le laboratoire doit être utilisée.

Chaque échantillon 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 :

Remarques :

- Les valeurs s'appliquent à la fois à B1 et à la somme de B1, B2, G1 et G2.

- Si la somme des concentrations des aflatoxines individuelles B1, B2, G1 et G2 doit être enregistrée, le taux de récupération de chacune des types d'aflatoxines au moyen de la méthode d'analyse doit être connu ou les taux de récupération de ces types doivent être équivalents.

- Les limites de détection des méthodes utilisées ne sont pas indiquées étant donné que les paramètres de précision sont donnés pour les concentrations concernées.

- De precisieparameters worden berekend met de vergelijking van Horwitz, d.i.:

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

RSD_R de relatieve standaardafwijking is, berekend op basis van resultaten die onder reproduceerbaarheidsomstandigheden zijn verkregen $[(s^R/X) \times 100]$, waarbij X het gemiddelde is van de ontledingsresultaten voor alle laboratoria en alle monsters;

C de concentratieverhouding is (1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1 000 mg/kg).

Dit is een algemene vergelijking voor de betrouwbaarheid, waarvan wordt aangenomen dat zij voor de meeste routineanalysemethoden niet wordt beïnvloed door de analyse 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 moet worden weergegeven door gebruik te maken van de formule $x \pm U$ waarbij x het analytische resultaat is en U de uitgebreide meet onzekerheid. Er wordt een dekkingsfactor toegepast van 2; dit geeft een betrouwbaarheidsniveau van 95 %.

Het analytische resultaat wordt uitgedrukt op het eetbare gedeelte, in $\mu\text{g}/\text{kg}$. Het percentage eetbare gedeelte (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 homogenisatie, waarbij indien relevant ondubbelzinnig wordt vermeld of het hierbij gaat om de hele noten in de dop of enkel het eetbare deel.

6. Aanvaarding van een partij of een subpartij

Het analytische gecorrigeerde resultaat wordt gebruikt om de conformiteit te evalueren.

6.1. Voor aardnoten, noten, gedroogde vruchten en maïs die bestemd zijn om te worden gesorteerd of een andere fysische behandeling te ondergaan, en voor specerijen:

- aanvaarding als het verzamelmonster of het gemiddelde van de deelmonsters het maximumgehalte niet overschrijdt, met inachtneming van de meetonzekerheid en de correctie voor terugvinding,

- weigering als het verzamelmonster of het gemiddelde van de deelmonsters het maximumgehalte buiten redelijke twijfel overschrijdt, met inachtneming van de meetonzekerheid en de correctie voor terugvinding.

6.2. Voor aardnoten, noten, gedroogde vruchten en granen die bestemd zijn voor rechtstreekse menselijke consumptie en granen, met uitzondering van maïs, die bestemd zijn om te worden gesorteerd of een andere fysische behandeling te ondergaan:

- aanvaarding als geen enkel deelmonster het maximumgehalte overschrijdt, met inachtneming van de meetonzekerheid en de correctie voor terugvinding,

- weigering zodra één deelmonster het maximumgehalte buiten redelijke twijfel overschrijdt, met inachtneming van de meetonzekerheid en de correctie voor terugvinding,

- bij een verzamelmonster van minder dan 10 kg:

aanvaarding als het verzamelmonster het maximumgehalte niet overschrijdt, met inachtneming van de meetonzekerheid en de correctie voor terugvinding,

weigering als het verzamelmonster het maximumgehalte buiten redelijke twijfel overschrijdt, met inachtneming van de meetonzekerheid en de correctie voor terugvinding.

- Les paramètres de précision sont calculés à partir de l'équation d'Horwitz, c'est-à-dire:

$$RSD_R = 2^{(1-0,5 \log C)} \text{ équation dans laquelle:}$$

RSD_R représente 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;

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 doit être enregistré en utilisant la formule $x \pm U$ dans laquelle x est le résultat analytique et U l'incertitude de mesure élargie et en employant un facteur de couverture de 2 qui donne un niveau de confiance approximatif de 95 %.

Le résultat analytique est exprimé sur la partie comestible, en $\mu\text{g}/\text{kg}$. 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 également mentionner le pourcentage des denrées alimentaires sur l'homogénéisation, indiquant clairement, en cas de besoin, s'il s'agit de la partie comestible ou du fruit à coque entier avec sa coque.

6. Acceptation d'un lot ou d'un sous-lot

Le résultat analytique corrigé est utilisé pour vérifier la conformité.

6.1. Pour les arachides, les fruits à coque, les fruits séchés et le maïs soumis à un traitement de triage ou à d'autres traitements physiques, et pour les épices:

- acceptation si l'échantillon global ou la moyenne des sous-échantillons ne dépasse pas la limite maximale, en tenant compte de l'incertitude de la mesure et de la correction pour récupération,

- rejet si l'échantillon global ou la moyenne des sous-échantillons dépasse sans conteste la limite maximale, en tenant compte de l'incertitude de la mesure et de la correction pour récupération.

6.2. Pour les arachides, fruits à coque, fruits séchés et céréales destinés à la consommation humaine directe et pour les céréales, à l'exception du maïs, destinées à être soumises à un traitement de triage ou à une autre méthode physique:

- acceptation si aucun des sous-échantillons ne dépasse la limite maximale, en tenant compte de l'incertitude de la mesure et de la correction pour récupération,

- rejet dès qu'un sous-échantillon dépasse sans conteste la limite maximale, en tenant compte de l'incertitude de la mesure et de la correction pour récupération,

- lorsque l'échantillon global pèse moins de 10 kg:

acceptation si l'échantillon global ne dépasse pas la limite maximale, en tenant compte de l'incertitude de la mesure et de la correction pour récupération,

rejet si l'échantillon global dépasse sans conteste la limite maximale, en tenant compte de l'incertitude de la mesure et de la correction pour récupération.

6.3. Voor melk

- aanvaarding als het verzamelmonster het maximumgehalte niet overschrijdt, met inachtneming van de meetonzekerheid en de correctie voor terugvinding,

- weigering als het verzamelmonster het maximumgehalte buiten redelijke twijfel overschrijdt, met inachtneming van de meetonzekerheid en de correctie voor terugvinding.

6.4. Afgeleide producten en samengestelde levensmiddelen

6.4.1. Zuivelproducten

- aanvaarding als het verzamelmonster het maximumgehalte niet overschrijdt, met inachtneming van de meetonzekerheid en de correctie voor terugvinding,

- weigering als het verzamelmonster het maximumgehalte buiten redelijke twijfel overschrijdt, met inachtneming van de meetonzekerheid en de correctie voor terugvinding.

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

- aanvaarding als het verzamelmonster het maximumgehalte niet overschrijdt, met inachtneming van de meetonzekerheid en de correctie voor terugvinding,

- weigering als het verzamelmonster het maximumgehalte buiten redelijke twijfel overschrijdt, met inachtneming van de meetonzekerheid en de correctie voor terugvinding.

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 fijn gemalen en zorgvuldig vermengd zodat een volledig homogeen product ontstaat.

2. Door de laboratoria toe te passen ontledingmethoden

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

Gehalte $\mu\text{g}/\text{kg}$ Teneur $\mu\text{g}/\text{kg}$	Ochratoxine A		
	RSD _r %	RSD _R %	Terugvindingspercentage % Pourcentage de récupération %
< 1	≤ 40	≤ 60	50 tot 120 — 50 à 120
1-10	≤ 20	≤ 30	70 tot 110 — 70 à 110

RSD_r is de relatieve standaardafwijking berekend op basis van ontledingsresultaten die onder herhaalbaarheidsomstandigheden 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 herhaalbaarheidsomstandigheden zijn verkregen;

r de herhaalbaarheid is : de waarde waarvoor geldt dat het absolute verschil tussen de ontledingsresultaten van twee afzonderlijke bepalingen die onder herhaalbaarheidsomstandigheden 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 reproduceerbaarheidsomstandigheden zijn verkregen $[(s_R/X) \times 100]$, waarbij X het gemiddelde is van de ontledingsresultaten voor alle laboratoria en alle monsters;

6.3. Pour le lait

- acceptation si l'échantillon global ne dépasse pas la limite maximale, en tenant compte de l'incertitude de la mesure et de la correction pour récupération,

- rejet si l'échantillon global dépasse sans conteste la limite maximale, en tenant compte de l'incertitude de la mesure et de la correction pour récupération.

6.4. Produits dérivés et denrées alimentaires composées de plusieurs ingrédients

6.4.1. Produits laitiers

- acceptation si l'échantillon global ne dépasse pas la limite maximale, en tenant compte de l'incertitude de la mesure et de la correction pour récupération,

- rejet si l'échantillon global dépasse sans conteste la limite maximale, en tenant compte de l'incertitude de la mesure et de la correction pour récupération.

6.4.2. Autres produits dérivés présentant des particules très fines, tels que la farine, la pâte de figues, la pâte d'arachides (distribution homogène de la contamination par les aflatoxines)

- acceptation si l'échantillon global ne dépasse pas la limite maximale, en tenant compte de l'incertitude de la mesure et de la correction pour récupération,

- rejet si l'échantillon global dépasse sans conteste la limite maximale, en tenant compte de l'incertitude de la mesure et de la correction pour récupération.

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 l'homogénéisation. 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 d'analyse qui respecte les critères suivants :

RSD_r 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_r 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_R 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_R de standaardafwijking is, berekend op basis van ontledingsresultaten die onder reproduceerbaarheidsomstandigheden zijn verkregen;

R de reproduceerbaarheid is: de waarde waarvoor geldt dat het absolute verschil tussen de ontledingsresultaten van twee afzonderlijke bepalingen die onder reproduceerbaarheidsomstandigheden 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 reproduceerbaarheidsomstandigheden zijn verkregen ($s_R/X \times 100$);

C de concentratieverhouding is (1 = 100 g/100 g, 0,001 = 1 000 mg/kg).

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

3. Ontledingsapport

Het ontledingsresultaat wordt geregistreerd al dan niet met een correctie op basis van de terugvinding. De registratiewijze 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.

4. Aanvaarding van een partij of een subpartij

- aanvaarding als het verzamelmonster het maximumgehalte niet overschrijdt,
- weigering als het verzamelmonster het maximumgehalte overschrijdt.

HOOFDSTUK III. — Bereiding van de monsters en algemene criteria voor de analysemethoden die worden gebruikt voor de officiële controle op het patulinegehalte in bepaalde levensmiddelen

1. Voorzorgsmaatregelen

Aangezien patuline in bepaalde levensmiddelen ongelijkmatig verdeeld is, moeten de monsters met zeer veel zorg worden bereid en vooral zeer goed worden gehomogeniseerd.

Voor de bereiding van het onderzoeksmateriaal moet al het materiaal worden gebruikt dat naar het laboratorium is opgestuurd.

2. Behandeling van het monster dat het laboratorium ontvangt

Het volledige verzamelmonster wordt (zo nodig) fijngemalen en zorgvuldig gemengd zodat een volledig homogeen product ontstaat.

3. Verdeling van de monsters voor controle-en verhaaldoeleinden

Analysemonsters bestemd voor controle-, verhaal- en arbitrage doeleinden worden genomen uit de gehomogeniseerde laboratoriummonsters.

4. Door de laboratoria toe te passen analysemethoden en controlevoorschriften

4.1. Definities

Hieronder worden enkele van de meest gebruikelijke definities gegeven die voor de laboratoria van toepassing zijn.

De meest gebruikelijke parameters voor de precisie zijn herhaalbaarheid en reproduceerbaarheid.

- r = herhaalbaarheid: waarde waarvoor geldt dat het absolute verschil tussen de resultaten van twee afzonderlijke bepalingen die onder herhaalbaarheidsomstandigheden zijn uitgevoerd (hetzelfde monster, dezelfde persoon, dezelfde apparatuur, hetzelfde laboratorium, en kort na elkaar) met de gekozen waarschijnlijkheid (in principe 95 %) daarbeneden ligt, zodat $r = 2,8 \times s_r$;

- s_r = standaardafwijking, berekend op basis van resultaten die onder herhaalbaarheidsomstandigheden zijn verkregen;

- RSD_r = relatieve standaardafwijking, berekend op basis van resultaten die onder herhaalbaarheidsomstandigheden zijn verkregen [$(s_r / X) \times 100$], waarbij X het gemiddelde is van de resultaten voor alle laboratoria en alle monsters;

s_R 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 paramètres de 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_R 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 d'analyse 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 d'analyse est exprimé en $\mu\text{g}/\text{kg}$, tout comme les teneurs maximales visées au Règlement (CE) N° 466/2001.

4. Acceptation d'un lot ou sous-lot

- Acceptation si l'échantillon global ne dépasse pas la limite maximale,
- refus si l'échantillon global dépasse la limite maximale.

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

1. Précautions

La patuline pouvant être distribuée de façon hétérogène dans certaines denrées alimentaires, 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.

2. Traitement de l'échantillon reçu par le laboratoire

L'échantillon global complet est broyé finement, le cas échéant, et soigneusement mélangé selon une méthode garantissant une homogénéisation complète.

3. Subdivision des échantillons pour des mesures de contrôle et des actions de défense

Les échantillons d'analyse destinés à des mesures de contrôle, aux moyens de défense et à des fins d'arbitrage sont prélevés sur les échantillons de laboratoires homogénéisés.

4. Méthodes d'analyse à utiliser par le laboratoire et modalités de contrôle du laboratoire

4.1. Définitions

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

Les paramètres de précision les plus communément utilisés sont la répétabilité et la reproductibilité.

- r = répétabilité: valeur en dessous de laquelle on peut s'attendre à ce que la différence absolue entre les résultats de deux tests individuels, obtenus dans des conditions de répétabilité (c'est-à-dire même échantillon, même opérateur, même appareillage, même laboratoire et court intervalle de temps), se situe dans une limite donnée de probabilité (en principe 95 %); d'où $r = 2,8 \times s_r$;

- s_r = écart-type, calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de répétabilité;

- RSD_r = écart-type relatif, calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de répétabilité [$(s_r / X) \times 100$], où X représente la moyenne des résultats pour tous les laboratoires et échantillons;

- R = reproduceerbaarheid : waarde waarvoor geldt dat het absolute verschil tussen de resultaten van afzonderlijke bepalingen die onder reproduceerbaarheidsomstandigheden 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 $R=2,8 \times s_R$;

- s_R = standaardafwijking, berekend op basis van resultaten die onder reproduceerbaarheidsomstandigheden zijn verkregen.

- RSD_R = relatieve standaardafwijking, berekend op basis van resultaten die onder reproduceerbaarheidsomstandigheden zijn verkregen $[(s_R / X) \times 100]$.

4.2. Specifieke voorschriften

De laboratoria mogen zelf de methode kiezen die ze zullen toepassen, op voorwaarde dat die aan de volgende criteria voldoet :

Prestatiekenmerken voor patuline

Gehalte $\mu\text{g}/\text{kg}$ Teneur $\mu\text{g}/\text{kg}$	Patuline		
	RSD_r (%)	RSD_R (%)	Terugvindingspercentage (%) Récupération %
<20	≤ 30	≤ 40	Tussen 50 en 120 — Entre 50 et 120
20-50	≤ 20	≤ 30	Tussen 70 en 105 — Entre 70 et 105
>50	≤ 15	≤ 25	Tussen 75 en 105 — Entre 75 et 105

De aantoonbaarheidsgrenzen van de gebruikte methoden zijn niet aangegeven, aangezien de precisiewaarden voor de betrokken concentraties zijn gegeven.

De precisiewaarden worden berekend met de vergelijking van Horwitz :

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

RSD_R = de relatieve standaardafwijking, berekend op basis van resultaten die onder reproduceerbaarheidsomstandigheden zijn verkregen $[(s_R / X) \times 100]$;

C = de concentratie (1 =100 g/100 g; 0,001 =1 000 mg/kg).

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

4.3. Berekening van het terugvindingspercentage en rapportage van de resultaten

Het analysesresultaat wordt al dan niet met een correctie op basis van de terugvinding geregistreerd. De registratiewijze en het terugvindingspercentage moeten worden vermeld. Het voor de terugvinding gecorrigeerde analysesresultaat wordt gebruikt om te bepalen of aan de eisen is voldaan (zie bijlage I, punt 5).

Het analysesresultaat wordt gerapporteerd als $x \pm U$, waarbij x het analysesresultaat en U de meetonzekerheid is.

5. Overeenstemming van de partij of subpartij met de eisen

Het controlelaboratorium voert op het laboratoriummonster voor controledoelende een dublobepaling uit ingeval het verkregen resultaat van de eerste analyse minder dan 20 % onder of boven het maximumgehalte ligt, en berekent het gemiddelde van de resultaten.

- De partij wordt aanvaard als de uitslag van de eerste analyse meer dan 20 % onder het maximumgehalte ligt of, ingeval een dublobepaling nodig is, als het gemiddelde niet hoger is dan het desbetreffende maximumgehalte als vastgelegd in Verordening (EG) nr. 466/2001, met inachtneming van de meetonzekerheid en de correctie voor terugvinding.

- De partij is niet in overeenstemming met het in Verordening (EG) nr. 466/2001 vastgelegde maximumgehalte als het voor terugvinding gecorrigeerde gemiddelde buiten redelijke twijfel groter is dan dat maximumgehalte, met inachtneming van de meetonzekerheid.

Gezien om te worden gevoegd bij het ministerieel besluit van 9 september 2004 tot wijziging van 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 maximum gehalten aan de mycotoxines in bepaalde voedingsmiddelen

R. DEMOTTE

- R = reproductibilité : valeur en dessous de laquelle on peut s'attendre à ce que la différence absolue entre les résultats de tests individuels, obtenus dans des conditions de reproductibilité (c'est-à-dire pour un produit identique, obtenu par les opérateurs dans différents laboratoires utilisant la méthode de test normalisée), se situe dans une certaine limite de probabilité (en principe 95 %) ; $R=2,8 \times s_R$;

- s_R = écart-type, calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de reproductibilité ;

- RSD_R = écart-type relatif, calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de reproductibilité $[(s_R / X) \times 100]$.

4.2. Exigences spécifiques

Les laboratoires peuvent choisir eux-mêmes la méthode qu'ils appliqueront à condition que celle-ci respecte les critères suivants :

Caractéristiques de performance pour la patuline

Les limites de détection des méthodes utilisées ne sont pas indiquées, étant donné que les valeurs de précision sont données pour les concentrations concernées.

Les valeurs de précision sont calculées à partir de l'équation d'Horwitz :

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

RSD_R représente l'écart type relatif, calculé à partir des résultats 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 là d'une équation générale relative à la précision 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.

4.3. Calcul du taux de récupération et rapportage des résultats

Le résultat d'analyse est enregistré sous forme corrigée ou non au titre de la récupération. La façon d'enregistrer et le taux de récupération doivent être indiqués. Le résultat d'analyse corrigé au titre de la récupération sert à vérifier le respect des exigences (voir annexe I, point 5).

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

5. Conformité d'un lot ou d'un sous-lot aux exigences

A des fins de contrôle, le laboratoire de contrôle procède à une double analyse de l'échantillon de laboratoire si le résultat de la première analyse est de moins de 20 % inférieur ou supérieur à la teneur maximale, et il calcule la moyenne des résultats.

- Le lot est accepté si le résultat de la première analyse est de plus de 20 % inférieur à la teneur maximale ou lorsqu'une double analyse s'impose, si la moyenne n'excède pas la teneur maximale applicable telle que fixée dans le Règlement (CE) n° 466/2001 compte tenu de l'incertitude de mesure et de la correction au titre de la récupération.

- Le lot n'est pas conforme la teneur maximale fixée dans le Règlement (CE) n° 466/2001 si la moyenne, corrigée au titre de la récupération, dépasse quasi certainement la teneur maximale, compte tenu de l'incertitude de mesure.

Vu pour être annexé à l'arrêté ministériel du 9 septembre 2004 modifiant 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.

R. DEMOTTE