

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

(NOTE : Consultation des versions antérieures à partir du 14-03-2003 et mise à jour au 03-03-2005).

Source : SANTE PUBLIQUE, SECURITE DE LA CHAINE ALIMENTAIRE ET ENVIRONNEMENT

Publication : 14-03-2003 numéro : 2003022228 page : 12806 IMAGE

Dossier numéro : 2003-02-27/46

Entrée en vigueur : 28-02-2003

Article 1er. Le présent arrêté s'applique aux denrées alimentaires pour lesquelles des teneurs maximales d'aflatoxines, et d'ochratoxine A, (et de patuline) sont fixées dans le règlement (CE) n° 466/2001 visé au préambule. <AM 2004-09-09/30, art. 1, 002; En vigueur : 03-10-2004>

Art. 2. § 1. Lors de la préparation des échantillons et des analyses destinées au contrôle officiel (analyse et contre-analyse) des teneurs en aflatoxine des produits visés à l'article 1, les laboratoires s'en tiennent aux dispositions arrêtées dans le chapitre I de l'annexe du présent arrêté. (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.) <AM 2004-09-09/30, art. 2, 002; En vigueur : 03-10-2004>

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

(§ 3. Lors de la préparation des échantillons et des analyses et des contre-analyses des teneurs en patuline des produits visés à l'article 1er, les laboratoires s'en tiennent aux dispositions fixées dans le chapitre III de l'annexe du présent arrêté.) <AM 2004-09-09/30, art. 2, 002; En vigueur : 03-10-2004>

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

Donné à Bruxelles, le 27 février 2003.

J. TAVERNIER

ANNEXE.

Art. N. Annexe. <AM 2004-09-09/30, art. 3, 002; En vigueur : 03-10-2004>

Art. 1N. CHAPITRE Ier. - 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. <AM 2004-09-09/30, art. 3, 002; En vigueur : 03-10-2004>

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 amandes 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.

(Si la teneur maximale s'applique à la matière sèche, la teneur en matière sèche est déterminée sur une partie de l'échantillon homogénéisé à l'aide d'une méthode dont la précision en la matière est démontrée.)

<AM 2005-02-17/43, art. 1, 003; En vigueur : 13-03-2005>

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

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

Critere	Fourchette de concentration	Valeur recommandee admise	Valeur maximale
Valeurs a blanc	Toutes concentrations	Negligeable	
Recuperation - aflatoxines M1	0,01 - 0,05 MUg/kg	60 a 120 %	
Recuperation - aflatoxines B1, B2, G1 et G2	> 0,05 MUg/kg	70 a 110 %	
Fidelite RSDR	< 1,0 MUg/kg	50 a 120 %	
	1 - 10 MUg/kg	70 a 110 %	
	> 10 MUg/kg	80 a 110 %	
	Toutes concentrations	Derivee de l'equation d'Horwitz	2 x la valeur derivee de l'equation d'Horwitz

Le rapport entre la fidelite RSDr et la fidelite RSDR peut être estime a 0,66 pour la concentration concernee.

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.

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

$RSDR = 2(1 - 0,5 \log C)$ équation dans laquelle :

RSDR représente l'écart type relatif calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de reproductibilité $((sR/X) \times 100)$; 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 MUg/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. 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 figes, 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.

(6.5 denrées alimentaires destinées aux nourrissons et aux enfants en bas âge

- Acceptation si l'échantillon global ne dépasse pas la teneur maximale, compte tenu de l'incertitude de mesure et de la correction au titre de la récupération,

- Rejet si l'échantillon global dépasse quasi certainement la teneur maximale, compte tenu de l'incertitude de mesure et de la correction au titre de la récupération.) <AM 2005-02-17/43, art. 1, 003; En vigueur : 13-03-2005>

Art. 2N. 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.

<AM 2004-09-09/30, art. 3, 002; En vigueur : 03-10-2004>

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.

(Si la teneur maximale s'applique à la matière sèche, la teneur en matière sèche est déterminée sur une partie de l'échantillon homogénéisé à l'aide d'une méthode dont la précision en la matière est démontrée.)

<AM 2005-02-17/43, art. 1, 003; En vigueur : 13-03-2005>

2. Méthode d'analyse à utiliser par le laboratoire.

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

Teneur MUg/kg	Ochratoxine A		
	RSDr %	RSDR %	Pourcentage de recuperation %
< 1	< ou = 40	< ou = 60	50 a 120
1 - 10	< ou = 20	< ou = 30	70 a 110

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

sr 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 $r = 2,8 \times sr$;

RSDR est l'écart-type relatif, calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de reproductibilité ($(sR/X) \times 100$); X représente la moyenne des résultats d'analyse pour tous les laboratoires et tous les échantillons;

sR 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 $R = 2,8 \times sR$.

Les paramètres de fidélité sont calculées à partir de l'équation d'Horwitz,

c'est-à-dire : $RSDR = 2(1 - 0,5 \log C)$ équation dans laquelle :

RSDR représente l'écart-type relatif, calculé à partir des résultats d'analyse obtenus dans des conditions de reproductibilité ($sR/X \times 100$);

C est le taux de concentration ($1 = 100 \text{ g}/100 \text{ g}$, $0,001 = 1 \text{ 000 mg/kg}$).

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. (Calcul du taux de récupération et enregistrement des résultats)

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 rapportés. Le résultat d'analyse corrigé au titre de la récupération doit être utilisé pour vérifier la conformité (voir chapitre II, point 4).

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.

U est l'incertitude étendue, utilisant un coefficient de couverture 2 qui donne un niveau de confiance d'environ 95 %.) <AM 2005-02-17/43, art. 1, 003; En vigueur : 13-03-2005>

4. (Acceptation d'un lot ou d'un sous-lot)

- Acceptation si le lot global ne dépasse pas la teneur maximale, compte tenu de l'incertitude de mesure et de la correction au titre de la récupération,

- rejet si le lot global dépasse quasi certainement la teneur maximale, compte tenu de l'incertitude de mesure et de la correction au titre de la récupération.) <AM 2005-02-17/43, art. 1, 003; En vigueur : 13-03-2005>

Art. 3N. 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. <AM 2004-09-09/30, art. 3, 002; En vigueur : 03-10-2004>

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 $r = 2,8 \times sr$;
- sr = écart-type, calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de répétabilité;
- RSDr = écart-type relatif, calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de répétabilité $((sr/X) \times 100)$, où X représente la moyenne des résultats pour tous les laboratoires et échantillons;
- 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 %); $R = 2,8 \times sR$;
- sR = écart-type, calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de reproductibilité;
- RSDR = écart-type relatif, calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de reproductibilité $((sR/X) \times 100)$.

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.

Patuline			
Teneur MUg/kg	RSDr (%)	RSDR (%)	Recuperation %
< 20	< ou = 30	< ou = 40	Entre 50 et 120
20 - 50	< ou = 20	< ou = 30	Entre 70 et 105
> 50	< ou = 15	< ou = 25	Entre 75 et 105

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 :

$RSDR = 2(1-0,5\log C)$ dans laquelle :

RSDR représente l'écart type relatif, calculé à partir des résultats obtenus dans des conditions de reproductibilité $((sR/X) \times 100)$;

C est le taux de concentration ($1 = 100 \text{ g}/100 \text{ g}$, $0,001 = 1 \text{ 000 mg/kg}$).

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 $x \pm U$, 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.