



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

**Septième session
Moscou, Fédération russe, 8 – 12 avril 2013**

Avant-projet de limites maximales pour le déoxynivalénol (DON) dans les céréales et les produits à base de céréales et des plans d'échantillonnage correspondants

(À l'étape 3)

*Les membres et les observateurs du Codex qui souhaitent soumettre des observations à l'étape 3 sur l'avant-projet de révision des limites maximales pour le déoxynivalénol (DON) et les plans d'échantillonnage correspondants tel que présentés dans l'Annexe I y compris les implications possibles sur les intérêts économiques, sont priés de la faire conformément à la Procédure uniforme pour l'élaboration des normes Codex et Textes apparentés (Manuel de procédure de la Commission du Codex Alimentarius) avant **le 25 mars 2013**. Les observations devraient être adressées :*

à:

Mme Tanja Åkesson
Service central de liaison avec le Codex
Ministère des Affaires économiques
P.O. Boîte postale 20401
2500 EK La Haye
Pays-Bas
E-mail: info@codexalimentarius.nl

et une copie au:

Secrétariat de la Commission du Codex Alimentarius,
Programme mixte FAO/OMS sur les normes
alimentaires,
Viale delle Terme di Caracalla,
00153 Rome, Italie
E-mail: codex@fao.org

Note: Les informations support présentées dans l'Annexe II ne sont pas soumises à observation mais sont pour information uniquement.

GÉNÉRALITÉS

1 Lors de la sixième session du Comité sur les contaminants dans les aliments (CCCF) les limites maximales proposées (LM) pour le déoxynivalénol (DON) ont été renvoyées à l'étape 2/3 pour développement ultérieur. Le Comité est convenu de rétablir le groupe de travail électronique (GTe), dirigé par le Canada et co-présidé par l'Union européenne. Le Comité a requis que le groupe de travail électronique examine des limites maximales pour le blé semi-transformé, le maïs et les produits à base de grains d'orge, des valeurs de limites maximales pour les céréales pour nourrissons inférieures à celles proposées antérieurement et le développement des courbes opérationnelles caractéristiques pour le plan d'échantillonnage (REP12/CF.par. 66 – 78). Un certain nombre de membres et d'observateurs du Codex ont exprimé leur intérêt à participer à ce groupe de travail électronique, en particulier des représentants de l'Argentine, l'Autriche, la Belgique, le Brésil, la Chine, la République de Corée, l'Espagne, la Thaïlande, le Royaume-Uni, les États-Unis et l'Uruguay (Voir Annexe III, liste des participants).

INTRODUCTION

2 Ce document fait suite à l'avant-projet de limites maximales pour le déoxynivalénol (DON) dans les céréales et les produits céréaliers et les plans d'échantillons associés (CX/CF 12/6/9) présenté antérieurement. Son objectif est d'élaborer plus avant l'avant-projet de limites maximales et le plan d'échantillonnage pour le DON dans les céréales et les aliments à base de céréales.

3 Le concept reposant sur le développement de différentes limites maximales pour le blé varié semi-transformé, le maïs ou les produits à base de grains d'orge plutôt qu'une limite maximale unique pour tous les produits semi-transformés est explorée. Le besoin d'une LM pour le DON dans les aliments à base de céréales destinés aux nourrissons et aux enfants en bas âge, ainsi que des limites maximales inférieures pour ces normes de produits que celles proposées antérieurement sont également examinées plus avant. Les courbes opérationnelles caractéristiques sont présentées pour le plan d'échantillonnage proposé qui est basé sur le plan d'échantillonnage existant de l'Union européenne pour le DON dans les céréales.

REQUÊTE POUR OBSERVATIONS

4 Les membres et les observateurs du Codex sont aimablement invités à envoyer leurs observations sur les limites maximales proposées pour le DON dans les céréales et les produits à base de céréales ainsi que les éventuelles modifications aux plans d'échantillonnage associés comme présentées dans l'Annexe I pour examen par la septième session du Comité du Codex sur les contaminants dans les aliments.

5 Tandis que l'on examine les limites maximales proposées et les plans d'échantillonnage, un examen devrait être fait des conclusions et recommandations accompagnant ces propositions.

AVANT-PROJET DE LIMITES MAXIMALES POUR LE DÉOXYNIVALÉNOL (DON) DANS LES CÉRÉALES ET LES PRODUITS À BASE DE CÉRÉALES ET DES PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE CORRESPONDANTS

CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS

1 L'absence globale de taux de consommation spécifiquement pour chaque produit semi-transformé a empêché la détermination des concentrations de DON dans les produits individuels qui seraient considérés comme fiables pour la santé humaine. Généralement, on s'attend à ce que la portion principale de la consommation de produits à base de grains semi-transformés provienne de la farine et par conséquent des LM pour différents produits semi-transformés ne devraient pas réduire de façon importante l'exposition au DON. Toutefois, le maintien d'une LM pour les denrées alimentaires semi-transformées déterminées ou pour les denrées alimentaires semi-transformées à l'exclusion de l'amidon de blé, le maïs/l'amidon de maïs et le maïs/ la semoule de maïs assurerait une protection adéquate de la santé humaine durant les périodes de prévalence en DON élevé. Une LM harmonisée pour les denrées alimentaires semi-transformées minimiserait également la confusion sur les divers termes utilisés pour décrire des produits à base de grains qui sont transformés par différentes méthodes et qui pourrait résulter en des réductions diverses de DON. Le Comité devrait continuer à examiner une LM unique de 1mg/kg pour les aliments semi-transformés dérivés du blé, du maïs et/ou de l'orge (farine, semoule, farine, gruaux, flocons et amidon) et également examiner si l'amidon et les gruaux devraient être exclus.

2 Les produits à base de son étaient initialement exclus de la LM proposée pour les produits semi-transformés dérivés du blé, du maïs et/ou de l'orge. Les données d'occurrence restreintes pour le DON dans les produits à base de son (blé et maïs) suggèrent que les niveaux de DON dans de tels produits peuvent être plus élevés que dans les autres denrées alimentaires semi-transformées et plus élevés que la LM d'1mg/kg qui est proposée pour les autres produits semi-transformés. Une LM, sur la base des données de consommation pour le Canada et les États-Unis, pour les produits à base de son supérieure à 1mg/kg pourrait être établie tout en restant protectrice de la santé humaine. Toutefois, des modes de consommation mondiaux en particulier pour les produits à base de son font défaut et les données disponibles sur l'occurrence du DON dans le son restent insuffisantes pour proposer une LM distincte pour les normes de produits à base de son. Le Comité devrait continuer à exclure le son de la catégorie des produits semi-transformés dérivés du blé, du maïs et/ou de l'orge pour lesquels une LM d'1mg/kg est proposée et encourager les membres à collecter et soumettre des données d'occurrence du DON pour le blé et le son de maïs pour une éventuelle activité future. Des ensembles complets de données avec des résultats d'échantillons individuels devraient être soumis plutôt que des résultats résumés ou globaux.

3 Les données disponibles sur l'occurrence du DON dans les aliments à base de céréales pour nourrissons suggèrent qu'une LM inférieure à la valeur antérieurement proposée de 0,5 mg/kg est praticable. Il a été démontré qu'une LM atteignant à peine 0,2 mg/kg résulterait en un pourcentage très bas d'échantillons excédant la LM. Toutefois, cela ne représente pas la véritable situation mondiale puisque la plupart des données d'occurrence disponibles pour ces denrées alimentaires ont été soumises par des membres de l'Europe où une LM de 0, 2 mg/kg pour le DON dans les céréales pour nourrissons a été appliquée pendant un certain nombre d'années. À l'heure actuelle il est recommandé que le Comité considère de maintenir la LM proposée de 0,5 mg/kg pour le DON dans les aliments à base de céréales destinés aux nourrissons et aux enfants en bas âge puisque cette valeur reste protectrice de la santé humaine et est aisément réalisable. Toutefois le comité devrait également encourager les membres des pays dans lesquels les données manquent à soumettre des données d'occurrence additionnelles pour le DON dans de tels produits s'ils souhaitent examiner une LM même inférieure dans le futur.

4 Les courbes d'efficacité opérationnelles sont présentées pour démontrer la performance du plan d'échantillonnage du DON pour le blé brut, l'orge brute et le maïs égrené qui a été proposé dans CX/CF 12/6/9. Le Comité devrait examiner ces résultats en soutien de la LM proposée pour le DON dans le blé, l'orge et le maïs bruts et déterminer un plan d'échantillonnage approprié. À cet effet, le Comité devrait examiner le plan d'échantillonnage proposé tel que présenté dans CX/CF 12/6/9 avec l'amendement suivant de la taille de l'échantillon de laboratoire - 1kg pour le blé et l'orge bruts; 5kg pour le maïs brut. Toutefois, si le Comité décide de maintenir un plan d'échantillonnage unique pour tous les grains de céréales bruts, une taille d'échantillonnage de 5kg pour le blé brut, l'orge brute et le maïs égrené serait suffisante pour examen (voir tableaux 1a et 1b dans « avant-projets de plans d'échantillonnage pour le déoxynivalénol dans les céréales et les produits à base de céréales »)

5 Le Comité pourrait éventuellement examiner les LM suivantes qui sont basées sur les LM antérieurement proposées pour le DON dans les céréales et les produits à base de céréales (CX/CF 11/5/6 et CX/CF 12/9/6), considérer l'élaboration ultérieure de ces LM et les observations des membres du groupe de travail électronique :

Denrées alimentaires	Description	Limite maximale (LM)
Grains de céréales bruts (blé, maïs et orge)	Blé, maïs et orge bruts après le retrait des graines abimées.	2 mg/kg
Farine, semoule, farine, flocons (et éventuellement gruaux et		1 mg/kg

amidon) dérivés de la farine, du maïs ou de l'orge		
Aliments à base de céréales pour nourrissons et enfants en bas âge	Tous les aliments à base de céréales pour les nourrissons (jusqu'à 12 mois) et les jeunes enfants (12 à 36 mois)	0,5 mg/kg

6 On devrait noter que certains membres du groupe de travail électronique s'interrogent toujours sur le besoin d'une LM pour les céréales brutes si la LM proposée pour les produits semi-transformés est présente. A cet égard, Il a été expliqué que le broyage des graines brutes peut substantiellement réduire les limites de DON et l'établissement d'une LM pour les grains bruts peut réduire inutilement le commerce. Toutefois, la LM proposée de 1mg/kg pour le DON dans les produits semi-transformés issus du blé, maïs et orge a été généralement soutenu par les membres du groupe de travail.

AVANT-PROJET DE PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE POUR LE DÉOXYNIVALÉNOL (DON) DANS LES CÉRÉALES ET LES PRODUITS CÉRÉALIERS

DÉFINITIONS

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'expéditeur ou le marquage.

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

Plan d'échantillonnage - il est défini par une procédure d'essai pour les aflatoxines et un niveau d'acceptation/rejet. Une procédure d'essai pour le déoxynivalénol se compose de trois étapes: sélection de l'échantillon, préparation et analyse ou quantification du déoxynivalénol. Le niveau d'acceptation/rejet est un seuil de tolérance habituellement égal au niveau maximal Codex.

Échantillon progressif – quantité de matériau prélevé à un point unique aléatoire dans le lot ou le sous-lot

Échantillon global - total de tous les échantillons progressifs prélevés dans le lot ou le sous-lot. L'échantillon global doit être au moins aussi important que l'échantillon ou le total des échantillons de laboratoire.

Échantillon de laboratoire – la plus petite quantité de fruits à coque pulvérisée dans un broyeur. L'échantillon de laboratoire peut être une portion ou la totalité de l'échantillon global. Si l'échantillon global est plus important que le(s) échantillon(s) de laboratoire, le(s) échantillon(s) de laboratoire devra/devront être prélevé(s) de façon aléatoire dans l'échantillon global.

Prise d'essai – portion de l'échantillon de laboratoire pulvérisé. L'échantillon de laboratoire total devra être pulvérisé dans un broyeur. Une portion de cet échantillon pulvérisé est prélevée de manière aléatoire pour en extraire les aflatoxines aux fins de l'analyse chimique.

Courbe d'efficacité opérationnelle (OC) – un graphique de la probabilité de l'acceptation d'un lot par rapport à la concentration dans le lot lors de l'utilisation d'un modèle de plan d'échantillonnage donné. La courbe d'efficacité fournit une estimation des bons lots rejetés (risque de l'exportateur) et des mauvais lots acceptés et les chances d'acceptation d'un mauvais lot accepté (risque de l'importateur) par un modèle de plan d'échantillonnage de déoxynivalénol spécifique. Un bon lot est défini comme ayant une concentration de déoxynivalénol en dessous du NM; un mauvais lot est défini comme ayant une concentration de déoxynivalénol au dessus du NM.

SÉLECTION DE L'ÉCHANTILLON

Matériel à échantillonner

A) Procédure d'échantillonnage pour les céréales et les produits céréaliers pour des lots ≥ 50 tonnes

Chaque lot qui a besoin d'être examiné pour le déoxynivalénol, doit être échantillonné séparément. Les lots supérieurs à 50 tonnes doivent être sous divisés en sous-lots afin d'être échantillonnés séparément. Si un lot est supérieur à 50 tonnes, il doit être sous-divisé en sous lots suivant le tableau 1.

Tableau 1a Sous-division de lots en sous lots en fonction du produit et du poids du lot

Denrée alimentaire	Poids du lot (tonne)	Poids ou nombre de sous-lots	No échantillons progressifs	Poids de l'échantillon global (kg)
Céréales et produits céréaliers	$\geq 1\ 500$	500 tonnes	100	5
	> 300 et $< 1\ 500$	3 sous lots	100	5
	≥ 50 et ≤ 300	100 tonnes	100	5
	< 50	--	3-100*	1-5

OU

Tableau 1 Sous-division de lots en sous lots en fonction du produit et du poids du lot

Denrée alimentaire	Poids du lot (tonne)	Poids ou nombre de sous-lots	No échantillons progressifs	Poids de l'échantillon global (kg)
Blé et orge bruts	≥ 1 500	500 tonnes	100	1
	> 300 et < 1 500	3 sous lots	100	1
	≥ 50 et ≤ 300	100 tonnes	100	1
	< 50	--	3-100*	1
Maïs brut	≥ 1 500	500 tonnes	100	5
	> 300 et < 1 500	3 sous lots	100	5
	≥ 50 et ≤ 300	100 tonnes	100	5
	< 50	--	3-100*	1-5

Selon le poids du lot – voir tableau 2

En prenant en compte le fait que le poids du lot n'est pas toujours un multiple exact des poids des sous lots, le poids du sous lot peut excéder le poids mentionné avec un maximum de 20 pour cent.

- Chaque sous lot doit être échantillonné séparément.

- Nombre d'échantillons progressifs: 100

- S'il n'est pas possible d'exécuter la méthode d'échantillonnage établi ici à cause des conséquences commerciales résultant des dommages subis par le lot comme les formes d'emballage, les moyens de transport, une méthode alternative d'échantillonnage peut être appliquée qui est aussi représentative que possible et qui est entièrement décrite et documentée.

Procédure d'échantillonnage pour les céréales et les produits céréaliers pour des lots < 50 tonnes

Pour les lots de céréales et les produits céréaliers de moins de 50 tonnes, le plan d'échantillonnage doit être utilisé avec 10 à 100 échantillons progressifs selon le poids du lot, résultant d'un échantillon total de 1 à 15 kg. Pour de très petits lots (≤ 0,5 tonnes) un nombre inférieur d'échantillons progressifs doit être pris mais l'échantillon total unissant des échantillons progressifs devra aussi être dans ce cas d'au moins 1 kg.

Les figures dans le tableau 2 peuvent être utilisées pour déterminer le nombre d'échantillons progressifs à prendre.

Tableau 2: Nombre d'échantillons progressifs à prendre selon le poids du lot de céréales et des produits céréaliers

Poids du lot (tonnes)	No. d'échantillons progressifs
≤ 0,05	3
> 0,05 - ≤ 0,5	5
> 0,5 - ≤ 1	10
> 1 - ≤ 3	20
> 3 - ≤ 10	40
> 10 - ≤ 20	60
> 20 - ≤ 50	100

Procédure d'échantillonnage pour les céréales et les produits céréaliers pour des lots >>> 500 tonnes

Nombre d'échantillons progressifs (d'environ 100 g) à prendre:

100 échantillons progressifs + $\sqrt{\text{tonnes métriques}}$

Lots statiques

On entend par lot statique une grande masse de céréales/ produits céréaliers contenue soit dans un seul grand conteneur comme un chariot, un camion ou un wagon, ou dans de nombreux petits conteneurs tels que des sacs ou des boîtes, les fruits étant statiques au moment où l'échantillon est collecté. Collecter un échantillon véritablement aléatoire dans un lot statique peut être difficile car tous les conteneurs du lot ou du sous-lot ne sont pas nécessairement accessibles.

Prélever des échantillons globaux dans un lot statique exige habituellement l'emploi de sondes pour collecter le produit dans le lot. Les sondes utilisées doivent être spécialement conçues en fonction du produit et du type de conteneur.

La sonde 1) doit être assez longue pour atteindre tout le produit, 2) ne doit exclure aucun élément du lot de la collecte, et 3) ne doit pas altérer les éléments du lot. Comme cela a été mentionné ci-dessus, l'échantillon global doit être un mélange de nombreux petits fragments de produit pris en différents points du lot.

Pour les lots commercialisés sous emballages individuels, la fréquence d'échantillonnage (SF), ou le nombre de paquets dans lesquels les échantillons progressifs sont prélevés, est fonction du poids du lot (LT), du poids de l'échantillon progressif (IS), du poids de l'échantillon global (AS) et du poids d'un paquet individuel (IP), comme suit:

$$SF = (LT \times IS) / (AS \times IP).$$

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

Les échantillons globaux représentatifs peuvent être obtenus plus facilement en sélectionnant des échantillons progressifs à partir d'un flux continu de céréales/produits céréaliers 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 les échantillons progressifs pour obtenir un échantillon global; si l'échantillon global est plus important que l' (les) échantillon(s) de laboratoire requis, il faut mélanger et subdiviser cet échantillon pour obtenir l' (les)échantillon(s) de laboratoire de la taille requise.

Les dispositifs d'échantillonnage automatique tels que l'échantillonneur transversal sont vendus dans le commerce, dotés de compte minutes, qui effectuent automatiquement des prélèvements à l'aide d'un bec déflecteur 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 les échantillons progressifs. Que l'on utilise des méthodes automatiques ou des méthodes manuelles, les échantillons progressifs doivent être prélevés et mélangés à intervalles fréquents et réguliers tout au long du passage du flux au point d'échantillonnage

Les échantillonneurs transversaux doivent être installés de la manière suivante: 1) le plan de l'ouverture du bec déflecteur doit être perpendiculaire à la direction du flux, 2) le bec déflecteur doit traverser toute la section du flux; et 3) l'ouverture du bec déflecteur doit être assez large pour pouvoir collecter tous les éléments intéressants du lot. En règle générale, la largeur de l'ouverture du bec déflecteur doit être d'environ trois fois les dimensions les plus grandes des éléments du lot.

La taille de l'échantillon global (S) en kg, prélevé dans un lot par un échantillonneur transversal est la suivante:

$$S = (D \times LT) / (T \times V),$$

où D est la largeur de l'ouverture du bec déflecteur (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 bec.

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.

$$SF = (S \times V) / (D \times MR).$$

Emballage et transport des échantillons

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 dû au transport ou à l'entreposage. 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 devront être entreposés dans un endroit frais et dans l'obscurité

Plombage et étiquetage des échantillons

Chaque échantillon de laboratoire prélevé pour un usage officiel devra être plombé 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 et fournir toute information supplémentaire qui pourrait être utile à l'analyste.

PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

Précautions

La lumière du jour est autant que possible à éviter pendant la préparation des échantillons, car les mycotoxines peuvent se

décomposer progressivement sous l'influence des ultraviolets. Par ailleurs, la température ambiante et l'humidité relative doivent être contrôlées afin de ne pas favoriser le développement des moisissures et la formation du déoxynivalénol.

Homogénéisation - broyage

Comme la répartition du déoxynivalénol est extrêmement hétérogène, les échantillons de laboratoire doivent être homogénéisés en broyant la totalité des échantillons soumis au laboratoire. L'homogénéisation est un procédé qui réduit la taille des particules et disperse les particules contaminées de façon homogène dans l'ensemble de l'échantillon de laboratoire pulvérisé.

L'échantillon de laboratoire doit être finement broyé et parfaitement mélangé grâce à un procédé qui permet à l'homogénéisation d'être aussi complète que possible. L'homogénéisation complète implique que la taille des particules est extrêmement réduite et que la variabilité associée à la préparation de l'échantillon est proche de zéro. Après broyage, le broyeur doit être nettoyé pour prévenir toute contamination croisée.

Prise d'essai

La taille recommandée de la prise d'essai obtenue à partir de l'échantillon de laboratoire broyé doit être approximativement de 25 grammes.

Les procédures de sélection de la prise d'essai de 25 g dans l'échantillon de laboratoire pulvérisé doivent être appliquées de façon aléatoire. Si le mélange a eu lieu pendant ou après le processus de pulvérisation, la prise d'essai de 25 g peut être prélevée dans n'importe quelle partie de l'échantillon de laboratoire. Sinon, la prise d'essai de 25 g doit être obtenue par accumulation de plusieurs petites portions prélevées dans l'ensemble de l'échantillon de laboratoire.

Il est recommandé de prélever trois prises d'essai dans chaque échantillon de laboratoire pulvérisé. Les trois prises d'essai seront utilisées aux fins d'application, d'appel et de confirmation, le cas échéant.

MÉTHODES ANALYTIQUES

Généralités

Il conviendra d'utiliser une approche à base de critères, qui fixe une série de critères d'efficacité auxquels la méthode d'analyse utilisée doit être conforme. L'approche à base de critères 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 d'efficacité établis pour les différentes méthodes devront inclure tous les paramètres à respecter par chaque laboratoire, tels que le seuil de détection, le coefficient de variation de la répétitivité (au sein du laboratoire), le coefficient de variation de la reproductibilité (entre les laboratoires) et le taux de récupération nécessaire pour diverses restrictions statutaires. Les méthodes d'analyse qui sont acceptées par les chimistes à l'échelle internationale (par exemple, les méthodes AOAC) peuvent être utilisées. Ces méthodes font 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

Une liste de critères éventuels et de niveaux de performance sont indiqués dans le tableau 3. En utilisant cette approche, les laboratoires seraient libres d'utiliser la méthode analytique la plus appropriée pour leurs équipements.

Tableau 3 caractéristiques de performance pour le déoxynivalénol

Limite µg/kg	Déoxynivalénol		
	RSD _r %	RSD _R %	Rétablissement%
> 100 - ≤ 500	< 20	< 40	60 à 110
> 500	< 20	< 40	70 à 120

APPENDICE II

INFORMATION DE SOUTIEN SUR L'ÉLABORATION DES LIMITES MAXIMALES PROPOSÉES (LM) ET LE DÉVELOPPEMENT DE COURBES D'EFFICACITÉ OPÉRATIONNELLES EN SOUTIEN DES PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE PRÉSENTES DANS LE DOCUMENT CX/CF 12/6/9**ÉLABORATION DES LIMITES MAXIMALES PROPOSÉES (LM)**

- 1 Les limites maximales suivantes ont été proposées pour examen lors de la sixième session du CCCF (CX/CF 12/6/9)
 - a) blé brut (blé tendre, épeautre, blé dur), maïs et orge: 2 mg/kg
 - b) produits semi-transformés dérivés du blé, du maïs et/ou orge (farine, semoule, farine, gruaux, flocons et amidon): 1 mg/kg
 - c) Aliments à base de céréales pour les nourrissons (jusqu'à 12 mois) et les jeunes enfants (12 à 23 mois): 0,5 mg/kg

Examen du besoin d'une LM pour le blé, le maïs et l'orge.

2 Lors de la sixième session du CCCF, le besoin d'une LM pour les céréales brutes a été questionné puisque le broyage peut réduire substantiellement les niveaux de DON. Bien que le broyage puisse réduire les niveaux de DON, l'impact de la transformation sur la diminution des niveaux de DON peut varier. Les graines de céréales brutes constituent une denrée alimentaire importante dans le commerce international. Ceci tendrait à confirmer la nécessité d'établissement d'une LM internationale pour le DON pour les denrées alimentaires à base de graines brutes qui ont l'impact le plus large sur l'exposition éventuelle au DON.

3 Le Code d'usages pour la prévention et la réduction de la contamination par les mycotoxines des céréales (CAC/RCP 51-2003) stipule que les céréales fraîchement récoltées devraient être nettoyées pour retirer les graines endommagées et autres matières étrangères. Il est par conséquent déterminé que la LM proposée pour le DON dans les céréales brutes est appliquée aux céréales brutes après le retrait des noyaux endommagés.

Examen de LM distinctes pour les aliments semi-transformés issus du blé, du maïs ou de l'orge (farine, semoule, farine, gruaux, flocons, amidon).

4 Actuellement une LM d'1 mg/kg est proposée pour les aliments semi-transformés (farine, semoule, farine, gruaux, flocons et amidon) dérivés du blé, maïs et/ou de l'orge. Lors de la sixième session du CCCF le Comité a indiqué qu'il existe des différences importantes en ce qui concerne les niveaux de DON dans les produits semi-transformés variés. Une LM générale peut être considérée comme trop stricte (trop basse) pour certaines denrées alimentaires et trop élevée pour les autres.

5 Les données d'occurrence du DON pour les graines brutes, les produits semi-transformés et les aliments finis qui ont été soumises par, ou mises à disposition par les différents pays membres (Autriche, Brésil, Canada, Chine, Japon, Afrique du Sud, États-Unis et Royaume-Uni), ont été récapitulées et présentées dans CX/CF 12/6/9. Une répartition des niveaux de DON dans les aliments semi-transformés dérivés du blé, du maïs et de l'orge sont résumés et présentés dans le tableau 1. Les niveaux de DON sont également présentés pour le scénario selon lequel une LM d'1 mg/kg est appliquée pour ces denrées alimentaires.

Tableau 1 Résumé des données d'occurrence du DON (mg/kg) pour les produits semi-transformés (farine, semoule, farine, graux, flocons, amidon) composés de farine, de maïs, et d'orge.

Produit Pays dont les données sont originaires (n° des échantillons)	Pas de LM		LM = 1 mg/kg		
	moyenne	p90	Moyenne	p90	% excédant
Produits à base d'orge moulue					
Canada (n=1)*	0,010	0,010	0,010	0,010	0
Royaume-Uni (n=10)	0,027	0,029	0,027	0,029	0
États-Unis (n=2)	0,020	0,020	0,020	0,020	0
Maïs/ flocons de maïs					
Autriche (n=18)*	0,040	0,071	0,040	0,071	0
Royaume-Uni (n=43)	0,123	0,194	0,101	0,193	2,3
Maïs/ fécule de maïs					
Canada (n=21)*	0,246	0,438	0,136	0,423	4,8
États-Unis (n=4)	0,386	0,884	0,155	0,344	25,0
Royaume-Uni (n=24)	0,038	0,058	0,038	0,058	0
Maïs/ semoule de maïs					
Brésil (n=18)*	0,030	0,030	0,030	0,030	0
Canada (n=11)*	0,051	0,200	0,051	0,200	0
Maïs/semoule de maïs et polenta					
Canada (n=58)	0,182	0,606	0,161	0,562	1,7
États-Unis (n=6)	0,265	0,557	0,265	0,557	0
Royaume-Uni (n=30)	0,130	0,294	0,130	0,294	0
Maïs/ amidon de maïs					
Autriche (n=4)*	0,025	0,025	0,025	0,025	0
États-Unis (n=1)*	0,020	0,020	0,020	0,020	0
Farine de blé					
Autriche (n=48)*	0,095	0,207	0,095	0,207	0
Brésil (n=409)	0,450	0,987	0,365	0,795	9,8
Canada (n=156)*	0,196	0,432	0,134	0,336	2,6
Chine (n=811)	8,252	0,494	0,115	0,328	5,8
États-Unis (n=1141)	0,168	0,460	0,114	0,385	2,5
Royaume-Uni (n=49)	0,107	0,294	0,107	0,294	0
Amidon de blé					
États-Unis (n=2)*	0,020	0,020	0,020	0,020	0
Blé ou semoule de maïs/couscous					
Autriche, semoule de maïs (n=6)	0,163	0,254	0,163	0,254	0
Brésil, semoule (n=1)	0,469	0,469	0,469	0,469	0
Canada, semoule de maïs (n=1)	0,098	0,098	0,098	0,098	0
Royaume-Uni, semoule de blé et couscous (n=4)	0,144	0,299	0,144	0,299	0

*Indique que tous les résultats étaient en dessous des limites de détection (LOD)

n; nombre d'échantillons

LM; limite maximale

p90; 90^{ème} percentile

% excédant; pourcentage des échantillons qui excède la LM

Toutes les valeurs ont été calculées en établissant les résultats consignés comme < LOD, < limites de quantification (LOQ) ou < limites de reportage (LOR) au LOD, LOQ ou LOR.e

6 Les résultats du tableau 1 indiquent que les niveaux de DON dans certains produits semi-transformés tels que le maïs/l'amidon de maïs, le maïs/la semoule de maïs/, l'amidon de blé, et blé ou le maïs/le maïs semoulier sont généralement inférieurs à la LM proposée de 1 mg/kg. La valeur de la LM proposée, par conséquent, peut être considérée comme trop élevée pour ces produits spécifiques. Toutefois la quantité de données ainsi que la représentation globale pour l'occurrence du DON pour ces denrées alimentaires spécifiques est restreinte et ne peut être considérée comme suffisante à l'heure actuelle pour examiner une LM distincte pour chaque produit. En outre les données ne sont peut-être pas suffisantes pour appliquer la LM proposée d'1 mg/kg à ces normes de produits spécifiques, au moins pour l'amidon du blé, le maïs/semoule de maïs/, amidon de blé, et blé ou maïs/maïs semoulier.

7 Les taux de consommation généraux pour le maïs/l'amidon de maïs, le maïs/la semoule de maïs/, l'amidon de blé, et le blé ou le maïs/le maïs semoulier n'étaient pas disponibles ce qui n'autorisait pas la détermination des concentrations de DON dans chacun de ces produits qui résulteraient dans l'atteinte de la valeur de la dose journalière maximale tolérable provisoire (DJMTP) de 1 µg/kg pc/jour ou de la dose de référence aiguë (RfD) de 8 µg/kg pc/jour dérivée par le JECFA (FAO/OMS, 2011). En ce qui concerne la farine, on ne prévoit pas que ces denrées alimentaires représentent généralement une large proportion de la consommation totale dans la catégorie plus large définie comme le blé ou le maïs/les produits transformés à base de son. En soi, on ne prévoit pas que l'exclusion de certaines ou de toutes ces normes de produits particulières issues de la LM proposée pour les produits semi-transformés ou l'établissement de LM inférieures pour ces normes de produits ait un impact important sur la diminution de l'exposition alimentaire au DON.

8 Si une LM unique harmonisée est maintenue pour les produits semi-transformés, ceci aiderait à assurer la protection de la santé humaine durant les années d'occurrence du DON potentiellement élevé dans les graines (comme durant les années pendant lesquelles les conditions climatiques favorisent la prévalence du DON). Si ces produits qui, basés sur les données actuellement disponibles, ne sont probablement pas des contributeurs importants à l'exposition diététique, sont exclus des produits semi-transformés, les Bonnes pratiques agricoles (BPA) et les Bonnes pratiques de fabrication (BPF) décrites dans le *Code d'usages pour la prévention et la réduction de la contamination par les mycotoxines des Céréales* (CAC/RCP 51-2003) devraient continuer à être utilisées pour maintenir les niveaux de DON aussi bas que cela est raisonnablement praticable (ALARA).

9 On ne prévoit pas que la LM proposée d'1 mg/kg résulte en des barrières commerciales puisque les données, bien que restreintes, indiquent toujours qu'une LM de 1 mg/kg est facilement praticable pour les produits semi-transformés. On prévoit qu'une LM harmonisée pour ces normes de produits, si possible, contribue à fournir une orientation et de la transparence au commerce international. Certains termes utilisés pour décrire les produits à base de grains transformés ne sont pas universels et le même terme peut représenter actuellement des produits qui étaient transformés différemment dans différentes parties du monde. Par exemple, dans certains pays, le terme de farine peut être utilisé plus généralement alors que d'autres peuvent actuellement décrire le même produit en tant que farine ou amidon à cause soit des différentes méthodes de transformation utilisées ou la fraction du blé complet qui constitue le composant principal des produits. Il est reconnu que différentes méthodes de transformation peuvent conduire à différents niveaux de DON dans les produits finaux à cause des concentrations variables de DON dans le composant différent du blé complet. Toutefois, les termes utilisés pour décrire certains produits ne reflètent pas nécessairement la méthode utilisée pour les préparer. Tandis que le Codex a développé des normes pour certains de ces produits semi-transformés tels que la farine de froment et le maïs/la semoule de maïs, les gruaux et le couscous, les normes ne sont actuellement pas disponibles pour distinguer clairement chaque terme utilisé afin de décrire les produits semi-transformés pour lesquels la LM est proposée pour s'appliquer. Une LM unique pour toutes les denrées alimentaires semi-transformées limiterait la confusion potentielle issue des différentes terminologies utilisées pour représenter ces produits dans différentes parties du monde.

Examen pour l'établissement d'une LM pour le son issu du blé ou le maïs/le son

10 La LM proposée pour le DON dans les produits semi-transformés dérivés du blé, du maïs et de l'orge a exclu jusqu'à présent les produits à base de son à cause de leur potentiel à excéder considérablement 1 mg/kg. Des études sur la distribution du DON dans les différentes fractions du blé ont indiqué que les concentrations de DON sont généralement plus élevées dans la peau externe de la graine et par conséquent plus élevées dans la portion du son (Young et al., 1984; Abbas et al. 1985; Trigo-Stockli et al., 1996; Schollenberger et al., 2002; Gartner et al., 2008). Le tableau 2 résume les données pour le DON dans le blé et le maïs/ le son de maïs qui ont été soumises en tant que jeux de données d'occurrence complètes des divers membres du groupe de travail électronique. Les résultats indiquent qu'une proportion élevée de ces échantillons contient des niveaux de DON qui excèderaient la LM proposée de 1 mg/kg.

Tableau 2 Résumé des données d'occurrence du DON (mg/kg) pour le blé et le maïs/le son de maïs soumis par divers pays membres.

Produit Pays dont les données sont originaires (n° des échantillons)	Pas de LM		LM = 1 mg/kg		
	moyenne	p90	moyenne	p90	% excédant
Maïs/ son de maïs					
Canada (n=2)	1,106	1,869	0,152	0,152	50,0
Royaume-Uni (n=8)	0,683	1,261	0,354	0,650	37,5
Son de blé					
Brésil (n=65)	1,574	3,050	0,550	0,948	50,8

Canada (n=46)	0,215	0,755	0,186	0,724	2,2
Chine (n=1)	0,010	0,010	0,010	0,010	0
Royaume-Uni (n=10)	0,268	0,496	0,268	0,496	0
États-Unis (n=68)	0,519	1,016	0,226	0,764	10,3

n; nombre d'échantillons

LM; limite maximale

p90; 90^{ème} percentile

% excédant; pourcentage des échantillons qui excède la LM

Toutes les valeurs ont été calculées en supposant des concentrations inférieures à LOD, limites de quantification (LOQ) ou < limites de reportage (LOR) au LOD, LOQ ou LOR.

11 Des taux de consommation globale spécifiques au blé ou son de maïs n'étaient pas disponibles. Toutefois, en utilisant des taux de consommation de son issus du Canada (Étude de santé de la Communauté canadienne, 2004, cycle 2.2) et des États-Unis (U.S. Département of Agriculture's Continued Survey for Food intakes by Individuals, 1994-96, 1998), les concentrations de DON dans le son de blé qui seraient requises pour la population générale afin d'atteindre une exposition au DON équivalente à une dose journalière maximale tolérable provisoire (DJMTP) d'1 µg/kg pc/jour et la dose de référence aigüe (ARfD) de 8 µg/kg pc/jour, dérivée par le JECFA (FAO/WHO, 2011), sont présentées dans le tableau 3. Un degré élevé de conservatisme a été employé en utilisant un haut de gamme (90^{ème} percentile), des chiffres de consommation des hommes « consommateurs seulement les plus élevés pour le son de blé. Les taux de consommation de son de maïs au Canada et aux États-Unis sont inférieurs aux taux de consommation de son de blé et par conséquent la consommation de son de maïs sera surestimée.

Tableau 3: Concentration de DON requise dans le son de blé pour l'exposition afin d'atteindre la DJMTP d'1 µg/kg pc/jour et l'ARfD de 8 µg/kg pc/jour. Les calculs sont basés sur un poids corporel moyen de 60kg.

Étude de la consommation d'aliments (pays)	Consommation de son de blé (g/jour)	Concentration de DON (mg/kg)	
		DJMTP	ARfD
Étude sanitaire de la Communauté canadienne, 2004 (Canada)	20,5	2,9	23,4
U.S. Département de l' Agriculture Continued Survey for Food Intakes by Individuals, 1994-96, 1998 (États-Unis)	22,3	2,7	21,5

DJMTP: dose journalière maximale tolérable provisoire

ARfD; dose de référence aigüe

12 Les concentrations de DON requises pour atteindre la DJMTP représenteraient des niveaux de DON dans le blé qui ne devraient pas être excédés sur des longues périodes de temps (nombreuses années) tandis que les valeurs pour atteindre la dose de référence aigüe (ARfD) sont des concentrations de DON qui ne devraient pas être excédées durant des événements uniques. Basée sur les taux de consommation de son de blé du Canada et des États-Unis, une LM aussi élevée que 2.7 mg/kg pour le DON dans les produits semi-transformés à base de blé, serait considérée comme protectrice de la santé humaine. La LM la plus élevée résulterait aussi en un taux inférieur de dépassement de la LM.

13 Toutefois les données pour l'occurrence du DON dans les produits à base de blé restent limitées à l'heure actuelle, en particulier pour le son de maïs. En outre, les données de consommation pour le blé et le son de maïs avec une représentation globale devraient être examinées avant le développement d'une LM pour le DON dans le blé. Le Comité devrait continuer à exclure le son de la catégorie des produits semi-transformés issus du blé, du maïs/ et de l'orge, pour lesquels une LM d'1 mg/kg est proposée, jusqu'à ce que des données d'occurrence additionnelles du DON pour le blé et le son de maïs soient rassemblées et soumises à examen et que les taux de consommation dans d'autres parties du monde, en particulier pour le son soient disponibles. Une LM distincte pour le DON dans le son pourrait être examinée par le Comité lors du réexamen de la possibilité d'établir des ML pour les dérivés acétylés du DON qui est programmé pour la huitième session du CCCF.

Examen d'une LM inférieure à 0,5 mg/kg pour le DON dans les aliments à base de céréales destinés aux nourrissons et aux jeunes enfants.

14 Lors de la sixième session du CCCF, Le Comité a été présenté avec une LM de 0,5 mg/kg pour le DON dans tous les aliments à base de céréales pour les nourrissons et les enfants en bas âge. La pertinence des céréales destinées aux nourrissons pour le commerce international a été soulevée durant la session, à la lumière des "Critères pour l'établissement des limites maximales dans l'alimentation humaine et l'alimentation animale" dans la *Norme générale pour les contaminants et les toxines dans les produits de consommation humaine et animale* ce qui suggère que les LM devraient être examinées pour les denrées alimentaires avec des implications commerciales importantes.

15 Au Canada, entre 2007 et 2011, la valeur totale des préparations importées des céréales, de la farine, de l'amidon, du malt, ou du lait pour un emploi pour les nourrissons, destinées à la vente au détail, allait de 89 à 123 millions de dollars U.S. par an (données générées du site Web de l'industrie du Canada et obtenues à partir des Statistiques du Canada et le bureau Census U.S. (Département du Commerce des États-Unis) (http://www.ic.gc.ca/sc_mrkti/tdst/tdo/tdo.php#tag)). Alors que ces figures comprennent plus de denrées alimentaires qu'uniquement les aliments pour nourrissons à base de céréales, elles suggèrent toujours que pour certains pays, les aliments pour nourrissons à base de céréales peuvent avoir des implications commerciales modérées.

16 Les LM pour les grains de céréales brutes et les produits semi-transformés sont destinées à garantir que les niveaux de DON dans les aliments finis sont suffisamment bas pour continuer à protéger la santé humaine. En conséquence, des LM additionnelles pour les aliments finis ne sont pas requises. Toutefois, une LM pour le DON dans les aliments à base de céréale destinés aux nourrissons et enfants de bas-âge a été proposée à la sixième session du CCCF basée sur l'indication que les jeunes enfants sont considérés comme le sous-groupe le plus vénérable aux effets toxicologiques chroniques de l'exposition de croissance réduite/croissance retardée du DON. Il est recommandé que le Comité continue à proposer une LM pour le DON dans les aliments à base de céréales destinés aux nourrissons et aux jeunes enfants.

17 Les données présentées lors de la sixième session du CCCF ont montré qu'un niveau moyen de DON d'au moins approximativement 0,4 mg/kg est requis pour garantir que l'exposition au DON pour même les consommateurs de produits haut de gamme de céréales pour nourrissons reste en dessous de la dose de référence aiguë (ARfD) du JECFA (CX/CF 12/6/9, Tableau 7). Il a été démontré que la dose de référence aiguë pour le DON de 8 µg/kg pc/jour ne serait pas excédée par des consommateurs de produits haut de gamme de céréales pour nourrissons avec les niveaux de DON allant jusqu'à 0,4 mg/kg. Les données d'occurrence pour le DON dans les aliments à base de céréales destinés aux nourrissons et aux jeunes enfants soumises en tant qu'ensembles de données complètes par divers membres du groupe de travail électronique sont résumées dans le tableau 4.

Tableau 4 Le résumé des données d'occurrence pour les aliments à base de céréale destinés aux nourrissons et enfants de bas-âge.

Produit Pays dont les données sont originares (n° des échantillons)	Pas de LM	LM = 0,5 mg/kg		LM = 0,4 mg/kg		LM = 0,3 mg/kg		LM = 0,2 mg/kg	
	Moyenne	Moyenne	% excède	Moyenne	% excède	Moyenne	% excède	Moyenne	% excède
Biscuits, biscottes et biscuits pour les enfants									
Royaume-Uni (n=22)	0,039	0,039	0	0,039	0	0,039	0	0,039	0
Aliments à base de céréales pour nourrissons									
Autriche (n=68)	0,027	0,027	0	0,027	0	0,027	0	0,027	0
Canada (n=527)	0,052	0,040	1,7	0,037	2,3	0,033	3,6	0,029	5,1
Royaume-Uni (n=78)	0,021	0,021	0	0,021	0	0,021	0	0,021	0
Aliments pour nourrissons et enfants en bas âge*									
Royaume-Uni (n=64)	0,036	0,036	0	0,036	0	0,036	0	0,036	0
Pâtes pour enfants									
Royaume-Uni (n=16)	0,036	0,036	0	0,036	0	0,036	0	0,024	6,3

*Non déterminé si les aliments sont composés de, ou contiennent des graines de céréales

LM; limite maximale

p90; 90ème percentile

% excédant; pourcentage des échantillons qui excède la LM

18 Les données d'occurrence du tableau 4 montrent que les concentrations moyennes de DON dans les aliments pour nourrissons sont généralement inférieures à 0,05 mg/kg. En tant que tel, les niveaux de DON actuels dans les aliments à base de céréales sont inférieurs à tout niveau qui pourrait représenter un problème de santé. Les résultats du tableau 4 montrent également la probabilité basse des aliments à base de céréales destinés aux nourrissons excédant une LM de 0,02 mg/kg et par conséquent qu'une telle LM serait facilement praticable.

19 Toutefois, il devrait être noté qu'une large proportion des données soumises sont originaires des membres du CCCF de l'Europe là où une LM de 0,02 mg/kg pour le DON dans les aliments transformés à base de céréales pour les nourrissons a été en vigueur pendant un certain nombre d'années. En outre, seules les données de trois pays étaient disponibles. Une représentation plus mondiale de l'occurrence de DON dans les aliments à base de céréales est requise avant de déterminer une LM appropriée pour ces denrées alimentaires. En tant que tel, le Comité peut considérer de maintenir la LM actuellement proposée de 0,05 mg/kg pour les aliments à base de céréales destinés aux nourrissons et aux jeunes enfants. Le Comité devrait aussi recommander que les pays membres rassemblent des données d'occurrence pour les aliments à base de céréales et soumettent des ensembles de données complètes pour examiner une LM plus basse pour ces denrées alimentaires.

COURBES D'EFFICACITÉ OPÉRATIONNELLES EN SOUTIEN DES PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE ASSOCIÉS PRÉSENTES DANS LE DOCUMENT CX/CF 12/6/9

20 Le projet de plan d'échantillonnage qui a été proposé et présenté dans le document CX/CF 12/6/9 du CCCF n'a pas été reproduit dans le présent document mais est disponible pour consultation sur le site web du Codex Alimentarius. Les courbes d'efficacité opérationnelles présentées dans le présent texte ont été établies pour démontrer et décrire la performance du plan d'échantillonnage du DON initialement proposé dans CX/CF 12/6/9. Elles sont présentées pour observations et examen par le Comité.

21 En particulier, l'évaluation de la performance du plan d'échantillonnage antérieurement proposée (se trouve dans CX/CF 12/6/9) pour les graines de céréales brutes (blé, orge et maïs bruts) est basée sur les résultats de trois études d'échantillonnage conduites par Whitaker et collègues (Whitaker et al., 2000; Whitaker et al., 2002; et Whitaker et al. 2003), et Freese et collègues (Freese et al. 2000), pour le blé, l'orge et le maïs égrené. Les courbes d'efficacité opérationnelles ont été préparées par le Dr. Thomas Whitaker en utilisant les données de laboratoire collectées dans ces études ainsi que certaines hypothèses additionnelles qui sont détaillées dans le texte ci-dessous.

22 Le développement d'une méthode pour évaluer la performance d'un plan d'échantillonnage du DON peut être considéré comme une partie essentielle de la désignation des plans d'échantillonnage et l'établissement d'un niveau maximal pour le DON dans le blé brut, l'orge brute et le maïs égrené. La concentration de DON d'un lot en vrac est évaluée en mesurant la concentration de DON dans les échantillons pris d'un lot. À cause de la variabilité associée à la procédure d'essai pour le DON (échantillonnage, préparation de l'échantillonnage, et analyse) la véritable concentration de DON d'un lot en vrac ne peut pas être déterminée avec 100 pour cent de certitude ; Par conséquent, certains bons lots (concentration du lot inférieure au niveau maximal) seront rejetés par le plan d'échantillonnage et (risque du vendeur) et certains mauvais lots concentration du lot supérieure à la limite maximale) seront acceptés par un plan d'échantillonnage (risque de l'acheteur) . L'évaluation de la performance d'un plan d'échantillonnage du DON requiert une connaissance de la variabilité et de la distribution parmi les résultats de test d'échantillon reproduits issus d'un lot contaminé

23 A partir de ces résultats de variance, on peut déterminer combien chaque étape de la procédure d'essai du DON contribue à la variabilité totale. Cette connaissance aidera à déterminer la meilleure façon de réduire la variabilité totale de la procédure d'essai du DON et d'obtenir des évaluations plus précises de la vraie concentration de DON dans des lots en vrac de blé brut, d'orge brute et de maïs égrené.

24 Un plan d'échantillonnage est défini par un niveau d'acceptation/rejet (peut ou ne peut pas être la limite maximale) et une procédure d'essai du DON. La procédure d'essai du DON est définie par le nombre et la taille des échantillons, la méthode de préparation de l'échantillonnage (type broyeur c'est-à-dire le degré de broyage ou de pulvérisation de l'échantillon) et la taille de la prise d'essai (c'est-à-dire la taille du sous-échantillon), la méthode/procédure analytique et le nombre d'aliquotes quantifiées. Les méthodes de sélection des échantillons devraient également être considérées et devraient être un processus aléatoire, impartial et représentatif. Les probabilités acceptées sont utilisées pour calculer une courbe d'efficacité opérationnelle (OC) spécifique à modèle de plan d'échantillonnage. La courbe d'efficacité fournit une estimation des bons lots rejetés (risque de l'exportateur ou du vendeur) et des mauvais lots acceptés (risque de l'importateur et de l'acheteur)

25 A cause des incertitudes associées à la procédure d'essai du DON, deux types d'erreurs peuvent être effectuées lors de l'utilisation d'un plan d'échantillonnage pour le DON pour répertorier les lots en tant que bons (concentration du lot en -dessous du niveau maximum) ou mauvais (concentration du lot au -dessus du niveau maximum). Parfois des bons lots seront testés comme "mauvais" par le plan d'échantillonnage et seront rejetés. Les bons lots rejetés sont souvent appelés faussement positifs ou au risque du vendeur. Parfois de mauvais lots seront testés comme "bons" par le plan d'échantillonnage et acceptés. Les mauvais lots acceptés sont souvent appelés faussement négatifs ou au risque du vendeur. La définition de vendeur ou d'acheteur dépend de l'endroit où le lot a été testé dans le système de marché. Si les lots sont testés dans le marché d'exportation, le vendeur et l'acheteur sont respectivement des importateurs et des exportateurs. Les risques du vendeur et de l'acheteur associés à un plan d'échantillonnage du DON peuvent être prédits à l'aide d'une courbe d'efficacité opérationnelle.

26 Une courbe d'efficacité opérationnelle généralisée est indiquée dans la figure 1. Une courbe d'efficacité opérationnelle indique les chances d'acceptation d'un lot à une concentration donnée par un plan d'échantillonnage spécifique. Les chances des lots rejetés peuvent également être déterminées en soustrayant le pourcentage des lots acceptés de 100 pour cent. Les lots avec des niveaux de DON inférieurs au niveau maximal qui sont rejetés par un plan d'échantillonnage représentent le risque du vendeur qu'un bon lot soit rejeté par le modèle d'un plan d'échantillonnage. Les lots avec des niveaux de DON supérieurs au niveau maximal qui sont acceptés par un plan d'échantillonnage représentent le risque de l'acheteur que des mauvais lots soient acceptés par le modèle d'un plan d'échantillonnage. Le risque du vendeur (bons lots rejetés) est représenté par la zone au-dessus de la courbe d'efficacité opérationnelle et en-dessous de la limite maximale. Le risque de l'acheteur (mauvais lots acceptés) est représenté par la zone en dessous de la courbe d'efficacité opérationnelle et à gauche de la limite maximale. Un bon plan d'échantillonnage devrait essayer de minimiser les risques de l'acheteur et du vendeur pour les ressources disponibles.

27 La réduction de la variabilité associée à la procédure d'essai de la mycotoxine diminuera à la fois les risques du vendeur et de l'acheteur avec un modèle de plan d'échantillonnage. Généralement la variabilité d'une procédure d'essai de la mycotoxine peut être réduite en augmentant la taille de l'échantillon (ou nombre des échantillons d'une taille donnée), en broyant l'échantillon en de plus petites particules, en augmentant la taille de la prise d'essai , en augmentant le nombre d'aliquotes quantifiées et/ou en utilisant une méthode analytique plus précise. Le choix de réduire la variabilité constitue un compromis entre les risques réduits au maximum (faussement positifs et faussement négatifs) et les frais relatés à l'échantillonnage et/ou au commerce restrictif. Par exemple en augmentant le nombre ou la taille de l'échantillon de laboratoire, la variabilité peut être réduite mais les frais peuvent augmenter en conséquence de l'obtention d'un échantillon plus large.

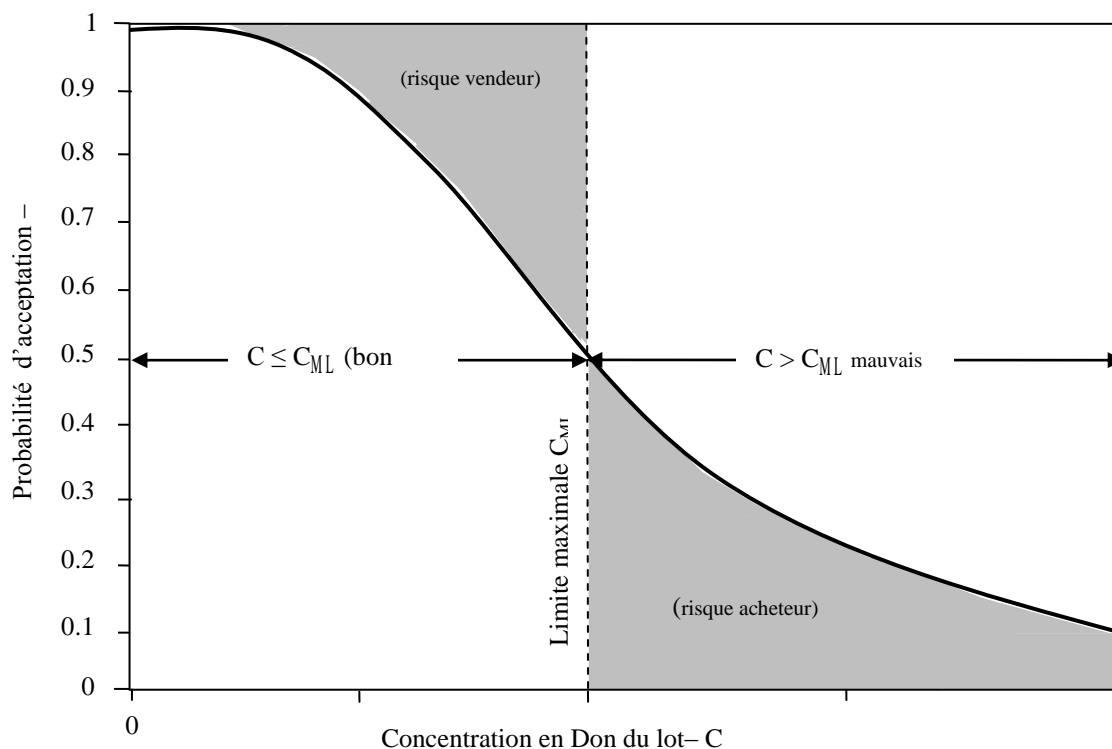


Figure 1 Forme caractéristique d'une courbe d'efficacité utilisée pour évaluer le risque de l'acheteur (faussetment négatifs ou mauvais lots acceptés) et risques du vendeur (faussetment positifs ou bons lots rejetés) associée à un plan d'échantillonnage. La zone en dessous de la courbe d'efficacité pour les concentrations de lots inférieures à la limite réglementaire $C > C_{ML}$ représente le risque de l'acheteur tandis que la zone au-dessus de la courbe d'efficacité opérationnelle pour des concentrations de lots inférieures ou égales à la limite réglementaire ($C \leq C_{ML}$) représente le risque du vendeur pour un plan d'échantillonnage particulier.

Des études originales conduites par Whitaker et collègues et Freese et collègues pour le blé brut, l'orge et le maïs égréné

28 À partir des études d'échantillonnage conduites par Whitaker et collègues (Whitaker et al., 2000; Whitaker et al., 2002; et Whitaker et al. 2003), et Freese et collègues (Freese et al. 2000) décrites ci-dessus, l'échantillonnage, la préparation de l'échantillon, et la variance analytique ainsi que la prise d'essai du DON pour le blé brut, le maïs et l'orge sont indiqués dans le tableau 5. La variance de la préparation de l'échantillon à partir de trois études d'échantillonnage a reflété un broyage à sec avec un broyeur Romer et ou une prise d'essai de 25 ou 50 g pour l'extraction du DON dans l'étape de la préparation de l'échantillon.

29 Les équations sont également présentées dans le tableau 5 décrivant la variance de l'échantillonnage (S^2_s) pour toute taille d'échantillonnage n_s dans un certain nombre de graines; la variance de la préparation de l'échantillon (S^2_{sp}) pour le broyeur Romer et toute portion de prise d'essai n_{ss} en grammes; et la variance analytique (S^2_a) pour soit Romer FluoroQuant ou HPLC utilisant tout nombre d'aliquotes n_a , comme une fonction de la concentration du DON C en $\mu\text{g/g}$ pour le blé, l'orge et le maïs. Dans les expériences originales, tous les échantillons ont été broyés avec un broyeur Romer.

Tableau 5 Les variances associées à la prise d'essai du DON à partir d'études conduites par Whitaker et collègues (Whitaker et al., 2000; Whitaker et al., 2002; et Whitaker et al. 2003), et Freese et collègues (Freese et al. 2000), pour chaque céréale présentant de l'intérêt (le blé, l'orge et le maïs égrené.)

Variance et prise d'essai	pour le blé brut	pour l'orge brute	pour le maïs brut
Variance			
Échantillonnage (S^2_s)	$= (13,620/ns)0.026C^{0.833}$	$= (77,000/ns)0.0122C^{0.947}$	$= (3,000/ns)0.202C^{1.923}$
Préparation de l'échantillon (S^2_{sp})	$= (25/nss)0.066C^{0.833}$	$= (50/nss)0.003C^{1.956}$	$= (50/nss)0.0193C^{1.140}$
Analytique (S^2_a)†	$= (1/na)0.026C^{0.833}$	$= (1/na)0.0108C^{1.055}$	$= (1/na)0.0036C^{1.507}$
Total	$S^2_t = S^2_s + S^2_{sp} + S^2_a$	$S^2_t = S^2_s + S^2_{sp} + S^2_a$	$S^2_t = S^2_s + S^2_{sp} + S^2_a$
Procédure d'essai			
taille échantillon de lab (ns; no.de noyaux)	30 800 noyaux/kg	30 000 noyaux/kg	3 000 noyaux/kg
Taille de la prise d'essai broyée (nss)	masse (g)broyage à sec Romer – 25 g	masse (g)broyage à sec Romer – 50 g	masse (g)broyage à sec Romer – 25 g
Nombre d'aliquotes (na)	quantifiées par Romer FluoroQuant	quantifiées par Romer FluoroQuant	quantifiées par Romer Malone HPLC

†La variance analytique reflète la variabilité analytique au sein d'un laboratoire unique qui est inférieure à la variabilité analytique parmi les laboratoires.

Performance des plans d'échantillonnage du déoxynivalenol pour le blé, l'orge et le maïs égrené bruts

Prise d'essai du déoxynivalenol et niveaux maximaux issus du projet du plan d'échantillonnage présenté dans CX/CF 12/6/9

30 Le projet de plan d'échantillonnage a été présenté antérieurement (au sein de CX/CF 12/6/9) à des fins de l'application et de contrôle relatif aux cargaisons en vrac (lots) de blé, d'orge et de maïs égrené bruts commercialisés sur le marché d'exportation. La prise d'essai du DON en soutien du plan d'échantillonnage proposée est comme suit (résumé):

Limite d'acceptation / de rejet (égale à la LM proposée) – 2 mg/kg céréales brutes (blé, maïs égrené et orge)

Nombre d'échantillons de laboratoire – 1

Taille de l'échantillon de laboratoire – 10 kg

Préparation de l'échantillon – broyage à sec avec un broyeur similaire au broyeur Romer et une prise d'essai qui représente 25 g

Méthode analytique – Estimation Horowitz de la variance entre lab comme cela a été recommandé par FAPAS

Règle de décision – Si le résultat de test du DON est moindre ou égal à 2 mg/kg/g de DON pour à la fois des échantillons de laboratoire de 10 kg alors accepter le lot. Sinon rejetez le lot.

Performance des plans d'échantillonnage du DON pour le blé brut, l'orge et le maïs égrené ainsi que cela a été proposé dans CX/CF 12/6/9

31 La variance de l'échantillonnage considère que les échantillons de laboratoire sont représentatifs du lot. On considère que les méthodes de sélection de l'échantillon décrites dans le document CX/CF 12/6/9 surmontent toute absence d'homogénéité spatiale des graines contaminées dans le lot en vrac et que les échantillons sont représentatifs du lot. On considère que la concentration du lot est la même que la concentration de l'échantillon et que les décisions à propos du lot en vrac sont effectuées en se basant sur la valeur de l'échantillon.

32 La distribution logarithmique a fourni un équilibre acceptable à la distribution observée du DON parmi les résultats de prise d'essai pour les grains de blé bruts issus de l'étude de Whitaker et collègues (Whitaker et al., 2000; Whitaker et al., 2002). La distribution logarithmique a alors été utilisée pour prévoir la distribution parmi les résultats de test du DON pour les prises d'essai autres que celles utilisées dans le modèle expérimental de l'étude d'origine, pour chacune des céréales brutes (blé, maïs et orge)

33 Les variances associées à l'échantillonnage, la préparation de l'échantillon, et l'analyse de chacune des céréales brutes (blé, maïs égrené et orge) (tableau 6) et leurs distributions associées du DON sont utilisées pour calculer les courbes d'efficacité opérationnelles qui décrivent la performance du plan d'échantillonnage du DON proposé pour chaque grain de céréales. En utilisant les informations sur la variance et la distribution des études précédentes (tableau 5) ainsi que les modifications détaillées ci-dessous, un modèle informatique a été développé pour prévoir la probabilité de l'acceptation ou du rejet des lots de blé brut, d'orge brut et du maïs égrené utilisant des modèles de plan d'échantillonnage spécifiques.

34 La variance analytique mesurée dans chacune des études d'échantillonnage pour le blé brut, l'orge brute et le maïs égrené (tableau 5) reflète la variance de laboratoire pour chaque céréale. Toutefois pour les trois céréales brutes, la variance intralaboratoire a été remplacée par une évaluation des méthodes analytiques reflétant l'incertitude interlaboratoires de Horowitz qui est fondée sur les données du schéma de l'évaluation de la performance de l'analyse des aliments FAPAS) (Thompson, 2000). La variance analytique convertie mentionnant la fidélité interlaboratoires de Horowitz était de $s^2 = (1/na)0,0256C^{1.699}$ ou s^2 représente la variance analytique interlaboratoire et na est le nombre d'aliquotes quantifié par la méthode analytique.

35 Eu égard aux présomptions décrites ci-dessus, la variance de la préparation de l'échantillon et les variances analytiques sont supposées être les mêmes pour les trois denrées alimentaires brutes (blé, orge et maïs égrené) dans la génération des courbes d'efficacité opérationnelle qui sont présentées ici. La variance de la préparation de l'échantillon reflète le broyage à sec et une prise d'essai de 25 grammes. La variance analytique reflète la variance interlaboratoires calculé à partir de l'équation de Horowitz. Les variances sont une fonction de la concentration du DON, ainsi toutes les différences de calculs sont faites au niveau maximal proposé de 2 µg/g. Un résumé des variances associées à l'échantillonnage, la préparation de l'échantillon et l'analyse lors du testage du DON dans les lots en vrac du blé brut, l'orge brute et le maïs égrené à 2 µg/g de DON est présentée dans le tableau 6.

36 La courbe d'efficacité opérationnelle pour le blé, le maïs, l'orge décrivant la performance du plan d'échantillonnage proposé décrit dans CX/CF 12/6/9 est indiquée dans la figure 2. La courbe d'efficacité opérationnelle est plus plate pour le maïs égrené reflétant la variabilité élevée de la prise d'essai du DON pour le maïs égrené, en particulier l'étape de l'échantillonnage. La courbe d'efficacité plus plate pour le maïs égrené indique que pour la taille d'un échantillon de laboratoire donné, à la fois le risque de l'exportateur (bons lots rejetés) et le risque de l'importateur (mauvais lots acceptés) sont plus importants pour le maïs égrené que ceux pour le blé et l'orge. La courbe d'efficacité indique que le blé et l'orge présentent des risques pour l'exportateur et l'importateur inférieurs à ceux du maïs égrené pour la même taille d'échantillon. L'orge tend à avoir la variabilité la plus basse et par conséquent les risques les plus bas de l'importateur et de l'exportateur.

Tableau 6 Résumé des variances pour les grains de blé bruts, les grains d'orge bruts et le maïs égrené; supposant un broyage de suspension aqueuse et un protocole pour un écart-type relatif de reproductibilité (RSD) du FAPAS

Tableau 6a. Blé (30,000 graines/kg)

Taille de l'échantillon (kg)	Variance à 2 mg/kg				Taux d'échantillonnage au Total (%)
	Échantillonnage (Blé)	Préparation échantillon ¹ (Romer- 25g)	Analyse (Horwitz)	Total	
0.1	0.2103	0.1176	0.0831	0.4110	51.2
0.5	0.0421	0.1176	0.0831	0.2427	17.3
1.0	0.0210	0.1176	0.0831	0.2217	9.5
2.0	0.0105	0.1176	0.0831	0.2112	5.0
5.0	0.0042	0.1176	0.0831	0.2049	2.1
10.0	0.0021	0.1176	0.0831	0.2028	1.0

Tableau 6b. Orge (30,800 noyaux/kg)

Taille échantillon (kg)	Variance à 2 mg/kg				Taux d'échantillonnage au Total (%)
	Échantillonnage (Orge)	Préparation échantillon ¹ (Romer-25g)	Analyse (Horwitz)	Total	
0.1	0.5880	0.0233	0.0831	0.6944	84.7
0.5	0.1176	0.0233	0.0831	0.2240	52.5
1.0	0.0588	0.0233	0.0831	0.1652	35.6
2.0	0.0294	0.0233	0.0831	0.1358	21.6
5.0	0.0118	0.0233	0.0831	0.1182	10.0
10.0	0.0059	0.0233	0.0831	0.1123	5.2

Tableau 6c. maïs égrené (3,000 graines/kg)

Taille échantillon (kg)	Variance à 2 mg/kg				Taux d'échantillonnage au total (%)
	Échantillonnage Maïs	Préparation échantillon ¹ (Romer-25g)	Analyse (Horwitz)	Total	
0.1	7.6601	0.0851	0.0831	7.8282	97.9
0.5	1.5320	0.0851	0.0831	1.7002	90.1
1.0	0.7660	0.0851	0.0831	0.9342	82.0
2.0	0.3830	0.0851	0.0831	0.5512	69.5
5.0	0.1532	0.0851	0.0831	0.3214	47.7
10.0	0.0766	0.0851	0.0831	0.2448	31.3

¹ Variance de la préparation de l'échantillon reflète le broyage à sec

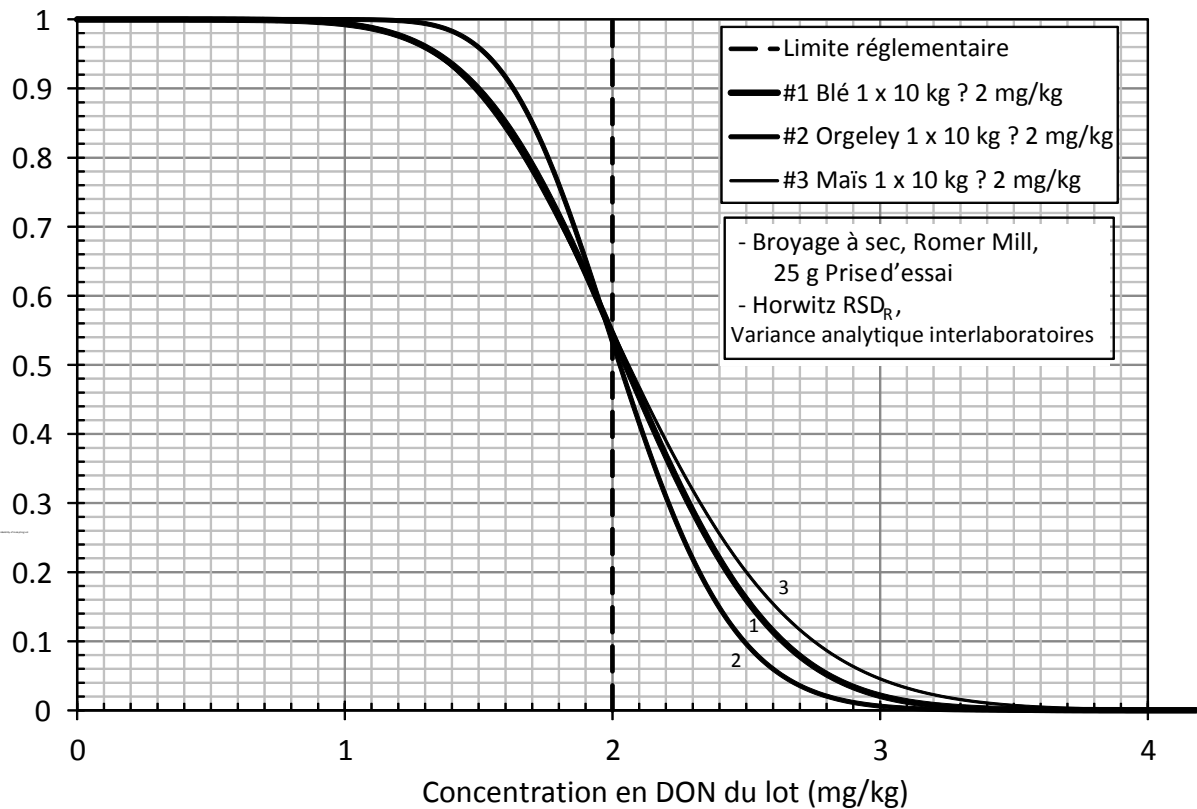


Figure 2 Courbe d'efficacité opérationnelle décrivant la performance du plan d'échantillonnage du déoxynivalenol pour le blé brut, l'orge brute et le maïs égrené pour un niveau maximal de 2 mg/kg. La taille de l'échantillon est de 10 kg, la préparation de l'échantillon est une prise d'essai de 25 g prise de l'échantillon issu d'un échantillon haché utilisant une suspension aqueuse et des méthodes analytiques reflétant l'incertitude FAPAS interlaboratoires.

Effet de la diminution de la taille d'un échantillon de laboratoire unique testé par lot par rapport à celui proposé dans CX/CF 12/6/9

37 Les courbes d'efficacité opérationnelle décrivant la performance du plan d'échantillonnage du DON pour le blé brut pour une LM de 2 mg/kg et les tailles des échantillons de laboratoire de 0,1, 0,2, 0,5, 1,0 et 10,0 kg, et pour l'orge brute pour une LM de 2 mg/kg et des tailles de l'échantillon de laboratoire de 0,5, 1,0, 5,0 et 10,0 kg sont indiquées dans les figures 3 et 4. Les courbes d'efficacité reflètent la variance associée à la préparation de l'échantillon par broyage à sec, à 25 g de prise d'essai et les méthodes analytiques reflétant l'incertitude FAPAS interlaboratoires. À partir de ces figures, il est possible d'identifier un seuil au stade duquel, l'augmentation de la taille de l'échantillon ne diminue plus les chances de rejet des lots avec des concentrations en-dessous de la LM et les chances d'acceptation de lots avec des concentrations au-dessus de la LM c'est-à-dire il n'existe pas de diminution substantielle plus avant à la fois des faussement positifs et des faussement négatifs). Les résultats suggèrent qu'il y a un petit bénéfice associé à l'augmentation des tailles d'échantillon au-dessus de 1,0 kg pour le blé et l'orge.

38 Les courbes d'efficacité décrivant la performance du plan d'échantillonnage du DON pour le maïs égrené brut pour une LM de 2 mg/kg, et des tailles d'échantillon de laboratoire de 1,0, 2,0 et 5,0, 7,0 et 10,0 kg sont indiquées dans la figure 5. Les courbes d'efficacité reflètent la variance associée au broyage à sec, une prise d'essai de 25 g et les méthodes analytiques reflétant l'incertitude FAPAS interlaboratoires. La variance de l'échantillonnage pour le maïs égrené est plus large que celle pour le blé et l'orge. Par conséquent, la variance de l'échantillonnage reste une portion importante de la variance totale même des tailles d'échantillonnage plus élevées contrairement aux cas du blé et de l'orge.

39 Il semble que pour la taille d'un échantillon donné, plus la taille du noyau est petite, (c'est-à-dire plus de noyaux par unité de masse), plus la variabilité de l'échantillonnage est basse. À la fois le blé et l'orge (approx. 30 000 graines/kg) ont un nombre plus large de graines par unité de masse que le maïs égrené (approx. 3000 graines/kg). Pour le maïs égrené, les tailles de l'échantillon de 5 à 10 kg peuvent être plus appropriées avec des courbes d'efficacité indiquant qu'il y a un bénéfice à utiliser une taille d'échantillon d'au moins 5 kg.

40 Les courbes d'efficacité montrées dans les figures 3, 4 et 5, fournissent une indication de l'interaction entre le niveau maximal et la taille de l'échantillon de laboratoire, en ce qui concerne la façon dont la taille de l'échantillon peut être utilisée pour minimiser les chances d'acceptation des lots avec des concentrations du DON supérieures à la LM proposée. Par exemple, si un plan d'échantillonnage devait être conçu qui n'acceptait pas plus de 10 pour cent de lots de maïs égrené brut à 3 mg/kg ou plus élevé, alors 1 x 5 kg (taille de l'échantillon de laboratoire) \leq 2 mg/kg (LM proposée) (Figure 5) satisferrait à ce critère.

41 Le CCCF doit décider s'il est plus pratique d'utiliser un plan d'échantillonnage pour toutes les céréales brutes, ou si des modèles de plan d'échantillonnage différents devraient être utilisés pour les grains plus petits (blé et orge; 1,0 kg) et le maïs égrené (5 kg). Si le CCCF décide d'utiliser un plan d'échantillonnage pour les trois céréales brutes, alors la denrée alimentaire avec la plus grande variabilité (maïs égrené) devrait être utilisée pour façonner un tel plan. Le plan d'échantillonnage proposé dans CX/CF 12/6/9 avait proposé qu'un échantillon de 10 kg soit pris pour toutes les céréales brutes (blé, orge et maïs), toutefois les données reportées ici indiquent qu'une taille d'échantillon de 5 kg devrait être adéquate pour le blé brut, l'orge brute et le maïs égrené.

42 La question de la correction des résultats de test analytique pour le recouvrement, l'estimation de la mesure relative à l'incertitude et le report des résultats n'est pas abordée dans le présent document. Toutefois, certains critères de performance pour les méthodes analytiques comprenant des suggestions pour la gamme de taux de recouvrement ont été inclus dans CX/CF 12/6/9. Les membres du CCCF peuvent souhaiter de débattre plus avant des corrections pour le recouvrement et les estimations des mesures relatives à l'incertitude dans le contexte du rapport des résultats à des fins d'exécution. Le besoin d'établir des critères de performance généraux pour les méthodes d'analyse pour le DON pourrait aussi indiqué au Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (CCMAS) pour développement futur.

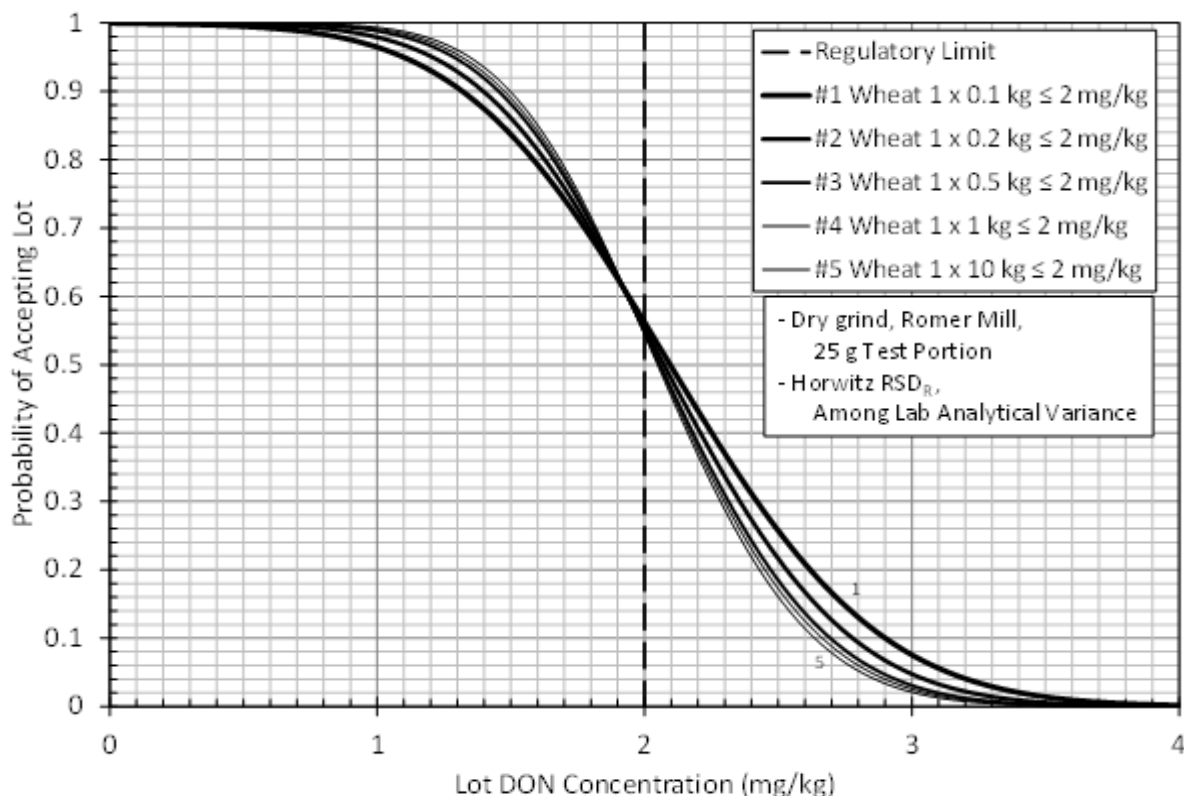


Figure 3. Courbe d'efficacité opérationnelle prévoyant la performance des plans d'échantillonnage du DON pour le blé brut qui utilise des tailles d'échantillon de 0.1, 0.2, 0.5, 1.0, et 10 kg pour détecter du DON dans des lots pour une limite maximale de 2 mg/kg. Une préparation de l'échantillon est une prise d'essai de 25 g issue d'un échantillon haché à sec et des méthodes analytiques reflétant l'incertitude interlaboratoires du FAPAS.

Regulatory limite : limite réglementaire

Wheat : blé

Dry grind : Broyage à sec

Mill : broyeur

Test portion : prise d'essai

Among Lab Analytical Variance : variance analytique interlaboratoires

Lot Don Concentration (mg/kg) : concentration en DON du lot

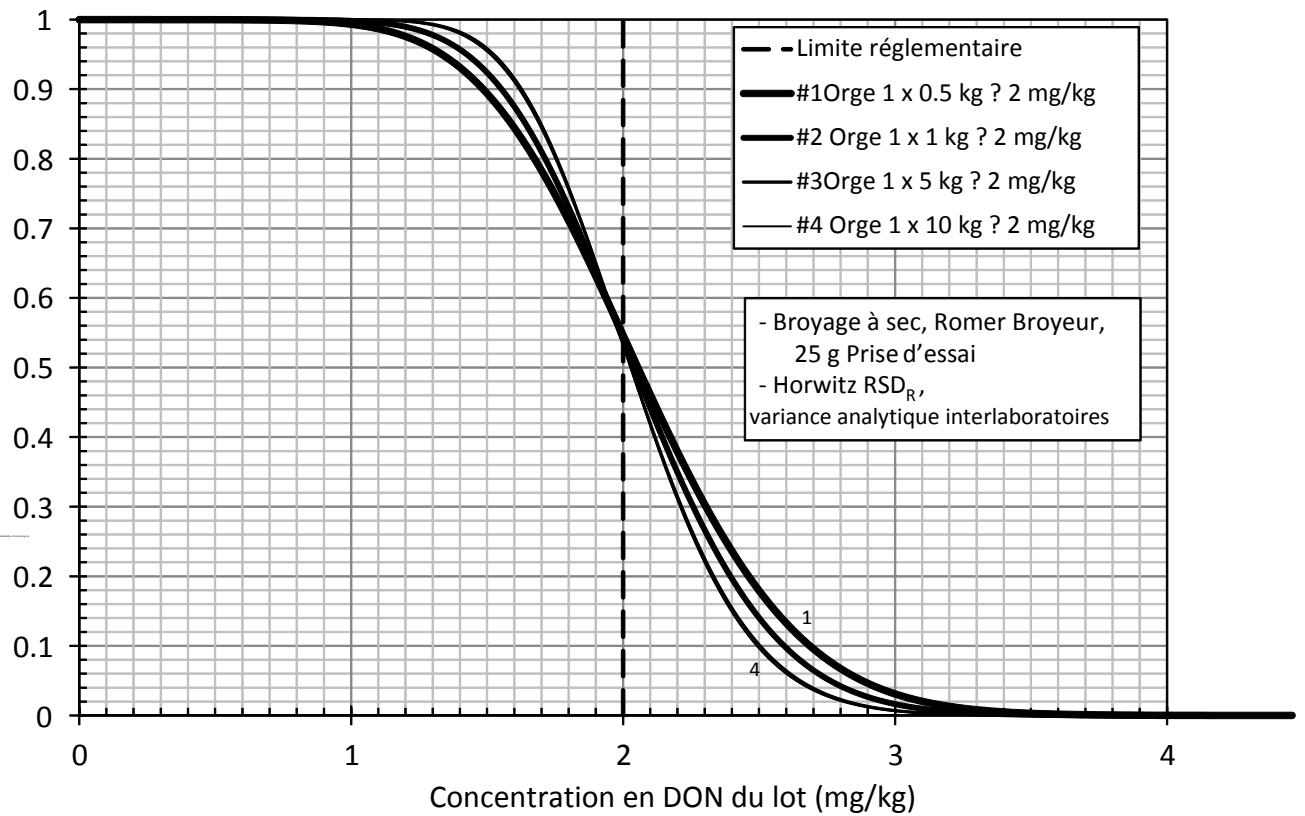


Figure 4. Courbe d'efficacité opérationnelle prévoyant la performance des plans d'échantillonnage du DON pour l'orge brute qui utilise des tailles d'échantillon de 0,5 ; 1,5 et 10 kg pour détecter du DON dans des lots pour une limite maximale de 2 mg/kg. Une préparation de l'échantillon est une prise d'essai de 25 g issue d'un échantillon haché à sec et des méthodes analytiques reflétant l'incertitude interlaboratoires du FAPAS

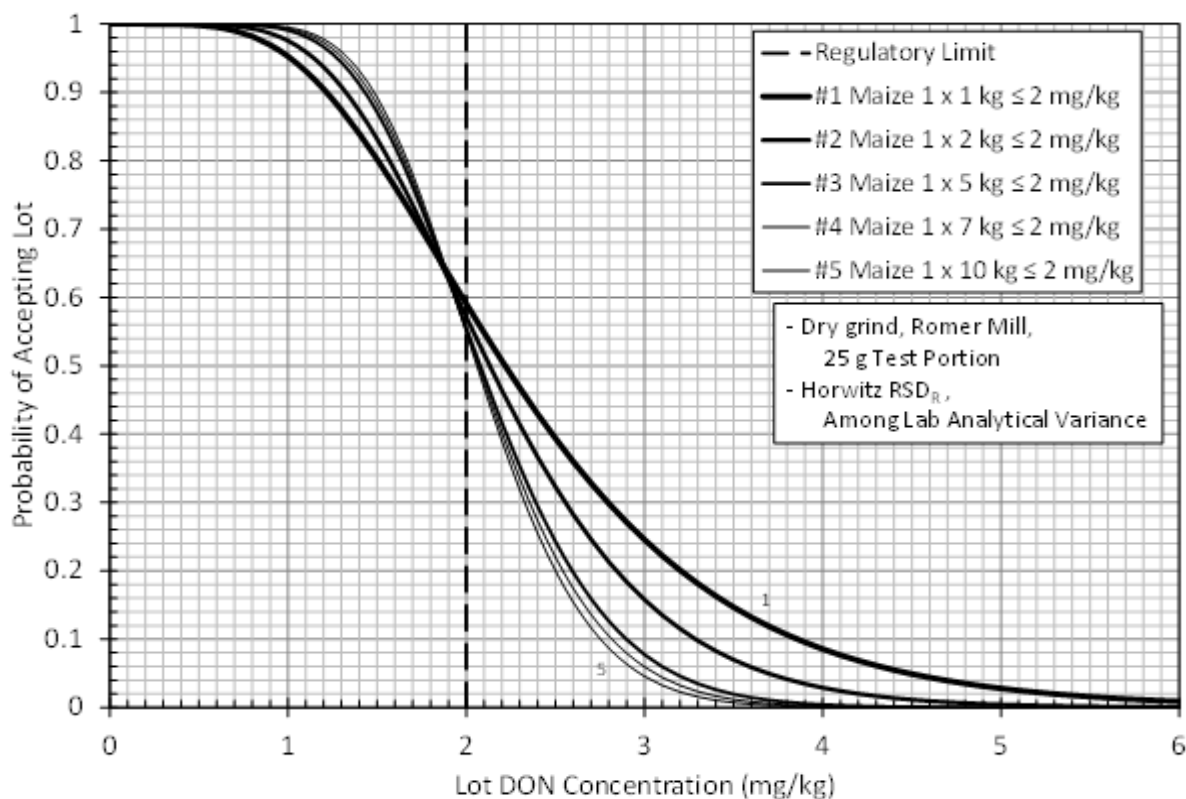


Figure 5 Courbes d'efficacité opérationnelle prévoyant la performance des plans d'échantillonnage du DON pour le maïs égréné qui utilisent des tailles d'échantillon de 1, 2 et 5 kg pour détecter le DON dans des lots pour un niveau maximal de 2 mg/Kg. La préparation de l'échantillon est une prise d'essai de 25g issue d'un échantillon haché sec et des méthodes analytiques reflétant l'incertitude FAPAS interlaboratoires.

Regulatory limite : limite réglementaire

Wheat : blé

Dry grind : Broyage à sec

Mill : broyeur

Test portion : prise d'essai

Among Lab Analytical Variance : variance analytique interlaboratoires

Lot Don Concentration (mg/kg) : concentration en DON du lot

Développement des courbes d'efficacité pour des produits à base de blé, d'orge et de maïs

43 Les courbes d'efficacité n'ont pas été développées pour les produits semi-transformés à base de blé, d'orge et de maïs. Aucune donnée de variabilité n'est nécessaire pour les produits semi-transformés tels que la farine, etc. Il est considéré que la variabilité totale de la prise d'essai du DON pour les produits semi-transformés serait la somme de la variance d'échantillonnage et la variance analytique. Par exemple, vu que les échantillons de produits semi-transformés (par ex. farine) seraient déjà hachés, il n'existe généralement pas de variance de la préparation de l'échantillon. Bien qu'aucune donnée de laboratoire n'est disponible, les courbes d'efficacité pourraient être générées pour des produits semi-transformés à condition que certaines suppositions soient faites. Par exemple, si la supposition est faite que la variance de l'échantillonnage pour certains produits semi-transformés reflète et/ou aborde la magnitude de la variance de la préparation de l'échantillon des denrées alimentaires brutes (essentiellement en supposant que les deux variances sont égales) déterminée à partir des études utilisées pour développer les courbes d'efficacité opérationnelle alors les courbes d'efficacité pourraient être générées pour les produits semi-transformés. Ceci est fondé sur le postulat que certains produits semi-transformés auraient une distribution de la taille de la particule conforme au blé brut, à l'orge brute au maïs égréné avec le broyeur Romer ou la méthode de suspension humide. Alors que celle-ci fournirait une base pour générer des courbes d'efficacité opérationnelle pour les produits semi-transformés il est probable que la variabilité de l'échantillonnage pour la farine serait bien inférieure à la variabilité de l'échantillonnage pour le grain haché avec le broyeur Romer. La performance du plan d'échantillonnage et par conséquent des courbes d'efficacité qui sont générées sont affectées par la taille des particules. Similairement une activité du CCCF pour les produits semi-transformés a été antérieurement effectuée pour les fumonisines (CX/CF 12/6/18, Fév. 2012).

RÉFÉRENCES

- Abbas HK, Mirocha CJ, Pawlosky RJ, and Pusch DJ, 1985. Effect of cleaning, milling, and baking on deoxynivalenol in wheat. *Applied Environmental Microbiology*, 50: 482-486.
- CAC/RCP 51-2003. Code of Practice for the Prevention and Reduction of Mycotoxin Contamination in Cereals, Codex Alimentarius Commission, 2003.
- CODEX STAN 193-1995. Codex General Standard for Contaminants and Toxins in Food and Feed, Codex Alimentarius Commission, 1995.
- CX/CF 12/6/9 Proposed Draft Maximum Levels for Deoxynivalenol (DON) in Cereals and Cereal-Based Products and Associated Sampling Plans (at Step 2/3).
- FAO/WHO. 2011. Deoxynivalenol. IN Safety evaluation of certain contaminants in food, Prepared by the Seventy-second meeting of the Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives (JECFA). World Health Organization, Geneva, 2011, and Food and Agriculture Organization of the United Nations, Rome, 2011. WHO Food Additives Series 63, FAO JECFA MONOGRAPHS 8.
- Freese L, Friedrich R, Kendall D, Tanner S, 2000. Variability of Deoxynivalenol measurements in barley. *Journal of AOAC International*, 83(5):1259-1263.
- Gartner BH, Munich M, Kleijer G, and Mascher F, 2008. Characterization of kernel resistance against *Fusarium* infection in spring wheat by baking quality and mycotoxin assessment. *European Journal of Plant Pathology*, 120: 61-68.
- Ozay G, Seyhan F, Yilmaz A, Whitaker T, Slate A, Giesbrecht F, 2006. Sampling hazelnuts for aflatoxin: Uncertainty associated with sampling, sample preparation, and analysis. *Journal of AOAC International*, 89:1004-1011.
- REP12/CF Report of the sixth session of the Codex Committee on Contaminants in Food, 26-30 March 2012.
- Schollenberger M, Jara HT, Suchy S, Drochner W, and Muller H-M, 2002. *Fusarium* toxins in wheat collected in an area in southwest Germany. *International Journal of Food Microbiology*, 72(1-2): 85-89.
- Spanjer M, Scholten J, Kastrup S, Jorissen U, Schatzki T, Toyofuku N, 2006. Sample comminution for mycotoxin analysis: Dry milling or slurry mixing? *Food Additives and Contaminants*, 23:73-83.
- Thompson M, 2000. Recent trends in inter-laboratory precision at ppb and sub-ppb concentrations in relation to fitness for purpose criteria in proficiency testing. *The Analyst (J. Royal Society of Chemistry)*, 125:385-386.
- Trigo-Stockli DM, Deyoe CW, Satumbaga RF, and Pedersen JR, 1996. Distribution of deoxynivalenol and zearalenone in milled fractions of wheat. *Cereal Chemistry*, 73: 388-391.
- Whitaker TB, Hagler WM Jr, Giesbrecht FG, Johansson AS, 2000. Sampling, sample preparation, and analytical variability associated with testing wheat for Deoxynivalenol. *Journal of AOAC International*, 83(5):1285-1292
- Whitaker TB, Hagler WM Jr, Giesbrecht FG, Johansson AS, 2002. Sampling wheat for deoxynivalenol. In: *Advances in Experimental Medicine and Biology*, 504: 73-83, *Mycotoxins and Food Safety*; Ed Trucksess et al 2002.
- Whitaker TB, Richard JL, Giesbrecht FG, Skate AB, Ruiz N, 2003. Estimating deoxynivalenol in shelled corn barge lots by measuring deoxynivalenol in corn screenings. *Journal of AOAC International*, 86(6):1187-1192.
- Young JC, Fulcher RG, Hayhoe JH, Scott PM, Dexter JE, 1984. Effect of milling and baking on deoxynivalenol (vomitoxin) content of eastern Canadian wheats. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 32(3): 659-664.

ANNEXE III

LISTE DES PARTICIPANTS

Argentine**Argentina's Codex Contact Point**

Ministerio de Agricultura, Ganadería y Pesca
Email: codex@minagi.gob.ar

Autriche**Elke Rauscher-Gabernig**

Austrian Agency for Health and Food Safety
Email: elke.rauscher-gabernig@ages.at

Brésil**Ms. Ligia Lindner Schreiner**

Brazilian Health Surveillance Agency
Email: ligia.schreiner@anvisa.gov.br

Canada**Mr. Mark Feeley**

Health Canada, Food Directorate
Email: mark.feeley@hc-sc.gc.ca

Ms. Carla Hilts

Health Canada, Food Directorate
Email: carla.hilts@hc-sc.gc.ca

Dr. Kelly Hislop

Health Canada, Food Directorate
Email: Kelly.hislop@hc-sc.gc.ca

Mr. Luc Pelletier

Health Canada, Food Directorate
Email: luc.pelletier@hc-sc.gc.ca

Chine**Dr. Yongning Wu**

China National Centre for Food Safety Risk Assessment
Email: wuyncdc@yahoo.com.cn

Dr. Shuang Zhou

China National Centre for Food Safety Risk Assessment
Email: szhoupk@gmail.com.cn

Ms. Shao Yi

China National Centre for Food Safety Risk Assessment
Email: sy1982bb@yahoo.com.cn

Union européenne**Beate Kettlitz**

Food Drink Europe
Email: b.kettlitz@fooddrinkeurope.eu

Patrick Fox

Food Drink Europe
Email: p.fox@fooddrinkeurope.eu

Mr. Frans Verstraete

European Commission
Email: frans.verstraete@ec.europa.eu

Japon**Ms. Keiko Akimoto**

Ministry of Agriculture, Forestry and Fisheries
Email: keiko_akimoto@nm.maff.go.jp

Nigéria**Dr. Abimbola O. Adegboye**

Standards Organisation of Nigeria
Email: adegboye.a@nafdac.gov.ng; bimbostica@yahoo.com

République de Corée**Hayun Bong**

Codex. KFDA
Email: catharina@korea.kr

Espagne**Felicidad Herrero Moreno**

Ministry of Agriculture, Food and Environment
Email: fherrero@magrama.es

Thaïlande**Ms. Chutiwan Jatupornpong**

National Bureau of Agriculture Commodity and Food Standards
Email: codex@acfs.go.th; chutiwan9@hotmail.com

Royaume-Uni**Elli Amanatidou**

Food Standards Agency
Email: mycotoxins@foodstandards.gsi.gov.uk

États-Unis d'Amérique**Henry Kim**

United States Food and Drug Administration
Centre for Food Safety and Applied Nutrition
Email: henry.kim@fda.hhs.gov

Kathleen D'Ovidio

United States Food and Drug Administration
Centre for Food Safety and Applied Nutrition
Email: kathleen.d'ovidio@fda.hhs.gov

Dr. Maia M. Jack

International Council of Grocery Manufacturer Associations
Email: mjack@gmaonline.org

Dr. James Coughlin

Institute of Food Technologists
Email: jrcoughlin@cox.net

Dr. Thomas Whitaker

Biological and Agricultural Engineering Department
North Carolina State University
Email: tom.whitaker@ncsu.edu

Jim Blair

North American Millers Association

Email: jblair@namamillers.org

Sherri Lehman

North American Millers Association

Email: slehman@namamillers.org

Uruguay

Jacqueline Cea

Laboratorio Tecnológico Del Uruguay

Email: icea@latu.org.uy