

Art. 2. Dit besluit heeft uitwerking met ingang van 1 januari 2006.
Brussel, 13 januari 2006.

Mevr. S. LARUELLE

Art. 2. Le présent arrêté produit ses effets le 1^{er} janvier 2006.
Bruxelles, le 13 janvier 2006.

Mme S. LARUELLE

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

N. 2006 — 334

[C — 2006/22050]

10 JANUARI 2006. — Koninklijk besluit tot vaststelling van de wijze van het nemen van monsters voor de officiële controle op de maximumgehalten aan polycyclische aromatische koolwaterstoffen in bepaalde voedingsmiddelen

ALBERT II, Koning der Belgen,

Aan allen die nu zijn en hierna wezen zullen, Onze Groet.

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, bekrachtigd bij de wet van 19 juli 2001, inzonderheid op artikel 3, § 5;

Gelet op de Richtlijn 2005/10/EG van de Commissie van 4 februari 2005 tot vaststelling van bemonsteringswijzen en analysemethoden voor de officiële controle op de gehalten aan benzo(a)pyreen in levensmiddelen;

Gelet op het advies van het wetenschappelijk comité van het Federaal Agentschap voor de Veiligheid van de Voedselketen, gegeven op 29 juni 2005;

Gelet op het advies nr. 39.234/3 van de Raad van State, gegeven op 25 oktober 2005, met toepassing van artikel 84, § 1, eerste lid, 1^o, van de gecoördineerde wetten op de Raad van State;

Op de voordracht van Onze Minister van Sociale Zaken en Volksgezondheid,

Hebben Wij besloten en besluiten Wij :

Artikel 1. Bij de monsterneming met het oog op de officiële controle van de naleving van de maximale gehalten aan benzo(a)pyreen bepaald in Verordening (EG) nr. 466/2001 van de Commissie van 8 maart 2001 tot vaststelling van maximumgehalten aan bepaalde verontreinigingen in levensmiddelen, moeten de bepalingen van de bijlage van dit besluit in acht genomen worden.

Art. 2. Onze Minister die volksgezondheid onder zijn bevoegdheid heeft, is belast met de uitvoering van dit besluit.

Gegeven te Brussel, 10 januari 2006.

ALBERT

Van Koningswege :

De Minister van Sociale Zaken en Volksgezondheid,
R. DEMOTTE

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

F. 2006 — 334

[C — 2006/22050]

10 JANVIER 2006. — Arrêté royal portant fixation de la manière de prélever les échantillons pour le contrôle officiel des teneurs maximales en composés aromatiques polycycliques dans certaines denrées alimentaires

ALBERT II, Roi des Belges,

A tous, présents et à venir, Salut.

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, confirmé par la loi du 19 juillet 2001, notamment l'article 3, § 5;

Vu la Directive 2005/10/CE de la Commission du 4 février 2005 portant fixation des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en benzo(a)pyrène des denrées alimentaires;

Vu l'avis du comité scientifique de l'Agence fédérale pour la Sécurité de la Chaîne alimentaire, donné le 29 juin 2005;

Vu l'avis n° 39.234/3 du Conseil d'Etat, donné le 25 octobre 2005, en application de l'article 84, § 1^{er}, alinéa 1^{er}, 1^o des lois coordonnées sur le Conseil d'Etat;

Sur la proposition de Notre Ministre des Affaires sociales et de la Santé publique,

Nous avons arrêté et arrêtons :

Article 1^{er}. Lors de l'échantillonnage en vue du contrôle officiel des teneurs maximales en benzo(a)pyrène fixées par 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, les dispositions de l'annexe du présent arrêté doivent être prises en considération.

Art. 2. Notre Ministre qui a la Santé publique dans ses attributions est chargé de l'exécution du présent arrêté.

Donné à Bruxelles, le 10 janvier 2006.

ALBERT

Par le Roi :

Le Ministre des Affaires sociales et de la Santé publique,
R. DEMOTTE

Bijlage

**WIJZEN VAN BEMONSTERING VOOR DE OFFICIËLE CONTROLE OP DE GEHALTEN
AAN BENZO(A)PYREEN IN BEPAALDE LEVENSMIDDELEN**

1. Doel en toepassingsgebied

De monsters voor de officiële controle op de gehalten aan benzo(a)pyreen in levensmiddelen worden genomen overeenkomstig de onderstaande methoden. De op die manier verkregen verzamelmonsters worden geacht representatief te zijn voor de betrokken partijen. Op basis van de gehalten die in de laboratoriummonsters worden geconstateerd, wordt bepaald of de partijen voldoen aan de bij Verordening (EG) nr. 466/2001 vastgestelde maximumgehalten.

2. Definities

« Partij » : een identificeerbare, in één keer geleverde hoeveelheid van een bepaald levensmiddel waarvan de ambtenaar gemeenschappelijke kenmerken, zoals oorsprong, soort, verpakkingstype, verpakker, verzender of merktekens, heeft geconstateerd.

« Subpartij » : aangeduid deel van een partij waarop de bemonsteringsmethode zal worden toegepast; elke subpartij moet fysiek van de hoofdpartij gescheiden zijn en moet kunnen worden geïdentificeerd.

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

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

« Laboratoriummonster » : voor het laboratorium bestemd monster.

3. Algemene bepalingen

3.1. Te bemonsteren materiaal

Elke partij die moet worden geanalyseerd, wordt afzonderlijk bemonsterd.

3.2. Voorzorgsmaatregelen

Bij de bemonstering en de bereiding van de laboratoriummonsters moet worden voorkomen dat zich veranderingen voordoen waardoor het benzo(a)pyreengehalte kan veranderen of de analyses of de representativiteit van het verzamelmonster kunnen worden beïnvloed.

3.3. Basismonsters

De basismonsters worden zoveel mogelijk op verschillende plaatsen uit de partij of de subpartij genomen. Als hiervan wordt afgeweken, wordt dit in het verslag vermeld.

3.4. Bereiding van het verzamelmonster

Het verzamelmonster wordt verkregen door alle basismonsters bij elkaar te voegen. Dit verzamelmonster wordt in het laboratorium gehomogeniseerd, tenzij dit onverenigbaar is met de toepassing van punt 3.5.

3.5. Bereiding van laboratoriummonsters

Er worden uit het gehomogeniseerde verzamelmonster identieke laboratoriummonsters voor controle-, verhaal- en arbitrage doeleinden genomen.

3.6. Verpakking en verzending van de monsters

Elk monster wordt in een schone recipiënt van inert materiaal geplaatst die een degelijke bescherming biedt tegen verontreiniging en beschadiging tijdens het vervoer. Voorts worden de nodige voorzorgsmaatregelen genomen om verandering in de samenstelling van het monster tijdens vervoer of opslag te voorkomen.

3.7. Verzegeling en etikettering van de monsters

Elk voor officieel gebruik genomen monster wordt op de plaats van bemonstering verzegeld en geïdentificeerd.

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

4. Bemonstering

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

4.1. Aantal basismonsters

In geval van oliën, waarbij ervan uitgegaan mag worden dat benzo(a)pyreen in een partij homogeen verdeeld is, volstaat het om drie basismonsters per partij te nemen, die samen het verzamelmonster vormen. Het partijnummer moet worden vermeld. Voor olijfoliën en oliën uit afvallen van olijven wordt nadere informatie over de bemonstering verstrekt in Verordening (EG) nr. 1989/2003 van de Commissie ((PB L 295 van 13.11.2003, blz. 57)).

Voor andere producten is het minimumaantal basismonsters dat van de partij dient te worden genomen in tabel 1 aangegeven. De basismonsters moeten van vergelijkbaar gewicht zijn, elk niet meer dan 100 g, resulterend in een verzamelmonster van niet meer dan 300 g (zie punt 3.4).

TABEL 1 : Minimumaantal van de partij te nemen basismonsters

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

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

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

Aantal verpakkingen of eenheden in de partij of subpartij	Aantal te bemonsteren verpakkingen of eenheden
1 tot 25	1 verpakking of eenheid
26 tot 100	Circa 5 %, minimaal 2 verpakkingen of eenheden
> 100	Circa 5 %, maximaal 10 verpakkingen of eenheden

4.2. Bemonstering in de kleinhandel

De bemonstering van levensmiddelen in de kleinhandel moet zo mogelijk geschieden overeenkomstig de bovengenoemde bemonsteringsbepalingen. Wanneer dit niet mogelijk is, kunnen andere effectieve bemonsteringsprocedures in de kleinhandel worden toegepast, mits zij een voldoende representativiteit voor de bemonsterde partij garanderen.

Gezien om te worden gevoegd bij Ons besluit van 10 januari 2006 tot vaststelling van de wijze van het nemen van monsters voor de officiële controle op de maximumgehalten aan polycyclische aromatische koolwaterstoffen in bepaalde voedingsmiddelen.

ALBERT

Van Koningswege :

De Minister van Sociale Zaken en Volksgezondheid,
R. DEMOTTE

Annexe

METHODES DE PRELEVEMENT D'ECHANTILLONS POUR LE CONTROLE OFFICIEL DES TENEURS EN BENZO(A)PYRENE DES DENREES ALIMENTAIRES

1. Objet et champ d'application

Les échantillons destinés aux contrôles officiels des teneurs en benzo(a)pyrène des denrées alimentaires sont prélevés conformément aux méthodes décrites ci-après. Les échantillons globaux ainsi obtenus sont considérés comme étant représentatifs des lots. Le respect des teneurs maximales fixées dans le règlement (CE) n° 466/2001 est établi en se fondant sur les teneurs déterminées dans les échantillons de laboratoire.

2. Définitions

« Lot » : quantité identifiable d'une denrée alimentaire, livrée en une fois, pour laquelle il a été établi par l'agent responsable qu'elle présente des caractéristiques communes, telles que l'origine, la variété, le type d'emballage, l'emballer, l'expéditeur ou le marquage.

« Sous-lot » : partie désignée d'un lot, afin d'appliquer la méthode de prélèvement à cette partie désignée; chaque sous lot doit être physiquement séparé et identifiable.

« Echantillon élémentaire » : quantité de matière prélevée en un seul point du lot ou du sous-lot.

« Echantillon global » : agrégation de tous les échantillons élémentaires prélevés sur le lot ou le sous-lot.

« Echantillon de laboratoire » : échantillon destiné au laboratoire.

3. Dispositions générales

3.1. Produit à échantillonner

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

3.2. Précautions à prendre

Au cours de l'échantillonnage et de la préparation des échantillons, des précautions doivent être prises afin d'éviter toute altération pouvant modifier la teneur en benzo(a)pyrène ou affecter les analyses ou la représentativité de l'échantillon global.

3.3. Echantillons élémentaires

Dans la mesure du possible, les échantillons élémentaires doivent être prélevés en divers points répartis sur l'ensemble du lot ou sous-lot. Toute entorse à cette règle doit être consignée au procès-verbal.

3.4. Préparation de l'échantillon global

L'échantillon global est obtenu en assemblant tous les échantillons élémentaires. L'échantillon global est homogénéisé dans le laboratoire, sauf si c'est incompatible avec la mise en œuvre du point 3.5.

3.5. Echantillons identiques de laboratoire

Des échantillons identiques sont prélevés à des fins de mise en œuvre du contrôle, de recours et d'arbitrage sur l'échantillon global homogénéisé.

3.6. Conditionnement et envoi des échantillons

Chaque échantillon est placé dans un récipient propre, en matériau inerte, offrant une protection adéquate contre les risques de contamination et les dommages pouvant résulter du transport. Toutes les précautions nécessaires sont prises pour éviter toute modification de la composition de l'échantillon pouvant survenir au cours du transport ou du stockage.

3.7. Fermeture et étiquetage des échantillons

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

4. Plans d'échantillonnage

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

4.1. Nombre d'échantillons élémentaires

Dans le cas des huiles, pour lesquelles on peut postuler une répartition homogène du benzo(a)pyrène à l'intérieur d'un lot donné, il suffit de prélever trois échantillons élémentaires par lot pour constituer l'échantillon global. Le numéro du lot est mentionné. Le règlement (CE) n° 1989/2003 de la Commission (JO L 295 du 13.11.2003, p 57) contient des dispositions supplémentaires concernant l'échantillonnage de l'huile d'olive et de l'huile de grignons d'olive.

Pour les autres produits, le nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever du lot est indiqué dans le tableau 1. Les échantillons élémentaires ont un poids semblable, chacun pesant au moins 100 g et formant un échantillon global d'au moins 300 g (voir point 3.4).

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

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

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

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

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

4.2. Prélèvement d'échantillons au stade du commerce de détail

Le prélèvement d'échantillons de denrées alimentaires au stade du commerce de détail doit avoir lieu, dans la mesure du possible, conformément aux dispositions qui précèdent. Lorsque ce n'est pas possible, d'autres méthodes efficaces de prélèvement peuvent être utilisées au stade du commerce de détail, à condition qu'elles garantissent une représentativité suffisante du lot échantillonné.

Vu pour être annexé à Notre arrêté du 10 janvier 2006 portant fixation de la manière de prélever les échantillons pour le contrôle officiel des teneurs maximales en composés aromatiques polycycliques dans certaines denrées alimentaires.

ALBERT

Par le Roi :

Le Ministre des Affaires sociales et de la Santé publique,
R. DEMOTTE

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

N. 2006 — 335

[C — 2006/22051]

16 JANUARI 2006. — Ministerieel besluit tot vaststelling van de wijze van monstervoorbereiding en criteria voor analysemethoden voor de officiële controle op de maximumgehalten aan polycyclische aromatische koolwaterstoffen 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, bekrachtigd bij de wet van 19 juli 2001, inzonderheid op artikel 3, § 5;

Gelet op de Richtlijn 2005/10/EG van de Commissie van 4 februari 2005 tot vaststelling van bemonsteringswijzen en analysemethoden voor de officiële controle op de gehalten aan benzo(a)pyreen in levensmiddelen;

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

F. 2006 — 335

[C — 2006/22051]

16 JANVIER 2006. — Arrêté ministériel fixant le mode de préparation des échantillons et les critères pour les méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs maximales en composés aromatiques polycycliques 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, confirmé par la loi du 19 juillet 2001, notamment l'article 3, § 5;

Vu la Directive 2005/10/CE de la Commission du 4 février 2005 portant fixation des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en benzo(a)pyrène dans les denrées alimentaires;

Gelet op advies nr 39.209/3 van de Raad van State, gegeven op 25 oktober 2005, met toepassing van artikel 84, § 1^{er}, eerste lid, 1°, van de gecoördineerde wetten op de Raad van State,

Besluit :

Enig artikel. Bij de analyse met het oog op de officiële controle van de maximale gehalten voor benzo(a)pyreen waarvoor maximale gehalten zijn vastgelegd in verordening (EG) nr. 466/2001 van de Commissie van 8 maart 2001 tot vaststelling van maximumgehalten aan bepaalde verontreinigingen in levensmiddelen, moeten de bepalingen in de bijlage van dit besluit in acht genomen worden.

Brussel, 16 januari 2006.

R. DEMOTTE

Vu l'avis n° 39.209/3 du Conseil d'Etat, donné le 25 octobre 2005, en application de l'article 84, § 1^{er}, alinéa 1^{er}, 1°, des lois coordonnées sur le Conseil d'Etat,

Arrête :

Article unique . Lors de l'analyse en vue du contrôle officiel des teneurs maximales de benzo(a)pyrène, fixées dans 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, les dispositions en annexe au présent arrêté doivent être prises en considération.

Bruxelles, le 16 janvier 2006.

R. DEMOTTE

Bijlage

BEREIDING VAN DE MONSTERS EN ALGEMENE CRITERIA VOOR DE ANALYSEMETHODEN DIE WORDEN GEBRUIKT VOOR DE OFFICIËLE CONTROLE OP HET GEHALTE AAN BENZO(A)PYREEN IN LEVENSMIDDELEN

1. Voorzorgsmaatregelen en algemene overwegingen voor benzo(a)pyreen in monsters van levensmiddelen

Eerste vereiste is dat een representatief, homogeen laboratoriummonster wordt verkregen zonder dat daarbij secundaire verontreinigingen worden geïntroduceerd.

De analist moet ervoor zorgen dat de monsters tijdens de bereiding niet worden gecontamineerd. De recipiënten moeten vóór gebruik worden gereinigd met aceton of hexaan met een hoge zuiverheidsgraad (p.A., HPLC-kwaliteit of soortgelijke kwaliteit) om het contaminatierisico tot een minimum te beperken. Alle apparatuur die met het monster in aanraking komt, dient zoveel mogelijk gemaakt te zijn van inert materiaal, bv. aluminium, glas of gepolijst roestvrij staal. Kunststoffen zoals polypropyleen, PTFE, enz., moeten worden vermeden omdat de analyt op deze materialen kan adsorberen.

Voor de bereiding van het onderzoeksmateriaal moet al het monstermateriaal worden gebruikt dat naar het laboratorium is opgestuurd. Alleen volledig gehomogeniseerde monsters leveren reproduceerbare resultaten.

Er kunnen veel toereikende specifieke monsterbereidingsprocedures worden toegepast.

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

De identieke monsters voor controle-, verhaal- en arbitrage doeleinden worden genomen uit het gehomogeniseerde materiaal.

4. Door de laboratoria toe te passen analysemethoden en voorschriften inzake de controle op de laboratoria

4.1. Definities

Hieronder worden enkele van de meest gebruikelijke definities gegeven die de laboratoria moeten hanteren.

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 $[s_r/\bar{x}] \times 100$.

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 $[S_r/\bar{x}] \times 100$, waarbij \bar{x} het gemiddelde is van de resultaten voor alle laboratoria en alle monsters.

$HORRAT_r$ = de waargenomen RSD_r gedeeld door de met behulp van de vergelijking van Horwitz (1) geschatte RSD_r , onder de aanname $r = 0,66R$.

$HORRAT_R$ = de waargenomen RSD_R gedeeld door de met behulp van de vergelijking van Horwitz berekende RSD_R .

U = de uitgebreide onzekerheid, met een dekkingsfactor 2, die een betrouwbaarheidsniveau van ongeveer 95% oplevert.

4.2. Algemene voorschriften

De analysemethoden voor de controle op levensmiddelen moeten voldoen aan de punten 1 en 2 van de bijlage bij Richtlijn 85/591/EEG.

4.3. Specifieke voorschriften

Als op communautair niveau geen specifieke methode voor de bepaling van het benzo(a)pyreengehalte in levensmiddelen is voorgeschreven, mogen de laboratoria zelf een gevalideerde methode kiezen, op voorwaarde dat die aan de in de tabel vermelde prestatiekenmerken voldoet. Idealiter dient bij de validatie een gecertificeerd referentiemateriaal te worden opgenomen.

Tabel : Prestatiekenmerken van analysemethoden voor benzo(a)pyreen :

Parameter	Waarde/opmerking
Van toepassing op	De in Verordening (EG) nr. 208/2003 genoemde levensmiddelen
Aantoonbaarheidsgrens	Maximaal 0,3 µg/kg
Bepaalbaarheidsgrens	Maximaal 0,9 µg/kg
Precisie	HORRAT _r of HORRAT _R - waarden kleiner dan 1,5 in het validatieonderzoek
Terugvindingspercentage	50 % - 120 %
Specificiteit	Vrij van matrixeffecten of spectrale storingen, verificatie van positieve detectie

4.3.1. Prestatiekenmerken - onzekerheidsfunctieaanpak

Om na te gaan of de door het laboratorium te gebruiken analysemethoden geschikt zijn, kan evenwel ook een onzekerheidsfunctieaanpak worden gebruikt. Het laboratorium kan een methode gebruiken die resultaten produceert binnen een maximumstandaardonzekerheid. De maximumstandaardonzekerheid kan worden berekend met de volgende formule :

$$U_f = [(LOD/2)^2 + (0,2C)^2]^{1/2} \text{ waarbij}$$

U_f de maximumstandaardonzekerheid is
 LOD de aantoonbaarheidsgrens van de methode is
 C de betrokken concentratie is.

Indien een analysemethode resultaten oplevert met onzekerheidsmetingen lager dan de maximumstandaardonzekerheid, dan is de methode even geschikt als een methode die aan de in de tabel vermelde prestatiekenmerken voldoet.

4.4. Berekening van het terugvindingspercentage en rapportage van de resultaten

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 voor de terugvinding gecorrigeerde analyseresultaat wordt gebruikt om te bepalen of aan de eisen is voldaan (zie punt 5).

De analist dient nota te nemen van het «European Commission Report on the relationship between analytical results, the measurement of uncertainty, recovery factors and the provisions in EU food legislation » (2).

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

4.5. Door de laboratoria te bieden kwaliteitsgaranties

De laboratoria moeten voldoen aan de wet van 19 juli 1990 betreffende de accreditatie van instellingen voor de conformiteitsbeoordeling en zijn uitvoeringsbesluiten.

4.6. Andere overwegingen betreffende de analyse

Proficiency tests

Deelname aan desbetreffende proficiency tests die voldoen aan het onder de auspiciën van IUPAC/ISO/AOAC opgestelde « International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories » (3).

Interne kwaliteit controle

De laboratoria moeten kunnen aantonen dat zij over procedures voor interne kwaliteitscontrole beschikken. Voorbeelden daarvan zijn de « ISO/AOAC/IUPAC Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories » (4).

5. Overeenstemming van de partij of subpartij met de eisen

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

De partij wordt aanvaard als het resultaat van de eerste analyse of, wanneer een dublobepaling noodzakelijk is, als het gemiddelde niet hoger is dan het desbetreffende maximumgehalte zoals 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 resultaat van de eerste analyse of, wanneer een dublobepaling noodzakelijk is, als het gemiddelde buiten redelijke twijfel groter is dan dat maximumgehalte, met inachtneming van de meetonzekerheid en de correctie voor terugvinding.

REFERENTIES

1. W Horwitz, « Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs », Anal. Chem., 1982, 54, 67A -76A.

2. European Commission Report on the relationship between analytical results, the measurement of uncertainty, recovery factors and the provisions in EU food legislation (2004).

(<http://europa.eu.int/comm/food/food/chemicalsafety/contaminants/indexen.htm>).

3. ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Protocol for Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories, Edited by M. Thompson and R. Wood, Pure Appl. Chem., 1993, 65, 2123 - 2144 (Also published in J. AOAC International, 1993, 76, 926).

4. ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories, Edited by M. Thompson and R. Wood, Pure Appl. Chem., 1995, 67, 649 -666.

NL L 34/20 Publicatieblad van de Europese Unie 8.2.2005

Gezien om te worden gevoegd bij ons ministerieel besluit van tot vaststelling van 16 januari 2006 de wijze van monstervoorbereiding en criteria voor de analysemethoden voor de officiële controle op de maximum gehalten aan polycyclische aromatische koolwaterstoffen in bepaalde voedingsmiddelen.

R. DEMOTTE

Annexe

PREPARATION DES ECHANTILLONS ET CRITERES APPLICABLES AUX METHODES D'ANALYSE UTILISEES POUR LE CONTROLE OFFICIEL DES TENEURS EN BENZO(A)PYRENE DES DENREES ALIMENTAIRES

1. Précautions et généralités concernant le benzo(a)pyrène dans les échantillons de denrées alimentaires

Il s'agit essentiellement d'obtenir un échantillon de laboratoire représentatif et homogène sans y introduire de contamination secondaire.

L'analyste doit veiller à ce que les échantillons ne soient pas contaminés pendant la préparation de l'échantillon. Il y a lieu de rincer les récipients à l'acétone ou à l'hexane d'une grande pureté (p.A., qualité HPLC ou équivalente) avant de les utiliser, afin de limiter autant que possible le risque de contamination. Dans la mesure du possible, les appareils entrant en contact avec l'échantillon doivent être fabriqués en matériaux inertes, par exemple en aluminium, en verre ou en acier inoxydable poli. Il convient d'éviter les matières plastiques telles que le polypropylène, le PTFE, etc., car l'analyte peut être adsorbé sur ces matériaux.

La totalité de la matière prélevée reçue par le laboratoire doit être utilisée pour la préparation de la matière à tester. Seuls les échantillons bien homogénéisés permettent d'obtenir des résultats reproductibles.

De nombreuses procédures spécifiques de préparation des échantillons peuvent être utilisées de manière satisfaisante.

2. Traitement de l'échantillon reçu dans le laboratoire

L'échantillon global complet est broyé finement (s'il y a lieu) et soigneusement mélangé selon une méthode garantissant une homogénéisation complète.

3. Subdivision des échantillons destinés à la mise en œuvre du contrôle et à des actions de défense

Des échantillons identiques destinés à la mise en œuvre du contrôle, au recours et à l'arbitrage sont prélevés sur l'échantillon homogénéisé.

4. Méthode 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:

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

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

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

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

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

RSD_R = écart-type relatif, calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de reproductibilité $[(s_R/x) \times 100]$, où x représente la moyenne des résultats pour tous les laboratoires et échantillons.

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

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

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

4.2. Exigences de portée générale

Les méthodes d'analyse utilisées pour le contrôle des denrées alimentaires doivent être conformes aux dispositions des points 1 et 2 de l'annexe de la directive 85/591/CEE du Conseil.

4.3. Exigences spécifiques

Pour autant qu'aucune méthode spécifique ne soit prescrite au niveau communautaire pour la détermination des teneurs en benzo(a)pyrène des denrées alimentaires, les laboratoires sont libres d'appliquer n'importe quelle méthode validée, à condition qu'elle réponde aux critères de performance qui figurent dans le tableau. L'idéal serait que la validation inclue un matériau de référence certifié.

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

Paramètre	Valeur/commentaire
Applicabilité	Denrées alimentaires figurant dans le règlement (CE) n° 208/2005
Limite de détection	Pas plus de 0,3 µg/kg
Limite de quantification	Pas plus de 0,9 µg/kg
Fidélité	Valeurs $HORRAT_r$ ou $HORRAT_R$ inférieures à 1,5 lors de l'essai collectif de validation
Récupération	5 %-120%
Spécificité	Pas d'interférences dues à la matrice ou spectrales, vérification de la détection positive

4.3.1. Critères de performance — Approche de la fonction d'incertitude

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

$$U_f = [(LOD/2)^2 + (0,2C)^2]^{1/2} \text{ où :}$$

U_f est l'incertitude normalisée maximale,

LOD est la limite de détection de la méthode,

C est la concentration présentant un intérêt.

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

4.4. Calcul du taux de récupération et enregistrement des résultats

Le résultat d'analyse est enregistré sous forme corrigée ou non au titre de la récupération. Le mode d'enregistrement et le taux de récupération doivent être mentionnés. Le résultat d'analyse corrigé au titre de la récupération sert à vérifier le respect de la teneur maximale (voir point 5).

L'analyste tient dûment compte du rapport de la Commission européenne sur la relation entre les résultats d'analyse, la mesure de l'incertitude, les facteurs de récupération et les dispositions de la législation communautaire relative aux denrées alimentaires (2).

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

4.5. Normes de qualité applicables aux laboratoires

Les laboratoires doivent se conformer à la loi du 20 juillet 1990 concernant l'accréditation des organismes d'évaluation de la conformité et à ses arrêtés d'exécution.

4.6. Autres considérations relatives à l'analyse

Contrôle de l'aptitude

Participation à des programmes de contrôle de l'aptitude conformes à l'« International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories » (3) élaboré sous l'égide de l'IUPAC/ISO/AOAC.

Contrôle interne de la qualité

Les laboratoires doivent pouvoir démontrer qu'ils appliquent des procédures de contrôle interne de la qualité. Il peut s'agir, par exemple, des « ISO/AOAC/IUPAC Guidelines on Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories » (4).

5. Conformité du lot ou sous-lot aux spécifications

Le laboratoire de contrôle procède à une double analyse de l'échantillon de laboratoire prélevé à des fins de mise en œuvre du contrôle lorsque le résultat obtenu lors de la première analyse est de moins de 20 % inférieur ou supérieur à la teneur maximale et, en pareils cas, il calcule la moyenne des résultats.

Le lot est accepté si le résultat de la première analyse ou, lorsqu'une double analyse est nécessaire, la moyenne des résultats ne dépasse pas la teneur maximale applicable fixée par le règlement (CE) n° 466/2001 compte tenu de l'incertitude de mesure et de la correction pour récupération.

Le lot est considéré comme ne respectant pas la teneur maximale fixée par le règlement (CE) n° 466/2001 si le résultat de la première analyse ou, lorsqu'une double analyse est nécessaire, la moyenne des résultats dépasse sans contester la teneur maximale, compte tenu de l'incertitude de mesure et de la correction pour récupération.

REFERENCES

1. Horwitz, W., « Evaluation of Analytical Methods for Regulation of Foods and Drugs », *Anal. Chem.*, 1982, 54, 67A -76A.

2. Rapport de la Commission européenne sur la relation entre les résultats d'analyse, la mesure de l'incertitude, les facteurs de récupération et les dispositions de la législation communautaire relative aux denrées alimentaires, 2004.

(<http://europa.eu.int/comm/food/food/chemicalsafety/contaminants/indexen.htm>).

3. « ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Protocol for Proficiency Testing of (Chemical) Analytical Laboratories », édité par Thompson, M., et Wood, R., *Pure Appl. Chem.*, 1993, 65, 2123 - 2144 (également publié dans *J. AOAC International*, 1993, 76, 926).

4. « ISO/AOAC/IUPAC International Harmonised Guidelines for Internal Quality Control in Analytical Chemistry Laboratories », édité par Thompson, M., et Wood, R., *Pure Appl. Chem.*, 1995, 67, 649-666.

Vu pour être annexé à notre arrêté ministériel du 16 janvier 2006 fixant le mode de préparation des échantillons et les critères pour les méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs maximales en composés aromatiques polycycliques dans certaines denrées alimentaires.