

# commission du codex alimentarius



ORGANISATION DES NATIONS  
UNIES POUR L'ALIMENTATION  
ET L'AGRICULTURE

ORGANISATION  
MONDIALE  
DE LA SANTÉ



# F

BUREAU CONJOINT: Viale delle Terme di Caracalla 00153 ROME Tél: +39 06 57051 www.codexalimentarius.net Email: codex@fao.org Facsimile: 39 06 5705 4593

Point 11 c de l'ordre du jour

CX/CF 08/2/10

Février 2008

## PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES COMITÉ DU CODEX SUR LES CONTAMINANTS DANS LES ALIMENTS

Deuxième Session

La Haye, Les Pays-Bas, 31 mars - 4 avril 2008

### AVANT-PROJET DE PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE POUR LA CONTAMINATION PAR LES AFLATOXINES DANS LES AMANDES, LES NOIX DU BRÉSIL, LES NOISETTES ET LES PISTACHES (N07-2004)

(A l'étape 3 de la procédure d'élaboration)

Les gouvernements et les organisations internationales sont invités à soumettre leurs observations sur le présent document au plus tard le 14 mars 2008, de préférence par courrier électronique, à l'attention de Mme Tanja Åkesson, Secrétariat néerlandais auprès du Comité du Codex sur les contaminants dans les aliments, télécopie: +31 70 3786141; courriel: [info@codexalimentarius.nl](mailto:info@codexalimentarius.nl) et d'en adresser une copie au Secrétaire de la Commission du Codex Alimentarius, Programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires, viale delle Terme di Caracalla, 00153 Rome, Italie (télécopie: + 39 06 5705 4593; courriel: [Codex@fao.org](mailto:Codex@fao.org)).

#### Historique

1. A sa 36<sup>ème</sup> session le Comité du Codex sur les additifs alimentaires et les contaminants (CCFAC) est convenu de débiter des travaux sur le développement de plans d'échantillonnage pour les aflatoxines présentes dans les amandes, les noix du Brésil, les noisettes et les pistaches, soumis à l'approbation de la Commission du Codex Alimentarius en tant que nouveaux travaux. Le Comité est également convenu qu'un groupe de travail dirigé par les Etats-Unis avec l'assistance de l'Argentine, du Brésil, de l'Iran, EC et INC préparerait les plans d'échantillonnage<sup>1</sup>. Lors de sa 27<sup>ème</sup> session, la Commission du Codex Alimentarius a approuvé l'élaboration du l'avant-projet des plans d'échantillonnage pour la contamination par les aflatoxines des amandes, des noix du Brésil, des noisettes et des pistaches en tant que nouvelle activité du Comité (N07-2004).<sup>2</sup>
2. Le CCFAC, lors de sa 37<sup>ème</sup> session, a examiné un avant-projet de plan d'échantillonnage pour la contamination par les aflatoxines dans les amandes, les noix du Brésil, les noisettes et les pistaches et a noté que les données pour les noisettes avaient été soumises et qu'une activité supplémentaire sur le plan d'échantillonnage dépendait d'un niveau maximal et des informations additionnelles sur la répartition de l'aflatoxine dans les pistaches et les noix du Brésil (fruits entiers /décortiqués)<sup>3</sup>.
3. Le Comité a renvoyé l'avant-projet de plan d'échantillonnage à l'étape 2 et est convenu de charger le Groupe de travail électronique, présidé par les Etats-Unis, de réviser le document sur la base de nouvelles informations qui seront communiquées ultérieurement, pour distribution et observations à l'étape 3 et examen à sa session suivante<sup>4</sup>.

<sup>1</sup> ALINORM 04/27/12 .para.149.

<sup>2</sup> ALINORM 04/27/41, para. 88 et AnnexeVI.

<sup>3</sup> ALINORM 05/28/12, para. 143.

<sup>4</sup> ALINORM 05/28/12, para. 144.

4. Lors de sa 38<sup>ème</sup> session le CCFAC a examiné un plan d'échantillonnage révisé fondé sur des données relatives aux amandes et aux noisettes en utilisant un test d'échantillonnage unique de 20 kg avec une limite d'acceptation/de rejet de 15 ng/g. Le Comité est convenu d'élaborer plus avant l'avant-projet de plan d'échantillonnage une fois qu'une limite maximale aurait été établie. Le Comité est convenu de maintenir l'avant-projet de plan d'échantillonnage à l'étape 4 en attendant les résultats du document de travail sur les limites maximales des aflatoxines dans les arbres à fruits à coque<sup>5</sup>.
5. Le Comité du Codex sur les contaminants dans les aliments (CCCF) lors de sa première session a discuté de ce point et est convenu que l'avant-projet de plan d'échantillonnage pour la contamination par les aflatoxines dans les amandes, les noix du Brésil, les noisettes et les pistaches soit retourné à l'étape 2 pour reformulation par un groupe de travail électronique, dirigé par les Etats-Unis, pour distribution à l'étape 3 et examen à l'étape 4 lors de la prochaine session du Comité. Le Comité est également convenu que le document de travail à examiner lors de sa prochaine session devrait contenir un avant-projet de plan d'échantillonnage révisé ainsi qu'un texte explicatif en soutien de l'examen de l'avant-projet de plan d'échantillonnage<sup>6</sup>.
6. Ce document contient le rapport du groupe de travail électronique (paragraphe 7 - 15), la recommandation (paragraphe 16) ainsi que l'avant-projet de plan d'échantillonnage (Appendice I). Une liste des participants au groupe de travail électronique est jointe en tant qu'Appendice II.

### Rapport du groupe de travail électronique

7. Parce que les aflatoxines sont considérées comme étant génotoxiques et cancérigènes envers les humains, il n'est pas possible d'identifier une dose sans risque. Environ 100 pays ont établi des limites maximales pour l'aflatoxine dans les aliments et les produits d'alimentation pour animaux<sup>7</sup>. Les limites sont appliquées au point d'import et ou au niveau du marché/de la vente au détail. Les lots en gros sont échantillonnés pour l'aflatoxine afin de déterminer si la concentration du lot est au dessus ou en dessous de la limite maximale. Si la concentration de l'échantillon est moindre ou égale au niveau maximal, le lot est accepté dans le commerce. Sinon le lot est rejeté et soumis à un traitement supplémentaire avant de pouvoir être mis dans le commerce.
8. Il est difficile d'avoir une estimation précise de la vraie concentration du lot à cause de la répartition extrême parmi les particules contaminées dans le lot. Des recherches ont démontré qu'un petit pourcentage des particules dans le lot est contaminé et que le niveau de contamination sur les particules individuelles peut varier de niveaux bas à des concentrations extrêmement élevées<sup>8</sup>. Il est important de pouvoir détecter les 'hot spots' isolés de contamination, et il est par conséquent nécessaire de prendre un grand nombre de petits échantillons supplémentaires dans différents lieux distribués à travers la cargaison afin d'obtenir un échantillon représentatif.
9. Un plan d'échantillonnage d'aflatoxine est défini par une procédure d'essai d'aflatoxine et une limite d'acceptation/de rejet. La limite d'acceptation/de rejet est une valeur de seuil qui est généralement égale à la limite maximale. La procédure de testage pour les arbres à fruits à coque consiste en un échantillonnage, une préparation d'échantillon et des étapes analytiques. Suite à l'incertitude qui est associée à chaque étape, la concentration réelle d'aflatoxine d'un lot en vrac ne peut pas être déterminée avec 100% de certitude. En conséquence, il existe une chance que certains lots avec des concentrations plus grandes que la limite maximale soient acceptés par le plan d'échantillonnage et que certains lots avec des concentrations en dessous du niveau maximal soient rejetés par le plan d'échantillonnage. La performance (risques de mauvaise classification des lots) d'un plan d'échantillonnage dépend en partie de l'importance de l'incertitude associée à chaque étape de la procédure d'essai sur l'aflatoxine et peut être décrite par une courbe d'efficacité.

---

<sup>5</sup> ALINORM 06/29/12, paragraphes 124-126 et para.129.

<sup>6</sup> ALINORM 07/30/41, para. 62.

<sup>7</sup> FAO, Document 81 sur l'alimentation et la nutrition, 2003

<sup>8</sup> Cucullu, A., Lee, L., Mayne, R., and Goldblatt, L. 1966. Détermination des aflatoxines dans les cacahouètes individuelles et les sections sur les cacahouètes. J. American Oil Chemists Society, 43:89-92.

10. Le groupe de travail électronique sur l'échantillonnage recommande que les plans d'échantillonnage de l'aflatoxine pour les quatre fruits à coque, à savoir les amandes, les noisettes, les pistaches et les noix du Brésil soient basés sur la mesure d'incertitude et la distribution parmi les résultats de test d'échantillonnage pour chaque fruit à coque. A partir des informations sur l'incertitude et les données distributionnelles, la performance des plans d'échantillonnage peut être évaluée, ce qui aidera le groupe de travail électronique à désigner les plans d'échantillonnage de l'aflatoxine pour chaque fruit à coque.
11. Les USA, la Turquie, l'Iran et le Brésil sont convenus de conduire des études d'échantillonnage afin de déterminer l'incertitude et la distribution parmi les résultats de l'échantillonnage d'essai pour respectivement les amandes, les noisettes, les pistaches et les noix du Brésil. Les données d'échantillonnage ont été développées pour les amandes, les noisettes et les pistaches. Les données d'échantillonnage pour les noix du Brésil seront disponibles pour une analyse statistique à une date ultérieure.
12. A partir des données d'incertitude et distributionnelle, les chances d'accepter (ou de rejeter) un lot à une concentration d'aflatoxine donnée peut être prévue pour la conception d'un plan d'échantillonnage spécifique (taille de l'échantillon de laboratoire, méthode de préparation d'échantillon (taille de la particule et taille de la prise d'essai), méthode analytique et limite maximale. La performance d'un plan d'échantillonnage est décrite par une courbe d'efficacité (OC).
13. Les résultats des études d'échantillonnage conduites jusqu'à maintenant, avec les exemples de l'effet de diverses tailles d'échantillon de laboratoire, le nombre d'échantillons de laboratoire ainsi que les limites maximales sur la performance des plans d'échantillonnage pour chaque fruit à coque peuvent être consultés sur le site Web suivant : <http://www5.bae.ncsu.edu/usda/www/ResearchActDocs/treenutwg.html>
14. Un plan d'échantillonnage d'aflatoxine doit assurer la sécurité du consommateur en retirant effectivement les lots contaminés du marché. Toutefois, cela doit être compensé par les coûts rattachés à un commerce réduit. Il existe des bénéfices au fait de minimiser les risques de lots mal classés à la fois pour la sécurité du consommateur et le commerce. Les courbes d'efficacité indiquées sur le site Web sont destinées à aider le groupe de travail électronique d'échantillonnage à définir un plan d'échantillonnage qui fournira une balance entre les restrictions de minimisation du commerce et la maximalisation de la protection du consommateur.
15. Les définitions de différents termes critiques dans l'avant-projet de plan d'échantillonnage sont indiquées dans l'ANNEXE I.

### **Recommandation du groupe de travail électronique**

16. La recommandation du groupe de travail électronique est comme suit :
  - Le Groupe de travail électronique a proposé un plan d'échantillonnage d'aflatoxines pour les amandes, les noisettes et les pistaches prêtes à consommer et ces trois fruits à coques sont destinés à un traitement ultérieur. Vu qu'une limite maximale n'a pas encore été définie, les plans d'échantillonnage ont été conçus en supposant des niveaux maximaux de 8 et 15ng/g d'aflatoxines totales pour respectivement les fruits à coque prêts à consommer (RTE) et destinés à un traitement ultérieur (DFP). Ces deux limites maximales reflètent les discussions actuelles dans le CCCF. Les courbes d'efficacité ont été calculées pour décrire la performance des deux plans d'échantillonnage. La sélection d'un échantillon, la préparation de l'échantillon et les méthodes analytiques ont été proposées afin d'assister les membres du CCCF à implanter les deux plans d'échantillonnage d'aflatoxines. Les plans d'échantillonnage seront développés pour les noix du Brésil lorsque les études d'échantillonnage auront été conclues.
  - En conséquence, le Groupe de travail électronique est convenu de proposer des amendements au titre du document comme suit : "Avant-projet de plans d'échantillonnage d'aflatoxines pour la contamination par les aflatoxines dans les fruits à coque prêts à consommer et les fruits à coque destinés à un traitement ultérieur: amandes, noisettes, pistaches et noix du Brésil.

- Le groupe de travail remarque que lors de sa première session, le Comité sur les contaminants dans les aliments est convenu que l'avant-projet de plan d'échantillonnage pour la contamination par les aflatoxines devrait couvrir les amandes, les noisettes, les pistaches et les noix du Brésil. Actuellement, les études d'échantillonnage afin de déterminer l'incertitude et la distribution relatives aux noix du Brésil sont en cours et les données seront introduites dans ce document lorsqu'elles seront disponibles. En outre, le groupe de travail note que tandis que les limites maximales de 8 et 15 ng/g pour respectivement les amandes, les noisettes, et les pistaches prêtes à consommer et celles destinées à un traitement ultérieur, ont été utilisées afin de concevoir l'avant-projet de plan d'échantillonnage, le plan d'échantillonnage final dépendra des limites maximales finales sélectionnées étant donné que le plan d'échantillonnage est étroitement lié à la limite maximale.

**“AVANT-PROJET DE PLANS D’ÉCHANTILLONNAGE POUR LA CONTAMINATION PAR LES AFLATOXINES DANS LES FRUITS A COQUES PRÊTS A CONSOMMER ET LES FRUITS A COQUE DESTINÉS A UN TRAITEMENT ULTÉRIEUR : AMANDES, NOISETTES, PISTACHES ET NOIX DU BRÉSIL”**

**i. Considérations relatives au projet de dessin de plan d’échantillonnage**

1. Les importateurs peuvent catégoriser les fruits à coque soit en tant que « prêts à consommer » (RTE) ou « destinés à un traitement ultérieur » (DFP). En conséquence, les limites maximales et les plans d’échantillonnage sont proposés tous les deux pour les types commerciaux de fruits à coque. Les limites maximales doivent être définies pour les fruits à coque destinés à un traitement ultérieur et pour les fruits à coque prêts à consommer avant qu’une décision finale ne puisse être prise à propos du dessin du plan d’échantillonnage.
2. Les fruits à coque peuvent être commercialisés soit en tant que noix en coque soit en tant que noix écalées. Par exemple, les pistaches sont commercialisées en tant que noix en coque alors que les amandes sont commercialisées de façon prédominante en tant que noix écalées. Si un échantillon de laboratoire de noix en coque est sélectionné du lot, les tailles des échantillons de laboratoire devraient refléter l’augmentation de la masse de la coque. Des informations à propos du rapport de masse de la cosse de l’amande pour chaque fruit à coque et variété de fruit à coque sont requises.
3. Les statistiques d’échantillonnage, indiquées dans l’ANNEXE I sont basées sur l’incertitude et la distribution de l’aflatoxine parmi les échantillons de laboratoire des noix en coque. Parce que le dénombrement des noix écalées par kg est différent pour chacun des trois fruits à coque, la taille de l’échantillon de laboratoire est exprimée en nombre de noix à des fins statistiques. Toutefois, le dénombrement des noix écalées par kg pour chaque fruit à coque, indiqué dans l’ANNEXE II peut être utilisé afin de convertir la taille de l’échantillon de laboratoire à partir du nombre de noix en masse et vice versa.
4. Des estimations incertaines associées au échantillon, la préparation de l’échantillon et de l’analyse, indiquées dans l’ANNEXE II ainsi que la distribution<sup>9</sup> binomiale négative sont utilisées afin de calculer des courbes d’efficacité (OC) de test qui décrivent la performance des plans d’échantillonnage proposés d’aflatoxine (ANNEXE III). Les noix du Brésil seront évaluées une fois que les études auront été complétées. Dans l’ANNEXE II, l’écart analytique reflète un écart-type relatif de reproductibilité de 22%, qui est suggéré par Thompson et qui est fondé sur les données du schéma de l’évaluation de la performance de l’analyse des aliments (FAPAS)<sup>10</sup>. Un écart-type relatif de 22% est considéré par FAPAS comme une mesure appropriée du meilleur accord qui peut être obtenu de façon fiable entre les laboratoires. Une incertitude analytique de 22% est plus large que la variation au sein du laboratoire mesurée dans des études d’échantillonnage pour les trois fruits à coque. L’incertitude analytique au sein du laboratoire pour chaque fruit à coque peut être trouvée sur le site Web <http://www5.bae.ncsu.edu/usda/www/ResearchActDocs/treenutwg.html>.
6. La question de la correction du résultat du test analytique pour la recouvrement n’est pas indiquée dans ce document. Toutefois, le tableau 2 indique différents critères de performance pour les méthodes analytiques y compris les suggestions pour la série de taux de recouvrement acceptables.

**ii. Procédure d’essai de l’aflatoxine et les niveaux maximaux**

7. Un plan d’échantillonnage d’aflatoxine est défini par une procédure d’essai d’aflatoxine et un niveau maximal. Une valeur pour la limite maximale proposée ainsi que la procédure d’essai de l’aflatoxine sont indiqués ci-dessous dans cette section.

<sup>9</sup> Whitaker, T., Dickens, J., Monroe, R., and Wiser, E. 1972. Comparaison de la répartition négative binomiale de l’aflatoxine dans les cacahouètes écalées à la répartition négative binomiale. J. American Oil Chemists’ Society, 49:590-593.

<sup>10</sup> Thompson, M. 2000. Tendances récentes dans la précision inter laboratoires à des concentrations ppb abd sub-ppb en relation au fitness pour les critères d’objectifs dans le testage de l’expertise. J. Royal Society of Chemistry, 125:385-386.

8. Les niveaux maximaux pour les fruits à coque (amandes, noisettes et pistaches) “destinés à un traitement ultérieur” et “prêts à consommer” sont toujours en examen auprès du Comité. Aux fins du projet de plan d'échantillonnage, les limites maximales de 8 et de 15 ng/g relative à l'aflatoxine totale pour respectivement les fruits à coque prêts à consommer et ceux destinés à un traitement ultérieur, sont proposés parce que les niveaux sont actuellement soumis à discussion en ce qui concerne les amandes, les noisettes et les pistaches. Le niveau maximum pour les noix du Brésil sera introduit ultérieurement après sa définition par le CCCF.
9. Si CCCF convient de niveaux maximaux autres que ceux utilisés dans ce document de travail, les dessins du plan d'échantillonnage seront révisés conformément aux nouveaux niveaux maximaux et les courbes d'efficacité dans l'ANNEXE III seront remplacées par les courbes d'efficacité représentant les nouveaux niveaux maximaux.
10. Le choix du nombre et de la taille de l'échantillon de laboratoire constitue un compromis entre les risques de minimalisation (faussement positifs et faussement négatifs) et les coûts relatifs au échantillon et la restriction du commerce. Pour simplifier, il est recommandé que l'échantillonnage proposé d'aflatoxine utilise un échantillon unique de laboratoire de 20 kg pour les trois fruits à coque. Parce que les pistaches sont commercialisées de façon prédominante en coque et ont le dénombrement de noix écalées par kg le plus élevé (ANNEXE II), il est recommandé que l'échantillon de laboratoire de la pistache reflète 20 kg des noix en coque tandis que les échantillons de laboratoire de l'amande et de la noisette reflète 20 kg des noix écalées. L'emploi d'un échantillon de laboratoire unique de 20 kg représente un compromis entre un coût élevé de fruits à coque, partage les risques entre l'exportateur (faussement positif) et l'importateur (faussement négatif) (ANNEXE IV), peut être facilement manipulé par le personnel du port et est conforme à la taille de l'échantillon de laboratoire utilisé par le plan d'échantillonnage de l'aflatoxine du Codex pour les arachides destinées à un traitement ultérieur.
11. Les deux plans d'échantillonnage (prêt à consommer et destiné à un traitement ultérieur) ont été conçus pour la mise en application et les contrôles concernant les aflatoxines totales dans les cargaisons en vrac (lots) des fruits à coque commercialisés dans le marché de l'export.

#### Fruits à coque destinés à un traitement ultérieur

niveau maximal- 15 ng/g d'aflatoxine totale

Nombre d'échantillons de laboratoire -1

Taille de l'échantillon de laboratoire -20 kg

Amandes-noix écalées

Noisettes-noix écalées

Pistaches- noix en coque (10 kg de noix écalées)

Préparation de l'échantillon – broiement à sec avec mélangeur à couteaux vertical type concasseur et 50 g de prise d'essai.

Méthode analytique- basée sur la performance (voir tableau 2)

Règle de décision- Si le résultat du test d'aflatoxine est en -dessous ou égal à 15 ng/g d'aflatoxine totale, alors le lot doit être accepté. Sinon, il faut rejeter le lot.

La courbe d'efficacité décrivant la performance du plan d'échantillonnage pour les trois fruits à coque destinés à un traitement ultérieur est indiquée dans l'ANNEXE III.

#### Fruits à coque prêts à consommer

Niveau maximal- 8ng/g d'aflatoxine totale

Nombre d'échantillons de laboratoire -1

Taille de l'échantillon de laboratoire -20 kg

Amandes-noix écalées

Noisettes-noix écalées

Pistaches- noix en coque (10 kg de noix écalées)

Préparation de l'échantillon – broiement à sec avec mélangeur à couteaux vertical type concasseur et 50 g de prise d'essai.

Méthode analytique- basée sur la performance (voir tableau 2)

Règle de décision- Si le résultat du test d'aflatoxine est en -dessous ou égal à 8 ng/g d'aflatoxine totale, alors le lot doit être accepté. Sinon, il faut rejeter le lot.

La courbe d'efficacité décrivant la performance du plan d'échantillonnage pour les trois fruits à coque destinés à un traitement ultérieur est indiquée dans l'ANNEXE III.

Note : Les courbes d'efficacité décrivant la performance des plans d'échantillonnage pour les niveaux maximaux autres que 8 et 15 ng/g d'aflatoxine totale et les tailles d'échantillon autre que 20 kg peuvent être consultés sur le site Web <http://www5.bae.ncsu.edu/usda/www/ResearchActDocs/treenutwg.html>.

12. Pour assister l'implantation des pays membres, ces deux plans d'échantillonnage du Codex, les méthodes de sélection de l'échantillonnage, les méthodes de préparation de l'échantillonnage ainsi que les méthodes analytiques requis afin de quantifier l'aflatoxine dans les échantillons de laboratoire extraits des lots en vrac de fruits à coque sont décrits dans les sections suivantes.

### iii. Sélection d'échantillon

#### Matériel à échantillonner

13. Chaque lot qui a besoin d'être examiné pour l'aflatoxine, doit être échantillonné séparément. Les lots plus larges que 20 tonnes devraient être sous divisés en sous lots afin d'être échantillonnés séparément. Si un lot est plus grand que 20 tonnes, le nombre de sous lots est égal au poids du lot en tonnes divisé par 20 tonnes. Il est recommandé qu'un lot ou un sous lot n'exède les 20 tonnes.
14. En prenant en compte le fait que le poids du lot n'est pas toujours un multiple exact de 20 tonnes de sous lots, le poids du sous lot peut excéder le poids mentionné avec un maximum de 25%.
15. Des échantillons devraient être extraits du même lot, c'est-à-dire qu'ils devraient avoir le même code de lots ou au moins le même code avant la date. Tout changement qui affecterait le contenu en mycotoxine, la détermination analytique ou rendrait les échantillons globaux collectés non représentatifs devrait être évité. Par exemple, n'ouvrez pas un emballage dans des conditions climatiques néfastes ou n'exposez pas les échantillons exposés à une moisissure excessive ou à la lumière du jour. Evitez la contamination croisée à partir d'autres cargaisons à proximité consignées et potentiellement contaminées.
16. Dans la plupart des cas tout camion ou conteneur doit être déchargé afin d'autoriser l'échantillonnage représentatif à être exécuté.

#### Sélection d'échantillon supplémentaire

17. Les procédures utilisées afin d'extraire des échantillons supplémentaires d'un fruit à coque sont très importantes. Chaque noix individuelle dans le lot a une chance égale d'être sélectionnée. Des erreurs systématiques seront introduites par les méthodes de sélection d'échantillon si l'équipement et les procédures utilisées afin de sélectionner les échantillons supplémentaires prohibent ou réduisent les chances de tout objet dans le lot d'être choisi.
18. Vu qu'il n'existe pas de façon de savoir si les cosses des fruits à coque contaminées sont dispersées de façon uniforme à travers le lot, il est essentiel que l'échantillon global constitue l'accumulation de beaucoup de petits échantillons supplémentaires du produit sélectionné à partir de différentes localités à travers le lot. Si l'échantillon global est plus large que désiré, il devrait être mélangé et subdivisé jusqu'à ce que la taille de l'échantillon de laboratoire soit atteint.

#### Nombre d'échantillons supplémentaires pour les lots de poids divers.

19. Le nombre et la taille de/des échantillon(s) de laboratoire ne varieront pas avec la taille des lots (sous lots). Toutefois le nombre et la taille de/des échantillon(s) supplémentaires varieront avec la taille du lot (sous lot) Basé sur les recommandations formulées dans le tableau 1, le taux d'échantillonnage supplémentaire est un échantillon supplémentaire par 200 kg lorsque 100 échantillons supplémentaires doivent être extraits d'un lot de 20 000 kg (sous lot).
20. Le nombre d'échantillons supplémentaires extraits d'un lot (sous lot) dépend du poids du lot. Le tableau 1 peut être utilisé afin de déterminer le nombre d'échantillons supplémentaires à extraire des lots et des sous lots de différentes tailles au-dessous de 20 tonnes. Le nombre d'échantillons supplémentaires varie d'un minimum de 10 jusqu'à un maximum de 100.

Tableau 1. Le nombre et la taille des échantillons supplémentaires composés d'un échantillon global de 20 kg<sup>a</sup> en tant que fonction du poids du lot (ou sous-lot)

| Poids <sup>b</sup> du lot ou du sous lot (T= tonnes) | Nombre minimal d'échantillons supplémentaires | Taille <sup>c</sup> minimale de l'échantillon supplémentaire (g) | Taille minimale de l'échantillon global (kg) |
|--|---|--|--|
| <1   | 10  | 2.000  | 20   |
| 1≤T<5  | 25  | 800  | 20   |
| 5≤T<10   | 50  | 400  | 20   |
| 10≤T<15  | 75  | 267  | 20   |
| 15≤T   | 100   | 200  | 20   |

a/Taille de l'échantillon global minimal= taille de l'échantillon de laboratoire de 20 kg.

b/ 1 Tonne = 1000 kg

c/ Taille de l'échantillon global minimal = taille de l'échantillon de laboratoire de 20 kg)/nombre minimal d'échantillons supplémentaires, c'est-à-dire pour T< 1 tonne, 2000 g = 20000/10

#### Poids de l'échantillon supplémentaire

21. Le poids minimum suggéré de l'échantillon supplémentaire devrait être approximativement de 200 grammes pour les lots de 20 tonnes métriques (20000 kg). Le nombre et/ou la taille des échantillons supplémentaires devront être plus larges que ce qui est suggéré dans le tableau 1 pour les tailles de lots au dessous de 20000 kg afin d'obtenir un échantillon global plus grand ou égal à l'échantillon de laboratoire de 20 kg.

#### Lots statiques

22. On entend par lot statique une grande masse de fruits à coque contenue soit dans un seul grand conteneur comme un wagon, un camion ou un autorail, ou dans de nombreux petits conteneurs tels que des sacs ou des boîtes, les arachides étant statiques au moment où l'échantillon est collecté. Collecter un échantillon véritablement aléatoire dans un lot statique peut être difficile car il est parfois impossible d'avoir accès à tous les fruits à coque dans certains conteneurs.
23. Prélever un échantillon global dans un lot statique exige habituellement l'emploi de sondes pour collecter le produit dans le lot. Les sondes utilisées devraient être spécialement conçues en fonction du produit et du type de conteneur. La sonde 1) devrait être assez longue pour atteindre tout le produit, 2) ne devrait exclure aucun élément du lot de la collecte, et 3) ne devrait pas altérer les éléments du lot. Comme mentionné ci-dessus, l'échantillon global devrait être un mélange de nombreux petits fragments de produit pris en différents points du lot.
24. Pour les lots commercialisés sous emballages individuels, la fréquence d'échantillonnage (SF), ou le nombre de paquets dans lesquels les échantillons supplémentaires sont prélevés, est fonction du poids du lot (LT), du poids de l'échantillon supplémentaire (IS), du poids de l'échantillon global (AS) et du poids d'un paquet individuel (IP), comme suit:

$$\text{Equation 1: } SF = (LT \times IS) / (AS \times IP).$$

25. La fréquence d'échantillonnage (SF) est le nombre de paquets échantillonnés. Tous les poids doivent être exprimés dans les mêmes unités de masse, par exemple en kilogrammes.

#### Lots dynamiques

26. Les échantillons globaux représentatifs peuvent être produits plus facilement en sélectionnant des échantillons supplémentaires à partir d'un flux continu de fruits à coques lorsque le lot est transféré d'un endroit à un autre. Lorsqu'on prélève des échantillons dans un flux, il faut prendre de petits fragments de produit sur toute la longueur du flux et mélanger échantillons supplémentaires pour obtenir un échantillon global; si l'échantillon global est plus gros que l'/les échantillons requis au laboratoire, il faut mélanger et subdiviser cet échantillon pour obtenir l'échantillon de laboratoire(s) de la taille requise



27. Des dispositifs d'échantillonnage automatique tels qu'un échantillonneur à taille croisée sont vendus dans le commerce, dotés de compte minutes, qui effectuent automatiquement des prélèvements dans le flux à intervalles préétablis et réguliers. Quand on ne dispose pas d'équipement automatique, on peut charger quelqu'un de passer manuellement une palette dans le flux à intervalles réguliers pour collecter des échantillons supplémentaires. Que l'on utilise des méthodes automatiques ou des méthodes manuelles, des échantillons supplémentaires devraient être recueillis et mélangés à intervalles fréquents et réguliers dans tout le flux d'arachides après le point d'échantillonnage.
28. Les échantillonneurs à taille croisée devraient être installés de la manière suivante: 1) le plan de l'ouverture du dispositif doit être perpendiculaire à la direction du flux, 2) le dispositif doit passer à travers toute la section du flux; et 3) l'ouverture devrait être assez large pour pouvoir collecter tous les éléments intéressants du lot. En règle générale, la largeur de l'ouverture du dispositif doit être d'environ trois fois les dimensions les plus larges des éléments du lot.
29. La taille de l'échantillon global (S) en kg, prélevé dans un lot par un dispositif d'échantillonnage est la suivante:
- Equation 2:  $S = (D \times LT) / (T \times V)$ ,
- Où D est la largeur de l'ouverture du dispositif (en cm), LT est le poids du lot (en kg), T est l'intervalle ou le temps qui s'écoule entre les prélèvements dans le flux (en secondes) et V est la vitesse (en cm/sec) du dispositif.
30. Si le débit massique du flux, MR (kg/sec), est connu, la fréquence d'échantillonnage (SF), ou le nombre de prélèvements effectués par le dispositif d'échantillonnage automatique peut être calculé à partir de l'équation 3 en tant que fonction de S, V, D, et MR.
- Equation 3 :  $SF = (S \times V) / (D \times MR)$ .
31. On peut aussi utiliser les équations 2 et 3 pour calculer d'autres éléments intéressants, tels que le temps qui s'écoule entre les prélèvements (T). Par exemple, le temps requis (T) entre les prélèvements pour obtenir un échantillon global de 20 kg sur un lot de 20 000 kg, si la largeur de l'ouverture du dispositif est de 5,0 cm et la vitesse du dispositif dans le flux de 30 cm/sec. Calcul de T dans l'équation 2:
- $T = (5.0 \text{ cm} \times 20,000 \text{ kg}) / (20 \text{ kg} \times 30 \text{ cm/sec}) = 250 \text{ sec}$ .
32. Si le lot se déplace à raison de 500 kg par minute, le lot entier passera à travers le dispositif en 40 minutes (2400 sec) et seulement 9.6 prélèvements (9 échantillons supplémentaires) seront effectués dans le lot (équation 3). Cela pourrait ne pas suffire, en ce sens que trop de produit (2,083.3 kg) passe à travers le dispositif entre chaque prélèvement à travers le flux.

#### Emballage et envoi d'échantillons

33. Chaque échantillon de laboratoire devra être placé dans un récipient propre et inerte offrant une protection adéquate contre la contamination, la lumière du jour, et contre tout dommage que pourrait subir l'échantillon pendant le transport. Toutes les précautions nécessaires devront être prises pour éviter tout changement dans la composition de l'échantillon de laboratoire qui pourrait survenir durant le transport ou l'entreposage. Les échantillons devraient être entreposés dans un endroit noir froid.

#### Fermeture et étiquetage des échantillons

34. A Chaque échantillon de laboratoire prélevé pour un usage officiel devra être hermétiquement fermé sur le lieu de l'échantillonnage et identifié. Il faudra enregistrer chaque échantillon afin que chaque lot puisse être identifié sans ambiguïté, indiquer la date et le lieu de l'échantillonnage ensemble et fournir toute information supplémentaire qui pourrait être utile à l'analyste.

### **iv. Préparation de l'échantillon**

#### Précautions

35. Durant la procédure, il faudrait éviter autant que possible la lumière du jour, étant donné que l'aflatoxine se décompose progressivement sous l'effet de la lumière ultraviolette. La température ambiante ainsi que l'humidité relative devraient être contrôlées et ne pas favoriser la croissance de la moisissure ainsi que la formation d'aflatoxine.

### Homogénéisation - Broyage

36. Les aflatoxines étant réparties de manière absolument non homogène, les échantillons de laboratoire doivent être homogénéisés en broyant l'échantillon entier reçu par le laboratoire. L'homogénéisation est une procédure qui réduit la taille de la particule et disperse les particules contaminées régulièrement à travers l'échantillon de laboratoire broyé.
37. L'échantillon doit être finement broyé et mélangé avec soin, à l'aide d'une méthode permettant d'obtenir un produit le plus homogène possible. Une homogénéisation complète implique que la taille de la particule est extrêmement petite et que la variabilité associée à la préparation de l'échantillon (ANNEXE II) approche le zéro.
38. L'utilisation d'un broyeur à marteau type hachoirs qui mélange et broie l'échantillon de laboratoire en une pâte représente un compromis sur les plans du coût et de la précision du broyeur ou la réduction de la taille de la particule<sup>11</sup>. Une meilleure homogénéisation (broiement plus fin) telle qu'un liquide chargé peut être obtenu si l'on utilise un équipement plus sophistiqué et devrait fournir l'écart de préparation d'échantillon le plus bas<sup>12</sup>.

### Prise d'essai

39. La taille recommandée de la prise d'essai obtenue de l'échantillon de laboratoire broyé devrait être approximativement de 50 grammes. Si l'échantillon de laboratoire est utilisé en utilisant une bouillie liquide, la bouillie devrait contenir 50 g de masse de noix.
40. Les procédures pour sélectionner la prise d'essai de 50 g à partir de l'échantillon de laboratoire broyé devraient être un procédé aléatoire. Si un mélange apparaît durant ou après le processus de broiement, la prise d'essai de 50 g peut être sélectionnée à partir de n'importe quelle localité à travers l'échantillon de laboratoire broyé. Sinon la prise d'essai de 50 g devrait être un emmagasinage de plusieurs petites portions sélectionnées d'un bout à l'autre de l'échantillon de laboratoire.
41. Il est suggéré que les trois prises d'essai soient sélectionnées à partir de chaque échantillon de laboratoire broyé. Les trois prises d'essai seront utilisées pour la mise en application, appel et confirmation si nécessaire.

## **v. Méthodes d'analyses**

### Généralités

42. On utilisera des méthodes critères qui comportent une série de critères de performance auxquelles la méthode d'analyse utilisée doit être conforme. Ce type d'approche présente l'avantage de ne pas obliger à fournir des détails spécifiques sur la méthode utilisée et permet donc de profiter des progrès de la méthodologie sans avoir à réexaminer ou à modifier la méthode spécifiée. Les critères de performance établis pour les méthodes devraient comprendre tous les paramètres que chaque laboratoire doit respecter tels que le seuil de détection, le coefficient de variation de la répétitivité (au sein du laboratoire), le coefficient de variation de la reproductibilité (parmi les laboratoires) et le taux de recouvrement nécessaires pour diverses restrictions statutaires. Les méthodes analytiques qui sont acceptées par les chimistes internationalement (comme AOAC) peuvent être utilisées. Ces méthodes sont régulièrement l'objet d'un suivi et d'une mise à jour en fonction des progrès technologiques.

### Critères de performance pour les méthodes d'analyse

43. Une liste de critères et de niveaux de performance est indiquée dans le tableau 2. En utilisant cette approche, les laboratoires seraient libres d'utiliser la méthode analytique la plus appropriée pour leurs installations.

---

<sup>11</sup> Ozay, G., Seyhan, F., Yilmaz, A., Whitaker, T., Slate, A., and Giesbrecht, F. 2006. Echantillonnage des noisettes pour l'aflatoxine: l'incertitude associée à l'échantillonnage, la préparation de l'échantillon et l'analyse. J Association Official Analytical Chemists, Int., 89:1004-1011.

<sup>12</sup> Spanjer, M., Scholten, J., Kastrup, S., Jorissen, U., Schatzki, T., Toyofuku, N. 2006. Broiement de l'échantillon pour l'analyse de la mycotoxine: concassement à sec ou mélange de suspension?, Additifs alimentaires et Contaminants, 23:73-83.

**Tableau 2: Spécifications auxquelles les méthodes d'analyse devraient satisfaire**

| Critères  | Marge de concentration (ng/g) | Valeur recommandée                              | Valeur maximale autorisée          |
|---|-------------------------------|---|------------------------------------|
| Blancs  | Tout                          | Insignifiant                                    | n/a                                |
|   | 1 à 15                        | 70 à 110%                                       | n/a                                |
| Recouvrement  | >15                           | 80 à 110%                                       | n/a                                |
| Précision ou déviation relative standard $RSD_R$ (reproductibilité) | 1 à 120                       | Equation 4 de Thompson                          | 2 x valeur obtenue de l'équation 4 |
| Précision ou déviation relative standard $RSD_r$ (reproductibilité) | >120                          | Equation 5 de Horowitz                          | 2 x valeur obtenue de l'équation 5 |
| Précision ou déviation relative standard $RSD_r$ (reproductibilité) | 1 à 120                       | Calculé en tant que 0,65 fois Précision $RSD_R$ | n/a                                |
| Précision ou déviation relative standard $RSD_r$ (reproductibilité) | >120                          | Calculé en tant que 0,66 fois Précision $RSD_r$ | n/a                                |

n/a = non applicable

44. Les seuils de détection des méthodes utilisées ne sont pas fixes. Seules les valeurs de fidélité sont données pour les concentrations souhaitées. Les valeurs de fidélité sont calculées suivant les équations 4 et 5 développées respectivement par Thompson<sup>13</sup> et Horwitz<sup>13</sup>.

Equation 4:  $RSD_R = 22.0$  (for  $C \leq 120$  ng/g or  $c \leq 120 \times 10^{-9}$ )

Equation 5:  $RSD_R = 2^{(1-0.5 \log c)}$  (for  $C > 120$  ng/g or  $c > 120 \times 10^{-9}$ )

où:

- $RSD_R$  = est l'écart type relatif calculé à partir des résultats donnés dans des conditions de reproductibilité
- $c$  = est le taux de concentration d'aflatoxine (c'est-à-dire 1 = 100g/100g, 0.001 = 1,000 mg/kg)
- $C$  = concentration d'aflatoxine ou masse d'aflatoxine à la masse des fruits à coque (c'est-à-dire ng/g)

45. Les équations 4 et 5 constituent des équations de fidélité généralisée qui sont indépendantes de la substance à analyser et de la matrice et ne dépend que de la concentration pour les méthodes d'analyse les plus répandues.

<sup>13</sup> Horwitz, W. and Albert, R. 2006. The Horwitz ratio (HorRat): Un index utile de la performance de la méthode avec un respect de la précision. J. Association of Official Analytical Chemists, Int., 89:1095-1109.

**DEFINITIONS**

**Lot** - quantité identifiable d'un produit alimentaire livré en une seule fois et qui, de l'avis de l'agent d'échantillonnage, présente des caractères communs, tels que l'origine, la variété, le type d'emballage, l'emballer, l'établissement d'emballage ou les marques.

**Sous-lot** - partie déterminée d'un gros lot sur laquelle sera appliquée la méthode d'échantillonnage. Chaque sous-lot doit être physiquement séparé et identifiable.

**Plan d'échantillonnage** - il est défini par une procédure d'essai d'aflatoxines et une limite d'acceptation/rejet. Cette procédure comprend trois étapes: collecte de l'échantillon, préparation de l'échantillon et quantification des aflatoxines. La limite d'acceptation/rejet est un seuil de tolérance habituellement égal à la limite maximale Codex

**Echantillon supplémentaire** – quantité de matériel prélevé en un point unique du lot ou du sous-lot.

**Echantillon global** - total associé de tous les échantillons supplémentaires provenant du lot ou du sous-lot. L'échantillon global doit être au moins aussi gros que l'échantillon de laboratoire ou que les échantillons associés.

**Echantillon de laboratoire** – la plus petite quantité de fruits à coque pulvérisés dans un broyeur. L'échantillon de laboratoire peut être une partie de l'échantillon global entier. Si l'échantillon global est plus grand que l'/les échantillon(s) de laboratoire, l'/les échantillon (s) de laboratoire doit/doivent être prélevé au hasard sur l'échantillon global.

**Prise d'essai** – partie de l'échantillon de laboratoire pulvérisé. L'échantillon de laboratoire entier doit être pulvérisé dans un broyeur. Une partie de cet échantillon est prélevée d'une manière aléatoire pour l'extraction de l'aflatoxine aux fins de l'analyse chimique. Selon la capacité du broyeur, l'échantillon global peut être divisé en plusieurs échantillons de même taille, si tous les résultats atteignent la moyenne.

**Fruits à coque prêts à consommer** – les noix qui sont destinées à subir un processus/traitement supplémentaire qui a prouvé réduire les niveaux d'aflatoxine.

**Les fruits à coque destinés à un traitement ultérieur**- les noix, qui sont destinées à subir une transformation/traitement supplémentaire, qui ont prouvé réduire les niveaux d'aflatoxine avant d'être utilisées en tant qu'ingrédient dans les denrées alimentaires, transformées autrement ou proposées à la consommation humaine. Les procédés qui ont prouvé réduire les niveaux d'aflatoxines sont l'écossage, le blanchiment suivi par l'assortiment de couleur et l'assortiment par gravité spécifique et couleur (dommages).

**Courbes d'efficacité (OC)**- un graphique de la probabilité de l'acceptation d'un lot versus concentration d'un lot lors de l'emploi d'un dessin de plan d'échantillonnage spécifique. La courbe d'efficacité fournit une estimation des bons lots rejetés (risque de l'exportateur) et des mauvais lots acceptés (risque de l'importateur) par un dessin de plan d'échantillonnage spécifique de l'aflatoxine.

## ANNEXE II

**Incertitude, ainsi que mesuré par l'écart, associé à l'échantillonnage, la préparation de l'échantillon et les étapes analytiques de la prise d'essai d'aflatoxine utilisée pour évaluer l'aflatoxine dans les amandes, les noisettes et les pistaches.**

Les données d'échantillonnage pour les amandes, les noisettes et les pistaches ont été fournies respectivement par les Etats-Unis, la Turquie et l'Iran.

Les estimations d'écart ainsi que la distribution binomiale négative<sup>12</sup> ont été utilisées afin de calculer les courbes d'efficacité pour chaque fruit à coque dans l'ANNEXE III. L'échantillonnage, la préparation de l'échantillon ainsi que les écarts analytiques avec le testage des amandes, des noisettes et des pistaches sont indiqués dans le tableau I ci-dessous.

Suite aux difficultés informatiques associées à l'emploi de la répartition binomiale négative aux courbes d'efficacité (OC) au chiffage informatique pour divers plans d'ébauche d'échantillonnage, l'effet de différentes tailles d'échantillon de laboratoire, de différents nombres d'échantillons de laboratoire ainsi que de différentes limites maximales sur la performance (courbes d'efficacité) des plans d'ébauche d'échantillonnage est fourni à l'adresse du site Web <http://www5.bae.ncsu.edu/usda/www/ResearchActDocs/treenutwg.html>.

Tableau 1. Ecarts<sup>a</sup> associés à la prise d'essai d'aflatoxine pour chaque fruit à coque.

| Prise d'essai                            | Amandes                              | Noisettes                           | Pistaches                           |
|--|--------------------------------------|-------------------------------------|-------------------------------------|
| Echantillonnage <sup>b,c</sup>           | $S_s^2 = (7,730/ns)5.759C^{1.561}$   | $S_s^2 = (10,000/ns)4.291C^{1.609}$ | $S_s^2 = 8,000/ns)7.913C^{1.475}$   |
| Prép <sup>d</sup> échantill <sup>d</sup> | $S_{sp}^2 = (100/nss)0.170C^{1.646}$ | $S_{sp}^2 = (50/nss)0.021C^{1.545}$ | $S_{sp}^2 = (25/nss)2.334C^{1.522}$ |
| Analytique <sup>e</sup>                  | $S_a^2 = (1/na)0.0484C^{2.0}$        | $S_a^2 = (1/na)0.0484C^{2.0}$       | $S_a^2 = (1/na)0.0484C^{2.0}$       |
| Ecart total                              | $S_s^2 + S_{sp}^2 + S_a^2$           | $S_s^2 + S_{sp}^2 + S_a^2$          | $S_s^2 + S_{sp}^2 + S_a^2$          |

a/ Ecart =  $S^2$  (s, sp, et une présentation d'échantillonnage, préparation de l'échantillon, et étapes analytiques respectivement de la prise d'essai de l'aflatoxine)

b/ ns = Taille de l'échantillon de laboratoire en nombre de noix écalées, nss = taille de la prise d'essai en grammes, na = nombre d'aliquotes quantifiées par HPLC, et C = concentration d'aflatoxine dans ng/g total en aflatoxine.

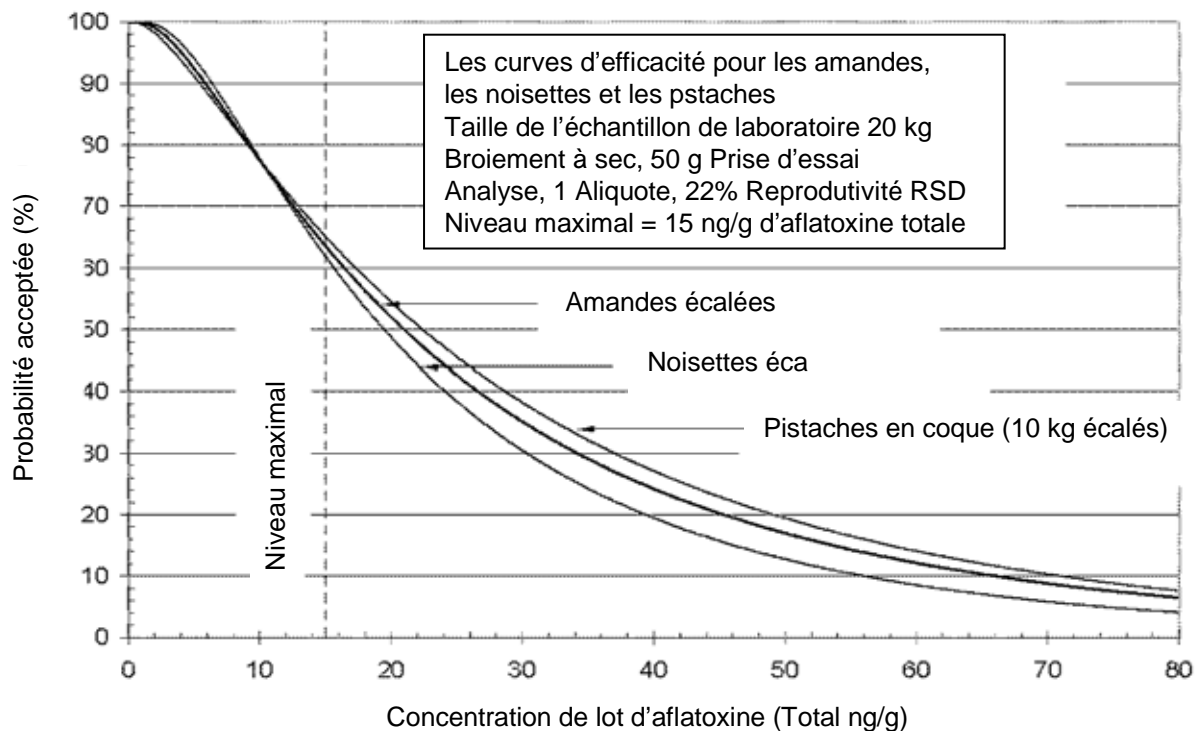
c/ Dénombrer de noix écalées/kg pour respectivement les amandes, les noisettes et les pistaches est 773, 1000, et 1600.

d/ La préparation d'échantillon pour les amandes, les noisettes et les pistaches reflètent Hobart, Robot Coupe, et Marjaan Khatman type concasseur respectivement. Les échantillons de laboratoire étaient broyés à sec en une pâte pour chaque fruit à coque.

Les écarts analytiques reflètent la recommandation FAPAS pour la limite supérieure de l'incertitude de reproductibilité analytique. Un écart-type relatif de 22% est considéré par Thompson<sup>13</sup> (fondé sur les données de FAPAS) comme une mesure appropriée du meilleur accord qui peut être obtenu entre les laboratoires. Une incertitude analytique de 22% est plus large que la variation au sein du laboratoire mesurée dans des études d'échantillonnage pour les trois fruits à coque.

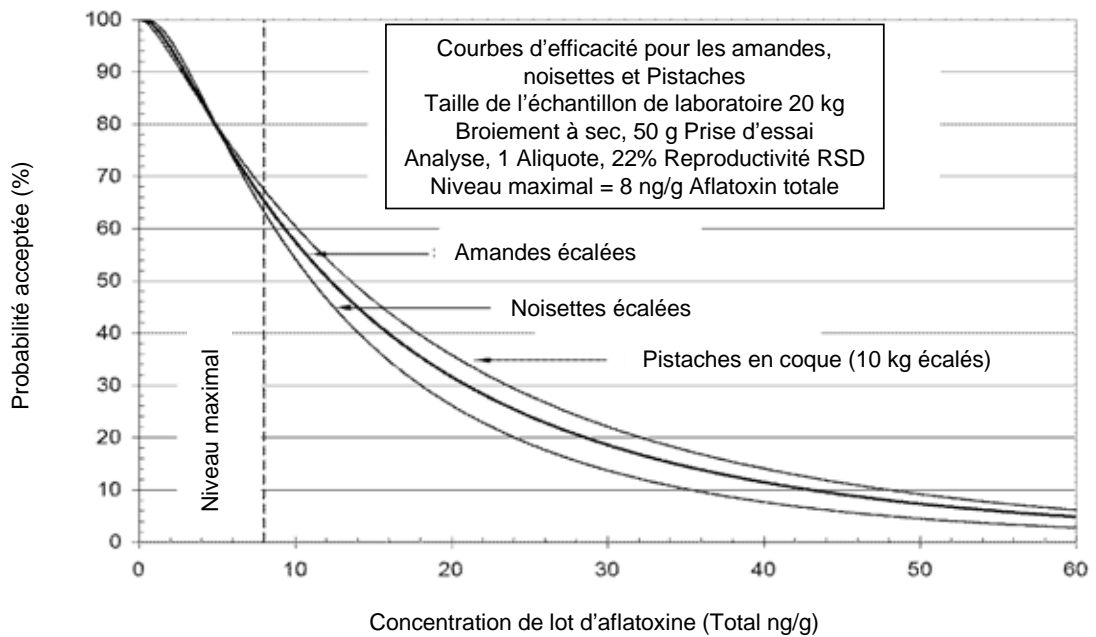
**Courbes d'efficacité décrivant la performance du projet des plans d'échantillonnage d'aflatoxines pour les amandes, les noisettes et les pistaches.**Fruits à coque destinés à un traitement ultérieur

La courbe caractéristique d'efficacité décrit la performance du plan d'échantillonnage de l'aflatoxine pour les amandes, les noisettes et les pistaches destinées à un traitement ultérieur en utilisant un échantillon unique de 20 kg et un niveau maximal de 15 ng/g d'aflatoxine totale. La courbe caractéristique d'efficacité reflète les incertitudes qui sont liées à un échantillon de laboratoire de 20 kg de noix écalées pour les amandes et les noisettes ainsi qu'un échantillon de laboratoire de 20 kg de noix à coque (10kg de noix écalées) pour les pistaches, passé dans un broyeur à couteau vertical, prise d'essai de 50 g et quantification de l'aflatoxine dans la prise d'essai par HPLC.



Fruits à coque prêts à être consommés

La courbe caractéristique d'efficacité décrit la performance du plan d'échantillonnage de l'aflatoxine pour les amandes, les noisettes et les pistaches prêtes à la consommation en utilisant un échantillon unique de 20 kg et un niveau maximal de 8 ng/g d'aflatoxine totale. La courbe caractéristique d'efficacité reflète les incertitudes qui sont liées à un échantillon de laboratoire de 20 kg de noix écalées pour les amandes et les noisettes ainsi qu'un échantillon de laboratoire de 20 kg de noix à coque (10kg de noix écalées) pour les pistaches, passé dans un broyeur à couteau vertical, prise d'essai de 50 g et quantification de l'aflatoxine dans la prise d'essai par HPLC.



## ANNEXE IV

**Effet de l'emploi du proposé « prêt à consommer » (RTE) et « destiné à un traitement ultérieur 5DFP) des plans d'échantillonnage d'aflatoxines sur le nombre de lots acceptés et rejetés, le nombre de lots mal classés (faussement positifs et faussement négatifs) et la quantité d'aflatoxine retirée du commerce.**

- A. Une courbe d'efficacité indique la probabilité ou le pourcentage de lots acceptés et rejetés à une concentration du lot spécifique par un plan d'ébauche d'échantillonnage d'aflatoxine donné. La probabilité de l'acceptation et du rejet des lots à une concentration de lot spécifique peut être convertie en nombre de lots acceptés ou rejetés si la répartition de l'aflatoxine parmi les concentrations de lots (répartition du lot) est connue<sup>14</sup>.
- B. A partir des données d'échantillonnage d'aflatoxine fournies par l'industrie pour les amandes aux Etats-Unis pour 1496 lots échantillonnés durant la récolte de l'année 2006/2007, une répartition du lot a été établie ainsi que cela est indiqué dans le tableau 1. La moyenne d'aflatoxine parmi les 1496 lots testés était de 1.3 ng/g d'aflatoxine totale.

Tableau 1. La répartition de l'aflatoxine parmi les lots des USA d'amandes écalées récoltées durant l'année de récolte 2006/2007.

| Marge de l'aflatoxine<br>(total ng/g) | Fréquence | Cumulatif |
|---------------------------------------|-----------|-----------|
| $c < 1$                               | 1300      | 86,88     |
| $1 \leq c < 2$                        | 68        | 91,45     |
| $2 \leq c < 3$                        | 31        | 93,54     |
| $3 \leq c < 4$                        | 23        | 95,09     |
| $4 \leq c < 5$                        | 8         | 95,63     |
| $5 \leq c < 6$                        | 12        | 96,37     |
| $6 \leq c < 7$                        | 6         | 96,77     |
| $7 \leq c < 8$                        | 4         | 97,04     |
| $8 \leq c < 10$                       | 4         | 97,31     |
| $10 \leq c < 15$                      | 9         | 97,91     |
| $15 \leq c < 20$                      | 8         | 98,45     |
| $20 \leq c < 40$                      | 13        | 99,33     |
| $40 \leq c < 60$                      | 7         | 99,80     |
| $60 \leq c < 80$                      | 2         | 99,93     |
| $c = 231$                             | 1         | 100,00    |

- C. La répartition du lot dans le tableau 1 a été échantillonnée de façon théorique<sup>17</sup> avec le proposé "prêt à consommer" ( $1 \times 20 \text{ kg} \leq 8 \text{ ng/g}$ ) et "destiné à un traitement ultérieur" ( $1 \times 20 \text{ kg} \leq 15 \text{ ng/g}$ ) de plans d'échantillonnage d'aflatoxines pour les amandes écalées utilisant les formulations "prêt à consommer" et "destiné à un traitement ultérieur" des courbes d'efficacité indiquées dans l'ANNEXE III. Les résultats sont indiqués ci-dessous dans les tableaux 2 et 3 pour les amandes « prêtes à consommer » et dans les tableaux 4 et 5 pour les amandes destinées à un traitement ultérieur ». Pour les amandes prêtes à consommer, un bon lot à une concentration de  $\leq 8 \text{ ng/g}$  et un mauvais lot a une concentration de  $> 8 \text{ ng/g}$  d'aflatoxine totale. Pour les amandes destinées à un traitement ultérieur, un bon lot a une concentration de  $\leq 15 \text{ ng/g}$  et un mauvais lot a une concentration de  $> 15 \text{ ng/g}$  d'aflatoxine totale.

<sup>14</sup> FAO Document 55 sur l'alimentation et la nutrition, 1993.



**Prêtes à consommer**

Tableau 2. Pourcentage de lots acceptés, rejetés, bons lots rejetés (risque de l'exportateur ou faussement positifs), et mauvais lots acceptés (risque de l'importateur ou faussement négatifs) lors de l'utilisation du "prêt à consommer" proposé ( $1 \times 20 \text{ kg} \leq 8 \text{ ng/g}$ ) du plan d'échantillonnage d'aflatoxine pour échantillonner la distribution du lot des amandes écalées dans le tableau 1.

| Concentration du lot (total ng/g) | Numéro de lots acceptés (%) | Numeros de lots rejetés (%) | Total du nombre de lots testés (%) |
|-----------------------------------|-----------------------------|-----------------------------|------------------------------------|
| $\leq 8$                          | 96,07                       | 0,97                        | 97,04                              |
| $> 8$                             | 0,91                        | 2,05                        | 2,96                               |
| Tous les lots                     | 96,98                       | 3,02                        | 100,0                              |

Tableau 3. Moyenne d'aflatoxine parmi les lots acceptés, rejetés, bons lots rejetés (risque de l'exportateur ou faussement positifs), et mauvais lots acceptés (risque de l'importateur ou faussement négatifs) lors de l'utilisation du "prêt à consommer" proposé ( $1 \times 20 \text{ kg} \leq 8 \text{ ng/g}$ ) du plan d'échantillonnage d'aflatoxine pour échantillonner la répartition du lot des amandes écalées dans le tableau 1.

| Concentration du lot (total ng/g) | Moyenne d'aflatoxine dans les lots acceptés (total ng/g) | Moyenne d'aflatoxine dans les lots rejetés (total ng/g) | Moyenne d'aflatoxine dans tous les lots testés (total ng/g) |
|-----------------------------------|--|---|---|
| $\leq 8$                          | 0,3  | 4,2   | 0,3   |
| $> 8$                             | 17,0   | 37,6  | 31,3  |
| Tous les lots                     | 0,5  | 26,9  | 1,3   |

**Destinées à un traitement ultérieur**

Tableau 4. Pourcentage de lots acceptés, rejetés, bons lots rejetés (risque de l'exportateur ou faussement positifs), et mauvais lots acceptés (risque de l'importateur ou faussement négatifs) lors de l'utilisation du "destiné au traitement ultérieur" proposé ( $1 \times 20 \text{ kg} \leq 15 \text{ ng/g}$ ) du plan d'échantillonnage d'aflatoxine pour échantillonner la répartition du lot des amandes écalées dans le tableau 1.

| Concentration du lot (total ng/g) | Nombre de lots acceptés (%) | Nombre de lots rejetés (%) | Total du nombre de lots testés (%) |
|-----------------------------------|-----------------------------|----------------------------|------------------------------------|
| $\leq 15$                         | 97,41                       | 0,51                       | 97,91                              |
| $> 15$                            | 0,74                        | 1,34                       | 2,09                               |
| Todos los lotes                   | 98,15                       | 1,85                       | 100,00                             |

Tableau 5. Moyenne d'aflatoxine parmi les lots acceptés, rejetés, bons lots rejetés (risque de l'exportateur ou faussement positifs), et mauvais lots acceptés (risque de l'importateur ou faussement négatifs) lors de l'utilisation du "prêt à consommer" proposé ( $1 \times 20 \text{ kg} \leq 8 \text{ ng/g}$ ) du plan d'échantillonnage d'aflatoxine pour échantillonner la répartition du lot des amandes écalées dans le tableau 1.

| Concentration du lot (total ng/g) | Moyenne de l'aflatoxine dans les lots acceptés (total ng/g) | Moyenne de l'aflatoxine dans les lots rejetés (total ng/g) | Moyenne de l'aflatoxine dans tous les lots testés (total ng/g) |
|-----------------------------------|---|--|--|
| $\leq 15$                         | 0,4   | 7,4  | 0,4  |
| $> 15$                            | 25,9  | 47,7   | 39,9   |
| Tus les lots                      | 0,6   | 36,6   | 1,3  |

D. Afin de comparer le plan d'échantillonnage d'aflatoxine proposé pour les fruits à coque en un plan d'échantillonnage avec des faussement négatifs et des faussement positifs plus bas, la répartition du lot dans le tableau 1 a été échantillonnée théoriquement en utilisant un dessin d'ébauche de plan d'échantillonnage similaire à celui utilisé par l'Union européenne qui réclame trois (3) échantillons de laboratoire de 10 kg chacun pour tous les tests d'un total de moins de 8 ng/g pour les amandes prêtes à consommer et de 15 ng/g pour les amandes destinées à un traitement ultérieur pour un lot afin qu'il soit accepté. Les courbes d'efficacité pour le plan d'échantillonnage style EU pour les amandes prêtes à consommer ( $3 \times 10 \text{ kg} \leq 8 \text{ ng/g}$ ) et les amandes destinées à un traitement ultérieur ( $3 \times 10 \text{ kg} \leq 15 \text{ ng/g}$ ) sont indiquées à l'adresse du site Web <http://www5.bae.ncsu.edu/usda/www/ResearchActDocs/treenutwg.html>. Les résultats sont indiqués ci-dessous dans les tableaux 6 et 7 pour les amandes « prêtes à consommer » et dans les tableaux 8 et 9 pour les amandes destinées à un traitement ultérieur ».

### Prêtes à consommer

Tableau 6. Pourcentage de lots acceptés, rejetés, bons lots rejetés (risque de l'exportateur ou faussement positifs), et mauvais lots acceptés (risque de l'importateur ou faussement négatifs) lors de l'utilisation du style EU du plan d'échantillonnage ( $3 \times 10 \text{ kg} \leq 8 \text{ ng/g}$ ) pour les amandes prêtes à consommer avec une répartition du lot décrite dans le tableau 1.

| Concentration du lot (total ng/g) | Nombre de lots acceptés (%) | Nombre de lots rejetés (%) | Nombre total des lots analysés (%) |
|-----------------------------------|-----------------------------|----------------------------|------------------------------------|
| $\leq 8$                          | 94,17                       | 2,87                       | 9704                               |
| $> 8$                             | 0,33                        | 2,63                       | 2,96                               |
| Tous les lots                     | 94,50                       | 5,50                       | 100,00                             |

Tableau 7. Moyenne d'aflatoxine parmi les lots acceptés, rejetés, bons lots rejetés (risque de l'exportateur ou faussement positifs), et mauvais lots acceptés (risque de l'importateur ou faussement négatifs) lors de l'utilisation du style EU du plan d'échantillonnage ( $3 \times 10 \text{ kg} \leq 8 \text{ ng/g}$ ) pour les amandes prêtes à consommer avec une répartition du lot décrite dans le tableau 1.

| Concentration du lot (total ng/g) | Moyenne de l'aflatoxine dans les lots acceptés (total ng/g) | Moyenne de l'aflatoxine dans les lots rejetés (total ng/g) | Moyenne de l'aflatoxine dans tous les lots analysés (total ng/g) |
|-----------------------------------|---|--|--|
| $\leq 8$                          | 0,2   | 3,5  | 0,3  |
| $> 8$                             | 13,8  | 33,4   | 31,3   |
| Tous les lots                     | 0,3   | 17,8   | 1,3  |

### Destinées à un traitement ultérieur

Tableau 8. Pourcentage de lots acceptés, rejetés, bons lots rejetés (risque de l'exportateur ou faussement positifs), et mauvais lots acceptés (risque de l'importateur ou faussement négatifs) lors de l'utilisation du style EU du plan d'échantillonnage ( $3 \times 10 \text{ kg} \leq 15 \text{ ng/g}$ ) pour les amandes destinées à un traitement ultérieur avec une répartition du lot décrite dans le tableau 1.

| Concentration du lot (total ng/g) | Nombre de lots acceptés (%) | Nombre de lots rejetés (%) | Nombre total de lots testés (%) |
|-----------------------------------|-----------------------------|----------------------------|---------------------------------|
| $\leq 15$                         | 96,20                       | 1,71                       | 97,91                           |
| $> 15$                            | 0,26                        | 1,82                       | 2,09                            |
| Tous les lots                     | 96,47                       | 3,53                       | 100,00                          |

Tableau 9. Moyenne d'aflatoxine parmi les lots acceptés, rejetés, bons lots rejetés (risque de l'exportateur ou faussement positifs), et mauvais lots acceptés (risque de l'importateur ou faussement négatifs) lors de l'utilisation du style EU du plan d'échantillonnage ( $3 \times 10 \text{ kg} \leq 15 \text{ ng/g}$ ) pour les amandes destinées à un traitement ultérieur avec une répartition du lot décrite dans le tableau 1.

| Concentration du lot<br>(total ng/g) | Moyenne de l'aflatoxine<br>dans les lots acceptés<br>(total ng/g) | Moyenne de l'aflatoxine<br>dans les lots rejetés<br>(total ng/g) | Moyenne de l'aflatoxine<br>dans tous les analysés<br>(total ng/g) |
|--------------------------------------|---|--|---|
| $\leq 15$                            | 0,3   | 6,0  | 0,4   |
| $> 15$                               | 22,2  | 42,5   | 39,9  |
| Tous les lots                        | 0,4   | 24,8   | 1,3   |

**LIST OF PARTICIPANTS  
LISTE DES PARTICIPANTS  
LISTA DE PARTICPANTES**

**CHAIRPERSON/PRESIDENT/PRESIDENTE**

Dr. Nega Beru  
Director, Office of Food Safety  
Center for Food Safety and Applied Nutrition  
Food and Drug Administration  
5100 Paint Branch Parkway, College Park, MD 20740  
UNITED STATES OF AMERICA  
Tel.: +1 301 436 1700  
Fax.: +1 301 436 2651  
E-mail: [nega.beru@fda.hhs.gov](mailto:nega.beru@fda.hhs.gov)

**MEMBER COUNTRIES**

**BRAZIL - BRÉSIL - BRASIL**

Ms. Ligia Schreiner  
Expert on Regulation  
National Health Surveillance Agency  
SEPN 511, BLOCO A. Edificio Bittar II  
707500541 Brasilia  
Brazil  
Tel: +55 613 448 6292  
Fax: 55 613 448 6274  
Email: [ligia.schreiner@anvisa.gov.br](mailto:ligia.schreiner@anvisa.gov.br)

**IRAN (ISLAMIC REPUBLIC OF) –  
IRAN (RÉPUBLIQUE ISLAMIQUE D') –  
IRÁN (REPÚBLICA ISLÁMICA DEL)**

Mr. Navid Arjmand  
Assistant to the Head of Delegation  
Kerman Chamber of Commerce  
Mines and Industry  
Apt. 5, #37 Babak Bahrami St., Africa Ave.  
Terhan  
Iran  
Tel: +98 913 340 1158  
Fax: +98 218 896 6518  
Email: [Arjmand\\_n@hotmail.com](mailto:Arjmand_n@hotmail.com)

**JAPAN - JAPON - JAPÓN**

Mr. Mitsuru Hida  
Deputy Director  
Inspection and Safety Division  
Department of Food Safety  
Pharmaceutical and Food Safety Bureau  
Ministry of Health Labour and Welfare  
2-5-1 Marunouchi, Chiyoda-ku  
Tokyo 100-8959  
Japan  
Tel: 81 3 5253 4111  
Fax: 81 3 6734 4010  
Email: [codexj@mhw.go.jp](mailto:codexj@mhw.go.jp)

**NETHERLANDS - PAYS-BAS –  
PAÍSES BAJOS**

Dr. Martien C. Spanjer,  
VWA - Food and Consumer Product Safety Authority  
NRL for mycotoxins and pesticides in food  
Hoogte Kadijk 401, 1018 BK Amsterdam,  
The Netherlands  
Email: [martien.spanjer@vwa.nl](mailto:martien.spanjer@vwa.nl)

Mr. Harrie Storms  
Policy Advisor  
Ministry of Health, Welfare and Sport  
P. O. Box 20350  
2500 EJ The Hague  
The Netherlands  
Tel: 31 70 340 6225  
Fax: 31 70 340 5554  
Email: [hf.storms@minvws.nl](mailto:hf.storms@minvws.nl)

**SWEDEN - SUÈDE - SUECIA**

Dr Monica Olsen  
National Food Administration  
PO box 622  
SE-751 26 Uppsala  
Sweden  
Tel +46 18 17 55 98  
Fax + 46 18 10 58 48  
E-mail: [mool@slv.se](mailto:mool@slv.se)

**TURKEY - TURQUIE - TURQUÍA**

Mr. Nevzat Artik  
Deputy of General Directorate  
Ministry of Agriculture and Rural Affairs  
Akay Cad. 3, Bakanliklar  
006640 Ankara  
Turkey  
Tel: +90 312 418 7022  
Fax: 90 312 418 3246  
Email: [nartik@kkgm.gov.tr](mailto:nartik@kkgm.gov.tr)

Mr. Ramazan Toker  
Food Engineer  
Ministry of Agriculture and Rural Affairs  
Akay Cad 3 Bakanliklar  
06640 Ankara  
Tel: 90 312 417 4176  
Fax: 90 312 419 8325  
Email: [codex@kkgm.gov.tr](mailto:codex@kkgm.gov.tr)

**UNITED KINGDOM - ROYAUME-UNI - REINO UNIDO**

Ms. Simona Origgi  
Senior Scientific Officer Foods Standards Agency  
Chemical Safety Division  
Room 707c, Aviation House, Kingsway, 125  
WC2B 6NH London  
United Kingdom  
Tel: +44 207 276 8722  
Fax: +44 207 276 8717  
Email: [simona.origgi@foodstandards.gsi.gov.uk](mailto:simona.origgi@foodstandards.gsi.gov.uk)

**UNITED STATES OF AMERICA –  
ÉTATS-UNIS D'AMÉRIQUE –  
ESTADOS UNIDOS DE AMÉRICA**

Dr. Kerry DEARFIELD  
Scientific Advisor for Risk Assessment  
U.S. Department of Agriculture  
1400 Independence Avenue SW  
380 Aerospace Building  
20250 Washington DC  
UNITED STATES OF AMERICA  
Tel.: +1 202 690 6451  
Fax.: +1 202 690 6337  
E-mail: [kerry.dearfield@fsis.usda.gov](mailto:kerry.dearfield@fsis.usda.gov)

Dr. Henry Kim  
Supervisory Chemist  
Center for Food Safety and Applied Nutrition  
Food and Drug Administration  
5100 Paint Branch Parkway, College Park, MD 20740  
United States of America  
Tel: 301 436 2023  
Fax: 301 436 2651  
Email: [henry.kim@fda.hhs.gov](mailto:henry.kim@fda.hhs.gov)

Dr. Thomas Whitaker  
Thomas B. Whitaker  
USDA/ARS  
Box 7625 NC State University  
Raleigh NC 27695-7625  
United States  
Tel: 919 515-6731  
Fax: 919 515-7760  
Email: [tom\\_whitaker@ncsu.edu](mailto:tom_whitaker@ncsu.edu)

Dr. Garnett Wood  
Center for Food Safety and Applied Nutrition  
Food and Drug Administration  
5100 Paint Branch Parkway, College Park, MD 20740  
United States of America  
Tel: 301 436 1942  
Fax: 301 436 2651  
Email: [garnett.wood@fda.hhs.gov](mailto:garnett.wood@fda.hhs.gov)

**MEMBER ORGANIZATIONS**

**EUROPEAN COMMISSION**

Ms. Eva Zamora Escribano  
Administrator responsible for Codex issues  
European Commission  
Reu Froissart 101  
1049 Brussels  
Belgium  
Tel: +32 2 299 8682  
Fax: +32 2 299 8566

Mr. Frans Verstraete  
European Commission  
Health and Consumer Protection Directorate-General  
Unit E3: Chemicals, Contaminants and Pesticides  
Rue de la Loi, 200  
Office: Rue du Froissart 101 (F101 - 4/56)  
B-1049 Brussels  
Tel. (+32-2) 295.63.59  
Fax. (+32-2) 299.18.56  
Email: [Frans.Verstraete@ec.europa.eu](mailto:Frans.Verstraete@ec.europa.eu)

**INTERNATIONAL  
INTERGOVERNMENTAL ORGANIZATIONS  
ORGANISATIONS GOUVERNEMENTALES  
INTERNATIONALES  
ORGANIZACIONES  
GUBERNAMENTALES INTERNACIONALES**

**FAO**

Dr Annika Wennberg  
FAO JECFA Secretary  
Food Quality and Standards Service  
Nutrition and Consumer Protection Division  
Food and Agriculture Organization of the United Nations  
Viale delle Terme di Caracalla, C- 278  
00153 Rome, Italy  
Telephone: + 39 06 5705 3283  
Facsimile: + 39 06 5705 4593  
E-mail: [Annika.Wennberg@fao.org](mailto:Annika.Wennberg@fao.org)

**INTERNATIONAL NON-GOVERNMENTAL  
ORGANIZATIONS  
ORGANISATIONS NON-  
GOUVERNEMENTALES INTERNATIONALES  
ORGANIZACIONES INTERNACIONALES NO  
GUBERNAMENTALES**

**INC**

Mr. Giuseppe Calcagni  
Chairman Scientific and Government Affairs  
Committee  
Via Ferrovia 210  
80040 San Gennaro Vesuviano  
Italy  
Tel: +39 818 659 111  
Fax: +39 818 657 651  
Email: [Giuseppe.calcagni@besanagroup.com](mailto:Giuseppe.calcagni@besanagroup.com)

Ms. Julie G. Adams  
INC Scientific Committee  
Almond Board of California  
Vice President, Global Technical & Regulatory Affairs  
1150 9th Street, Suite 1500  
Modesto, CA 94568  
United States  
Tel: (209) 343-3238  
Fax: (209) 549-8267  
Email: [jadams@almondboard.com](mailto:jadams@almondboard.com)