



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

Huitième session
La Haye, Pays-Bas, 31 mars – 4 avril 2014

AVANT-PROJET DE LIMITES MAXIMALES POUR LES FUMONISINES DANS LE MAÏS ET LES PRODUITS DÉRIVÉS DU MAÏS
ET LES PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE CORRESPONDANTS

(À L'ÉTAPE 4)

(Préparé par le Brésil)

Les membres et les observateurs du Codex qui souhaitent soumettre des observations à l'étape 3 sur l'avant-projet de limites maximales pour les fumonisines dans le maïs et les produits dérivés du maïs et les plans d'échantillonnage correspondants (voir l'annexe I), y compris les implications possibles sur les intérêts économiques, sont priés de le 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 **10 mars 2014**. Les observations devraient être adressées:

à:

Mme Tanja Åkesson

Service central de liaison avec le Codex
Ministère des Affaires économiques
Boîte postale 20401
2500 EK La Haye
Pays-Bas
Courriel: 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
Courriel: codex@fao.org

Note: Le complément d'information présenté en annexe II ne fait pas l'objet d'observations.

GÉNÉRALITÉS

1. À sa 3^{ème} session, le Comité sur les contaminants dans les aliments (mars 2009) est convenu¹ d'entreprendre des travaux sur l'établissement des limites maximales pour les fumonisines dans le maïs et les produits à base de maïs et des plans d'échantillonnage correspondants. Ces travaux ont été approuvés² par la 32^{ème} session de la Commission du Codex Alimentarius.
2. À sa 4^{ème} session, le CCCF (mars 2010) a examiné les limites maximales et les plans d'échantillonnage correspondants et a noté que les fumonisines dans le maïs et les produits à base de maïs ont été proposés pour évaluation par le JECFA. Le Comité est par conséquent convenu de suspendre les travaux jusqu'à finalisation de l'évaluation par le JECFA.³
3. À sa 6^{ème} session, le CCCF (mars 2012) a examiné les limites maximales pour les fumonisines dans le maïs et les produits à base de maïs à partir des conclusions de la 74^{ème} réunion du JECFA, y compris des observations fournies à la 4^{ème} session du CCCF. Cependant, compte tenu de la diversité des opinions sur les limites maximales, le Comité est convenu de suspendre les travaux sur les limites maximales pendant un an en attendant les conclusions d'un document de discussion identifiant les lacunes dans les mesures de gestion visant à contrôler la contamination par les fumonisines dans le *Code d'usages en matière de prévention et réduction de la contamination des céréales par les mycotoxines* (CAC/RCP 51-2003) et le besoin d'un code d'usages distinct pour les fumonisines dans le maïs.⁴

¹ ALINORM 09/32/31, par. 101 et annexe VII.

² ALINORM 09/32/REP, annexe VI.

³ ALINORM 10/33/41, pars. 93-95.

⁴ REP11/CF, pars. 90-95.

4. À sa 7^{ème} session, le CCCF (avril 2013) a noté que les travaux sur la révision possible du *Code d'usages en matière de prévention et réduction de la contamination des céréales par les mycotoxines* (CAC/RCP 51-2003) n'aurait aucun impact sur les limites maximales pour les fumonisines et les plans d'échantillonnage et est convenu que les limites maximales et les plans d'échantillonnage devraient faire l'objet d'un examen plus approfondi à la prochaine session du Comité. Le Comité est convenu que les limites maximales pour les fumonisines dans le maïs et les produits à base de maïs et les plans d'échantillonnage correspondants préalablement examinés à la 6^{ème} session seraient distribués pour observations par le biais d'une lettre circulaire et qu'une proposition révisée serait préparée par le Brésil pour examen par le CCCF à sa 8^{ème} session.⁵

INTRODUCTION

5. La délégation du Brésil a révisé le document présenté à la 6^{ème} session du CCCF à la lumière des observations soumises à cette session et en réponse à CL 2013/25-CF (observations soumises par l'Argentine, le Canada, la Colombie, le Japon et le Kenya). Par ailleurs, ont été examinés: le concept selon lequel le produit auquel les limites maximales sont appliquées, devrait être clairement défini; le fait que les fumonisines ne sont pas transférées de l'alimentation animale aux produits provenant d'animaux; et le besoin d'harmoniser les plans d'échantillonnage pour les fumonisines et le DON dans le maïs.
6. Les conclusions et les recommandations du processus de révision y compris l'avant-projet des limites maximales et des plans d'échantillonnage correspondants pour les fumonisines dans le maïs et les produits à base de maïs sont présentées dans l'annexe I. Un complément d'information sur les limites maximales et les plans d'échantillonnage figurent en annexe II.

DEMANDE D'OBSERVATIONS

7. Les membres et observateurs du Codex sont invités à soumettre leurs observations sur les limites maximales proposées pour les fumonisines dans le maïs et les produits à base de maïs y compris les plans d'échantillonnage correspondants tel qu'indiqué dans l'encadré en première page, il conviendrait d'accorder une attention toute particulière aux conclusions qui accompagnent ces propositions.

⁵ REP13/CF, par. 133.

ANNEXE I

AVANT-PROJET DE LIMITES MAXIMALES POUR LES FUMONISINES DANS LE MAÏS ET LES PRODUITS À BASE DE MAÏS ET LES PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE CORRESPONDANTS

CONCLUSIONS

- (a) Les données fournies par les gouvernements nationaux à la 74^{ème} réunion du JECFA ont montré que, dans la plupart des pays, l'incidence des fumonisines dans le maïs en grains est élevée (70 pour cent), avec une limite supérieure de la moyenne globale des fumonisines totales de 1681 µg/kg et un maximum de 5921 µg/kg.
- (b) La mise en œuvre d'une limite maximale de 5000 µg/kg dans le maïs en grains entraînerait des rejets dans six des 13 modules de GEMS/aliments (jusqu'à 88 pour cent des échantillons rejetés dans le module A). Une limite maximale de 2000 µg/kg dans la farine/semoule de maïs entraînerait de 57 à 53 pour cent d'échantillons rejetés dans les modules G et K, respectivement.
- (c) L'établissement d'une limite maximale de 5000 µg/kg dans le maïs en grains a eu un impact important sur l'exposition alimentaire, notamment dans les modules A, D et G. Aucun impact notable n'a été constaté dans la plupart des modules quand la limite maximale est établie à 2500 µg/kg.
- (d) Le 74^{ème} JECFA a conclu que la mise en œuvre d'une limite maximale de 5000 µg/kg dans le maïs en grains et de 2000 µg/kg dans la farine/semoule de maïs, pourrait réduire de façon significative l'exposition aux fumonisines totales (par plus de 20 pour cent) dans six modules (A, B, D, F, G, K). L'ingestion finale dépasserait la DJMTP de 35 pour cent dans le module A, de 15 pour cent dans les modules C et K et de plus de trois fois dans le module H.
- (e) Le maïs en grains est une denrée qui sera soumise à une transformation ultérieure avant de pouvoir être consommée, dont le broyage, la nixtamalisation et le traitement thermique, qui diminueront les concentrations de fumonisines présentes. Par conséquent, l'exposition liée à la consommation de maïs en grains, non transformé, produite par le JECFA surestime l'exposition réelle aux fumonisines due à la consommation des produits à base de maïs prêts à consommer.
- (f) Les fumonisines sont détectées dans le popcorn et les produits à base de maïs, comme les céréales de petit déjeuner et les aliments pour bébés à base de maïs. Cependant, les données disponibles sont encore trop limitées pour permettre de proposer des limites maximales pour ces produits.
- (g) Il est important de signaler que les fumonisines liées présentes dans les produits à base de maïs extrudés (comme les céréales de petit déjeuner) et certains produits à base de maïs fermentés (comme le kenkey et le banku) ne sont pas détectées par la procédure d'extraction régulière et que l'exposition aux fumonisines due à la consommation de ces aliments ne peut pas être pleinement évaluée. Les études disponibles ont montré que les concentrations présentes sous leur forme liée sont supérieures à celles présentes sous leur forme libre.
- (h) Des efforts devraient être faits pour élargir l'étude des fumonisines liées et engendrer des données de consommation au niveau international pour les produits à base de maïs extrudés, qui permettraient une évaluation complète des risques liés aux fumonisines.
- (i) Des données étaient disponibles pour permettre de proposer un plan d'échantillonnage pour les fumonisines dans le maïs en grains. Le modèle du plan d'échantillonnage devrait être harmonisé avec celui proposé pour le déoxynivalénol dans le maïs.
- (j) Bien qu'aucune étude d'échantillonnage ne soit disponible sur la farine/semoule de maïs, les données relatives aux grains broyés dans le broyeur Romer ont permis de construire des courbes de fonctionnement et de proposer un plan d'échantillonnage pour les fumonisines dans la farine/semoule de maïs.

RECOMMANDATIONS

Les limites maximales suivantes (LM) pour les fumonisines (FB1 + FB2) sont présentées pour observations et examen par le Comité.

Produit	Limite maximale pour les fumonisines (FB1+FB2), µg/kg
Maïs en grains, non transformé*	5000
Farine/semoule de maïs	2000

* Destiné à la consommation humaine uniquement.

Les plans d'échantillonnage suivants pour les fumonisines (FB1 + FB2) sont présentés pour observations et examen par le Comité. Les courbes des caractéristiques de fonctionnement décrivant leur efficacité et autres plans d'échantillonnage figurent en annexe.

Plan d'échantillonnage pour le maïs en grains, non transformé

Limite maximale	5000 µg/kg FB1 + FB2
Prélèvements	Prélèvements de 100 g, selon le poids du lot (≥ 50 tonnes) (harmonisés avec le plan d'échantillonnage de DON pour le maïs)
Taille de l'échantillon global	5 kg (lot ≥ 50 tonnes)
Préparation de l'échantillon	Broyage à sec avec un broyeur adéquat (particules inférieures à 0,85 mm – mailles de 50)
Taille de l'échantillon de laboratoire	1 kg
Nombre d'échantillons de laboratoire	1
Prise d'essai	Prise d'essai de 25 g
Méthode	CLHP
Règle de décision	Si le résultat de l'analyse d'un échantillon pour les fumonisines est égal ou inférieur à 5000 µg/kg, accepter le lot. Sinon, rejeter le lot.

Farine de maïs

Limite maximale	2000 µg/kg FB1 + FB2
Prélèvements	10 x 100 g
Taille de l'échantillon global	1 kg
Préparation de l'échantillon	Aucune
Taille de l'échantillon de laboratoire	Prise d'essai de 25 g
Nombre d'échantillons de laboratoire	1
Prise d'essai	Égale à l'échantillon de laboratoire
Méthode	CLHP
Règle de décision	Si le résultat de l'analyse d'un échantillon pour les fumonisines est égal ou inférieur à 2000 µg/kg, accepter le lot. Sinon, rejeter le lot.

PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE POUR LES FUMONISINES DANS LE MAÏS EN GRAINS ET LA FARINE/SEMOULE DE MAÏS**DÉFINITION**

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 fumonisines et un niveau d'acceptation/rejet. Cette procédure comprend trois étapes: collecte de l'échantillon, préparation de l'échantillon et analyse de quantification des fumonisines. Le niveau d'acceptation/rejet est un seuil de tolérance habituellement égal à la limite maximale (LM) 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 maïs décortiqué broyé 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 broyé. L'échantillon de laboratoire total devra être broyé dans un broyeur. Une portion de cet échantillon broyé est prélevée de manière aléatoire pour en extraire les fumonisines aux fins de l'analyse chimique.

Courbe des caractéristiques de fonctionnement (OC) – représentation graphique de la probabilité d'acceptation d'un lot par rapport à la concentration dans le lot dans un modèle de plan d'échantillonnage donné. La courbe fournit une estimation des chances de rejet d'un bon lot (risque pour l'exportateur) et des chances d'acceptation d'un mauvais lot (risque pour l'importateur) relative à un modèle de plan d'échantillonnage donné pour les fumonisines. Un bon lot est défini comme contenant une concentration de fumonisines inférieure à la limite maximale; un mauvais lot est défini comme contenant une concentration de fumonisines supérieure à la limite maximale.

CONSIDÉRATIONS RELATIVES AU MODÈLE DU PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE

Matériaux à échantillonner

1. Chaque lot de maïs, qui doit être examiné par rapport aux fumonisines, doit être échantillonné séparément. Les lots supérieurs à 50 tonnes doivent être subdivisés en sous-lots à échantillonner séparément. Si un lot est supérieur à 50 tonnes, le lot doit être subdivisé en sous-lots selon le tableau 1.

Tableau 1. Subdivision des sous-lots de maïs en fonction du poids du lot

Poids du lot (tonnes)	Poids ou nombre de lots	Nombre d'échantillons progressifs	Poids de l'échantillon global
≥ 1500	500	100	5
> 300 et < 1500	3 sous-lots	100	5
≥ 50 et ≤ 300	100 tonnes	100	5
< 50	-	3-100*	1-5

* voir le tableau 2

2. Compte tenu du fait que le poids du lot n'est pas toujours un multiple exact du poids des sous-lots, le poids d'un sous-lot pourra dépasser le poids mentionné d'un maximum de 20 pour cent.

Échantillon progressif

3. Le poids minimum proposé pour l'échantillon progressif devrait être d'environ 100 grammes pour les lots de 50 tonnes métriques (50000 kg) ou plus.
4. Pour des lots inférieurs à 50 tonnes, le plan d'échantillonnage doit être utilisé avec 10 ou 100 échantillons progressifs, selon le poids du lot, engendrant un échantillon global de 1 à 5 kg. Pour des lots très petits ($\leq 0,5$ tonnes) un nombre inférieur d'échantillons progressifs sera prélevé, mais l'échantillon global qui réunit tous les échantillons progressifs sera aussi dans ce cas d'au moins d'1 kg. Le tableau 2 peut être utilisé pour déterminer le nombre d'échantillons progressifs à prélever.

Tableau 2. Nombre d'échantillons progressifs à prélever selon le poids du lot de

Poids du lot (tonnes)	Nombre 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

Lots statiques

5. On entend par lot statique une masse importante de maïs décortiqué contenue soit dans un seul grand conteneur soit dans une remorque, un camion ou un wagon ou dans de nombreux petits conteneurs tels que des sacs ou des boîtes, le maïs étant immobile au moment du prélèvement de l'échantillon. Le prélèvement purement aléatoire d'un échantillon dans un lot statique peut être difficile car tous les conteneurs du lot ou du sous-lot ne sont pas nécessairement accessibles.
6. La collecte d'un échantillon global dans un lot statique exige généralement l'emploi de sondes pour prélever le produit dans le lot. Les sondes utilisées doivent être conçues en fonction du type de conteneur. La sonde 1) doit être assez longue pour atteindre l'ensemble du produit, 2) doit permettre que tout élément dans le lot puisse être prélevé, et 3) ne doit pas altérer les éléments du lot. Comme mentionné ci-dessus, l'échantillon global devrait être un mélange de nombreux petits échantillons progressifs du produit prélevés en de nombreux points différents dans le lot.

7. Pour les lots commercialisés sous emballage individuel, 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 du paquet individuel (IP), comme suit:

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

8. 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 kg.

Lots dynamiques

9. Il est plus facile d'obtenir des échantillons globaux représentatifs en prélevant les échantillons progressifs dans un flot continu de maïs décortiqué lors du transfert du lot d'un endroit à un autre. Pour prélever des échantillons dans un flot continu, prendre de petits échantillons progressifs du produit tout le long du passage du flot; réunir les échantillons progressifs pour obtenir l'échantillon global; si l'échantillon global est plus important que l'(les) échantillon(s) de laboratoire requis, mélanger et subdiviser l'échantillon global pour obtenir la taille désirée du(des) échantillon(s) de laboratoire.
10. Le matériel d'échantillonnage automatique comme l'échantillonneur transversal disponible dans le commerce est muni d'un compte-minutes qui actionne automatiquement un bec déflecteur à travers le flot continu à intervalles prédéterminés et réguliers. Faute de matériel d'échantillonnage automatique, une personne peut être chargée de passer manuellement une palette dans le flot à intervalles réguliers pour prélever les échantillons progressifs. Qu'il s'agisse de la méthode automatique ou manuelle, les échantillons progressifs doivent être prélevés et mélangés à intervalles fréquents et réguliers tout au long du passage du flot continu de maïs au point d'échantillonnage..
11. Les échantillonneurs transversaux doivent être installés de la manière suivante: (1) le plan d'ouverture du bec déflecteur doit être perpendiculaire à la direction du flot; (2) le bec déflecteur doit traverser la totalité de la section transversale du flot; et (3) l'ouverture du bec déflecteur doit être suffisamment large pour collecter tous les éléments intéressants du lot. En règle générale, la largeur de l'ouverture du bec déflecteur doit être de l'ordre de deux ou trois fois plus grande que les plus grandes dimensions des éléments du lot.
12. La taille de l'échantillon global (S) en kg, prélevé dans un lot à l'aide d'un bec déflecteur est:

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

où D est la largeur de l'ouverture du bec déflecteur (cm), LT est la taille du lot (kg), T est l'intervalle ou le temps écoulé entre les passages du bec déflecteur à travers le flot (secondes) et V est la vitesse du bec déflecteur (en cm/sec).

13. Si le débit massique du flot continu, MR (kg/sec), est connu, la fréquence de l'échantillonnage (SF), ou le nombre de passages effectués par le bec déflecteur automatique peut être exprimé en fonction de S, V, D, et MR.

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

Emballage et transport des échantillons

14. 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 les dommages liés au transport ou à l'entreposage. Toutes les précautions nécessaires devront être prises pour éviter toute modification dans la composition de l'échantillon de laboratoire qui pourrait se produire durant le transport ou l'entreposage. Les échantillons devront être entreposés dans un endroit frais et dans l'obscurité.
15. Chaque échantillon de laboratoire prélevé pour un usage officiel devra être plombé au lieu d'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 s'avérer utile à l'analyste.

PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

16. La lumière du jour est autant que possible à éviter pendant la préparation des échantillons, car les fumonisines 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 des fumonisines.
17. Comme la répartition des fumonisines 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 broyé.
18. L'échantillon de laboratoire doit être finement broyé et parfaitement mélangé grâce à un procédé qui permet une homogénéisation aussi complète que possible. Une 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

19. Le poids suggéré pour la prise d'essai prélevée dans l'échantillon broyé de laboratoire sera approximativement de 25 g.

20. Les procédures de prélèvement pour la prise d'essai dans l'échantillon de laboratoire broyé doivent être appliquées de façon aléatoire. Si le mélange a eu lieu pendant ou après le processus de broyage, la prise d'essai peut être prélevée dans n'importe quelle partie de l'échantillon de laboratoire. Sinon, la prise d'essai doit être obtenue par accumulation de plusieurs petites portions prélevées dans l'ensemble de l'échantillon de laboratoire.
21. Il est recommandé de prélever trois prises d'essai dans chaque échantillon de laboratoire broyé. Les trois prises d'essai seront utilisées aux fins de l'application, d'un appel et de la confirmation, le cas échéant.

MÉTHODES ANALYTIQUES

22. Il conviendra d'utiliser une approche fondée sur des critères, à savoir qu'est établie une série de critères d'efficacité auxquels la méthode d'analyse utilisée doit être conforme. Cette approche fondée sur des 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. La liste des critères possibles et des niveaux d'efficacité figure au tableau 3 (réglementation CE No 401/2006). Sur la base de cette approche, les laboratoires seront libres d'utiliser la méthode analytique la mieux adaptée à leurs installations.

Tableau 3. Critères d'efficacité pour les fumonisines B1 et B2.

Concentration (µg/kg)	Précision		Récupération (%)
	RSDr (%)	RSDR (%)	
≤500	≤30	≤60	60 to 120
> 500	≤20	≤30	70 to 110

APPENDICE

EFFICACITÉ DE PLUSIEURS PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE POUR LES FUMONISINES DANS LE MAÏS DÉCORTIQUÉ

1. L'efficacité de chaque modèle de plan d'échantillonnage est illustrée par une courbe des caractéristiques de fonctionnement. Chaque courbe a été élaborée sur la base des relations entre la variabilité relative à l'échantillonnage, à la préparation des échantillons, et à l'analyse (équations 1, 2, 3 et 4) et la distribution binomiale négative (Whitaker et al., 1998 et Whitaker et al. 2007). Les équations qui décrivent la variance de l'échantillonnage (S^2_s) pour la taille d'échantillon exprimée en nombre de grains ns, la variance de la préparation de l'échantillon (S^2_{sp}) avec le broyeur Romer et la taille de la prise d'essai nss exprimée en g, et la variance analytique (S^2_a) pour CL pour le nombre d'aliquotes na figurent dans les équations 1, 2 et 3 respectivement, en tant que fonction de la concentration de fumonisines C exprimée en mg/kg.

$$\text{Échantillonnage} \quad S^2_s = (3,300/ns) 0.033 C^{1.75} \quad (1)$$

$$\text{Préparation de l'échantillon} \quad S^2_{sp} = (25/nss) 0.011C^{1.59} \quad (2)$$

$$\text{Analytique} \quad S^2_a = (1/na) 0.014 C^{1.44} \quad (3)$$

$$\text{Variance totale} \quad S^2_t = S^2_s + S^2_{sp} + S^2_a \quad (4)$$

Effet produit par l'accroissement de la taille d'un échantillon de laboratoire unique analysé par lot

2. Les courbes des caractéristiques de fonctionnement qui décrivent l'efficacité du plan d'échantillonnage pour les fumonisines dans le maïs décortiqué sur la base d'échantillons de laboratoire de 1, 2, et 5 kg et des limites maximales (LM) de 10, 5, 2 et 1 mg/kg sont reproduites dans les figures 1, 2, 3, et 4, respectivement. A mesure que la taille de l'échantillon augmente, les chances de rejet des lots (chances de rejet d'un lot = 1,0 – chances d'accepter un lot) dont les concentrations sont inférieures à la limite maximale diminuent (réduction des faux positifs) et les chances d'accepter des lots dont les concentrations sont supérieures à la limite maximale diminuent (réduction des faux négatifs).
3. Une courbe montrant l'effet d'un échantillon de 10kg contenant une LM de 5 mg/kg est en figure 5.

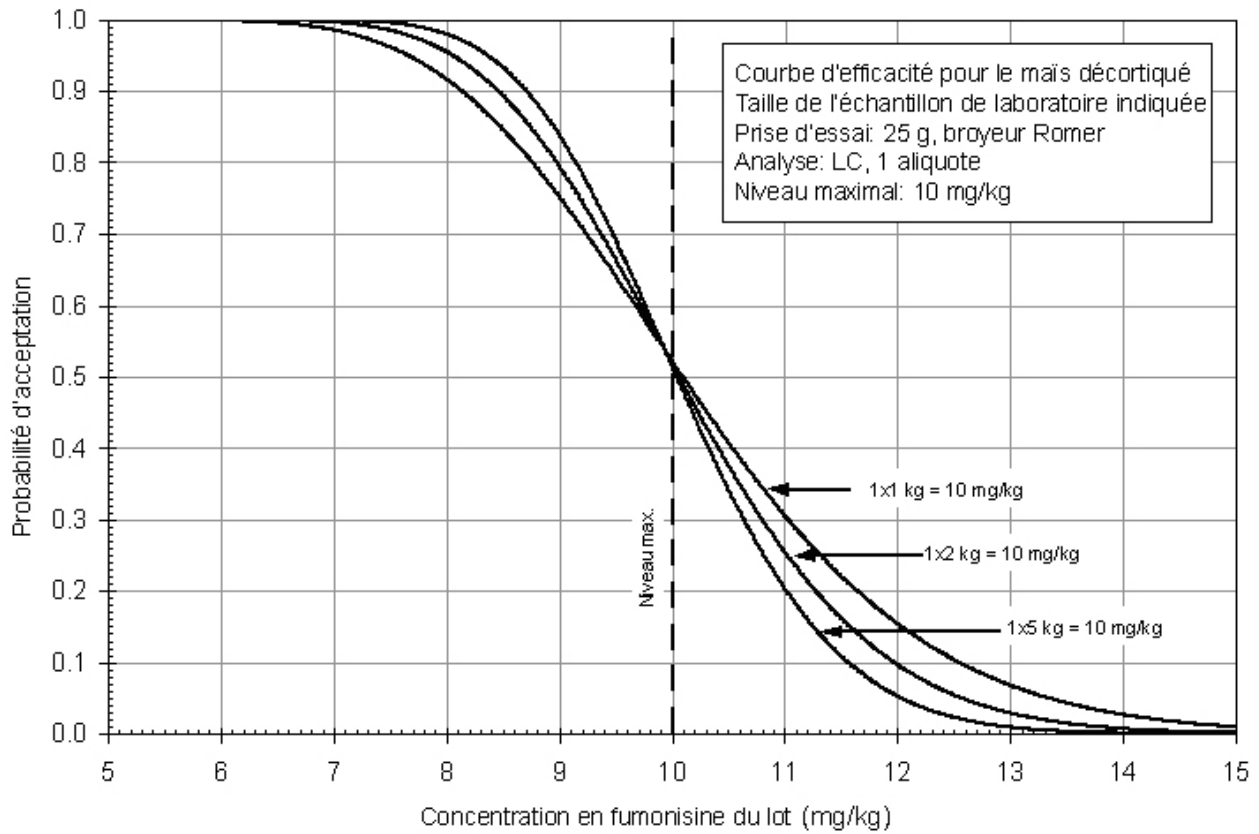


Figure 1. Courbe des caractéristiques de fonctionnement montrant l'efficacité des modèles de plan d'échantillonnage qui utilisent des échantillons de 1, 2, et 5 kg pour détecter les fumonisines dans des lots de maïs décortiqué pour une limite maximale de 10 mg/kg.

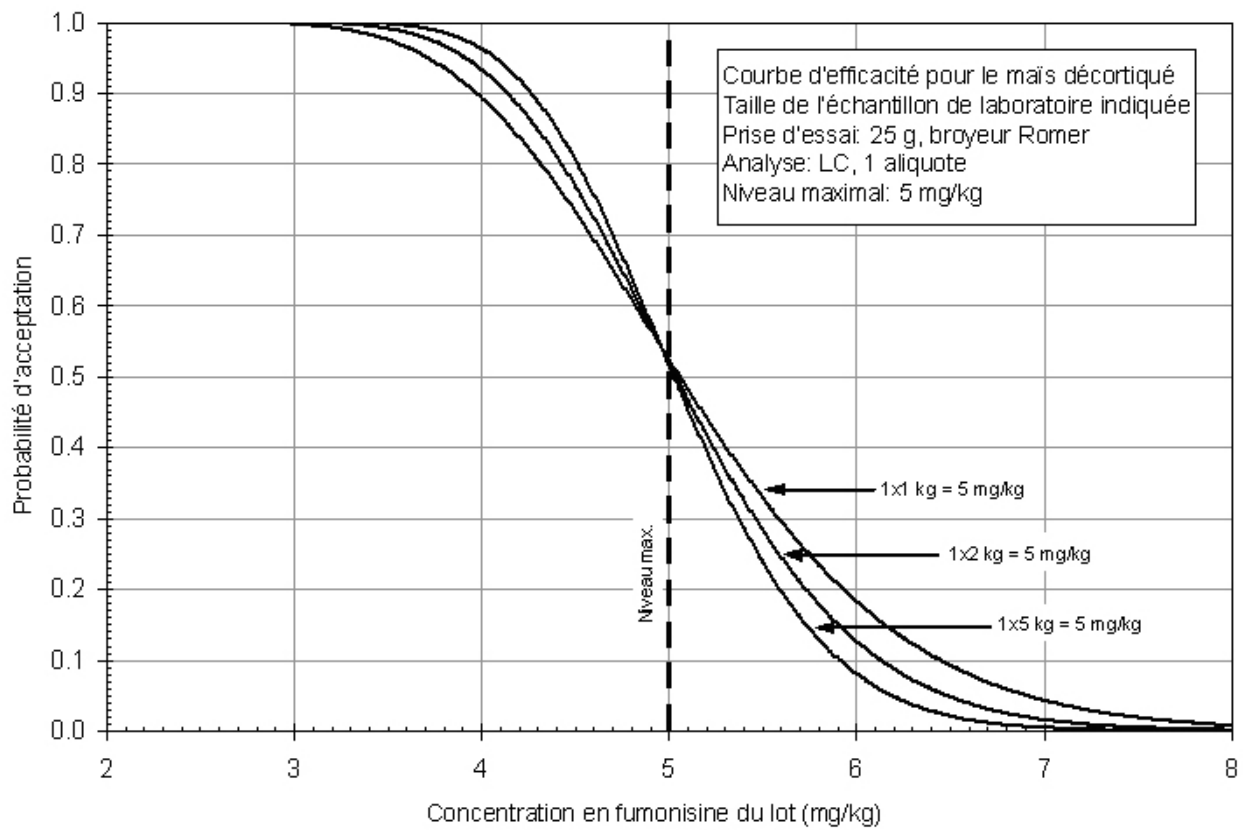


Figure 2. Courbe des caractéristiques de fonctionnement montrant l'efficacité des modèles de plan d'échantillonnage qui utilisent des échantillons de 1, 2, et 5 kg pour détecter les fumonisines dans des lots de maïs décortiqué pour une limite maximale de 5 mg/kg.

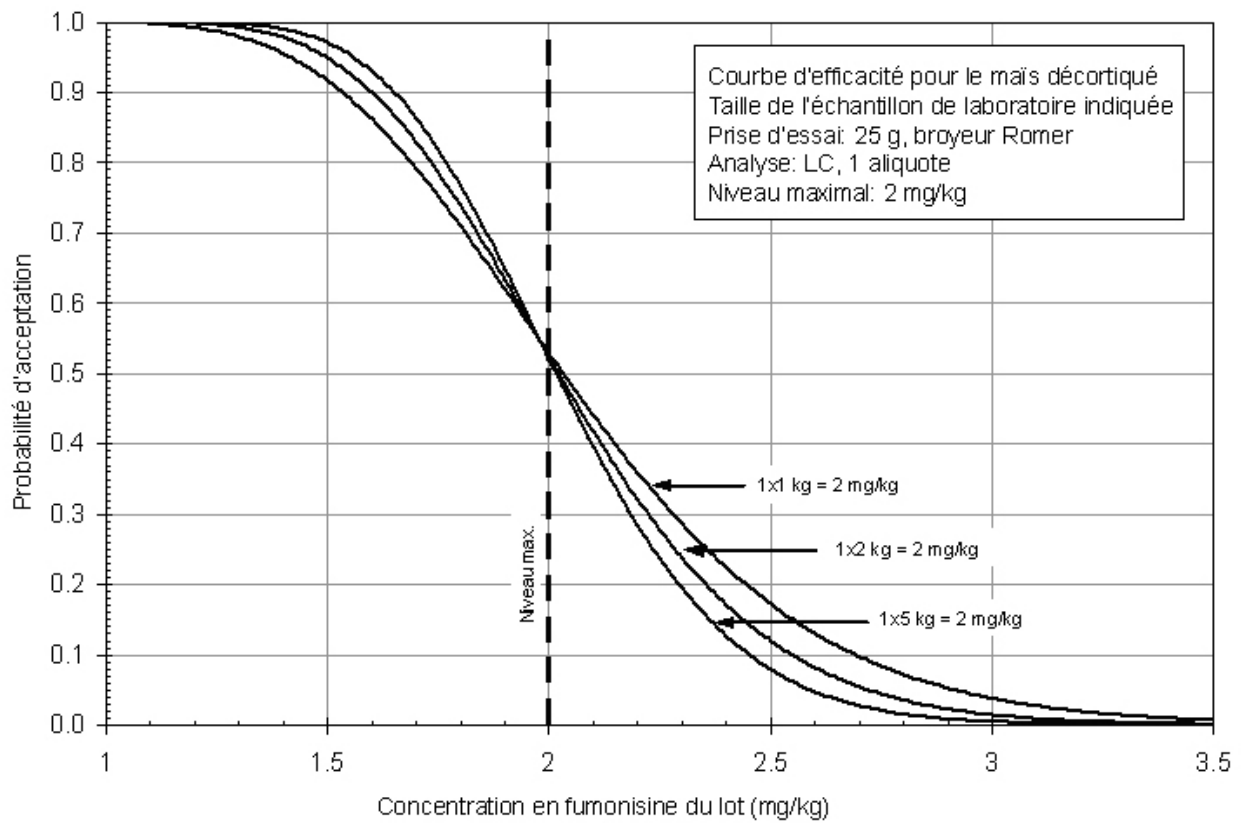


Figure 3. Courbe des caractéristiques de fonctionnement montrant l'efficacité des modèles de plan d'échantillonnage qui utilisent des échantillons de 1, 2, et 5 kg pour détecter les fumonisines dans des lots de maïs décortiqué pour une limite maximale de 2 mg/kg.

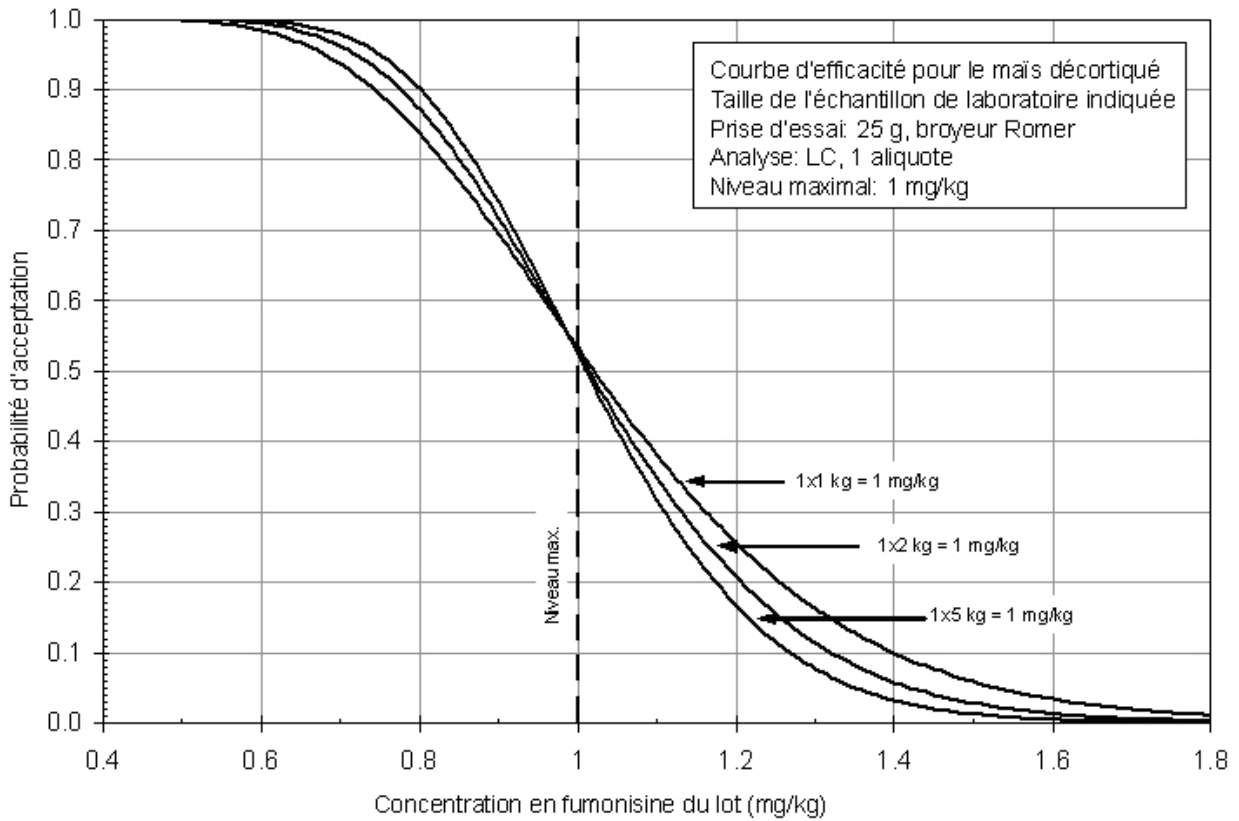


Figure 4. Courbe des caractéristiques de fonctionnement montrant l'efficacité des modèles de plan d'échantillonnage qui utilisent des échantillons de 1, 2, et 5 kg pour détecter les fumonisines dans des lots de maïs décortiqué pour une limite maximale de 1 mg/kg.

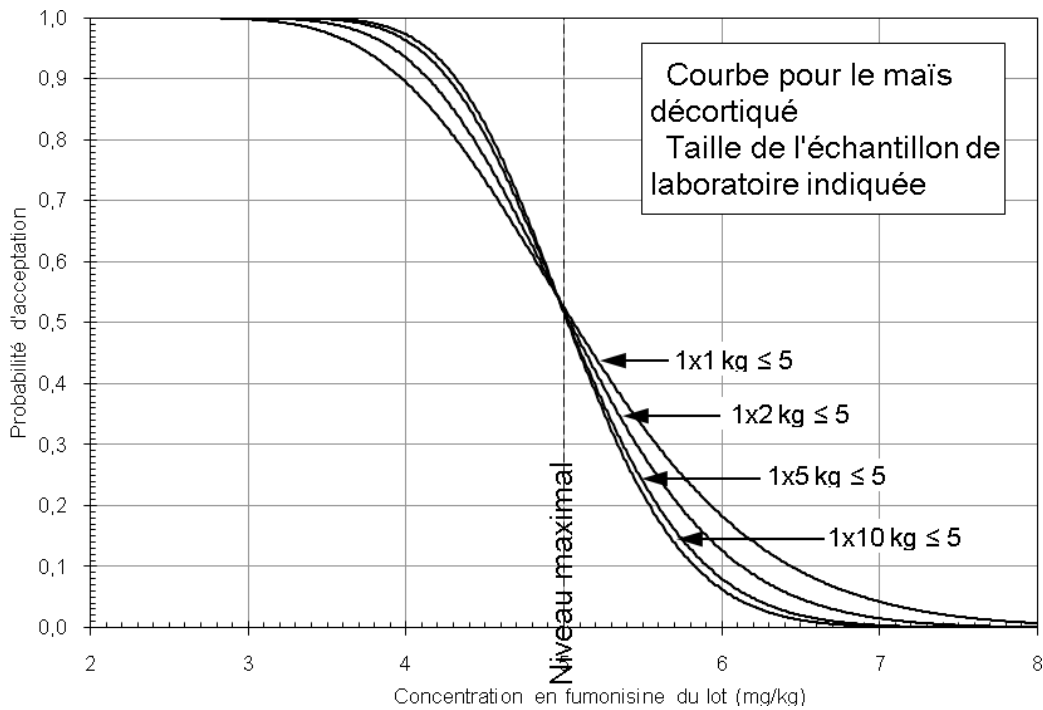


Figure 5. Courbes des caractéristiques de fonctionnement montrant l'effet de l'utilisation d'échantillons de 1, 2, 5, et 10 kg avec une limite maximale de 5 mg/kg sur les chances d'acceptation (rejet) des lots pour diverses concentrations des lots.

4. Chaque plan d'échantillonnage dans les figures 1, 2, 3, 4 et 5 montre l'effet produit par l'accroissement de la taille d'un échantillon de laboratoire unique sur les chances d'accepter ou de rejeter les lots pour une large fourchette de concentrations de fumonisines dans les lots. Pour chaque limite maximale, quand la taille de l'échantillon augmente, les chances de rejeter des lots (chances de rejeter un lot = 1,0 – chances d'accepter un lot) de concentration inférieure à la limite maximale diminuent (réduction des faux positifs) et les chances d'accepter des lots de concentration supérieure à la limite maximale diminuent (réduction des faux négatifs). L'accroissement de la taille des échantillons produit l'effet désirable de réduire à la fois les faux positifs et les faux négatifs simultanément.

Effet produit par l'accroissement du nombre d'échantillons de laboratoire analysés par lot

5. Les courbes des caractéristiques de fonctionnement qui décrivent l'efficacité du plan d'échantillonnage pour les fumonisines dans le maïs décortiqué dans lequel le nombre d'échantillons de laboratoire de 1,0 kg augmente de un à deux échantillons et les limites maximales varient de 1, 2, 5 et 10 mg/kg sont présentés dans les figures 6, 7, 8 et 9 respectivement. La courbe reflète l'incertitude associée à l'utilisation d'un ou deux échantillons de laboratoire de 1,0 kg, échantillon(s) broyé(s) dans un broyeur approprié, d'une prise d'essai de 25 g, et de la quantification des fumonisines dans la prise d'essai par CLHP.

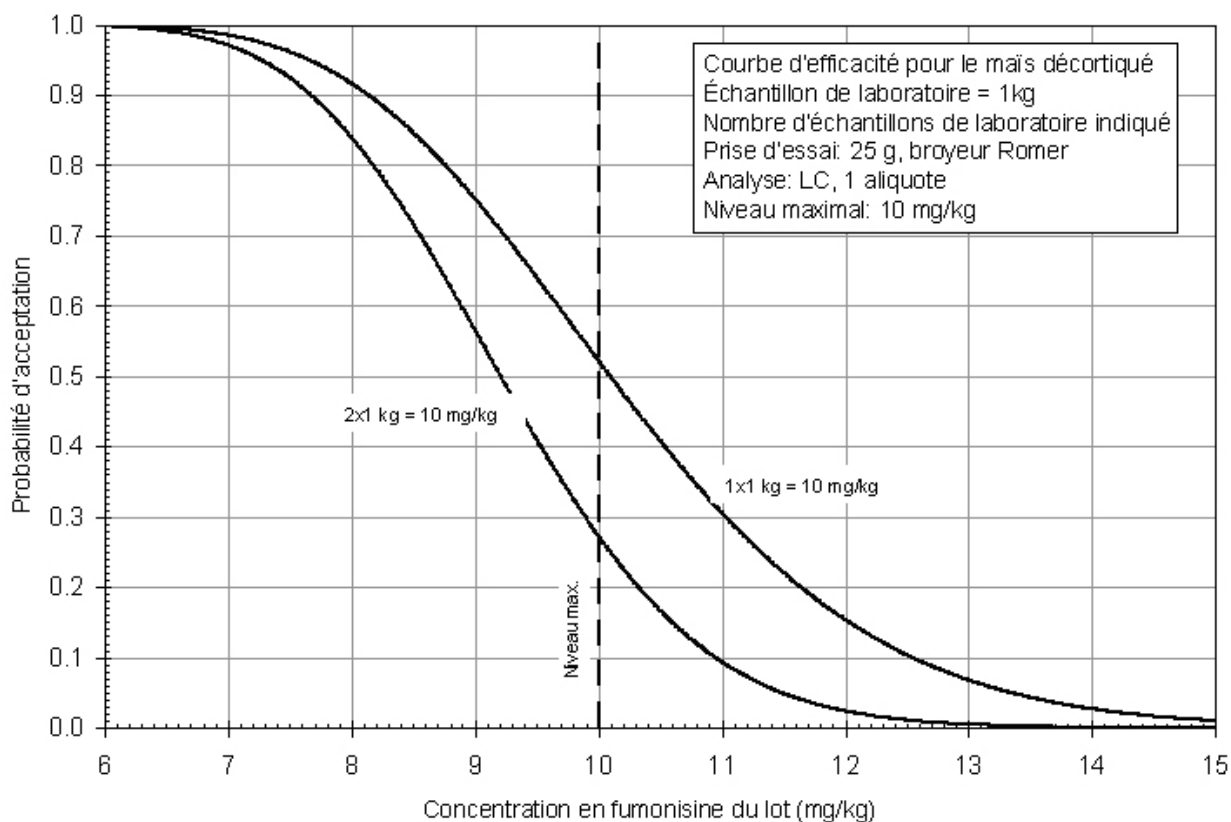


Figure 6. Courbe des caractéristiques de fonctionnement montrant l'efficacité des modèles de plan d'échantillonnage qui utilisent un ou deux échantillons de 1,0 kg chacun pour détecter les fumonisines dans des lots de maïs décortiqué pour une limite maximale de 10 mg/kg.

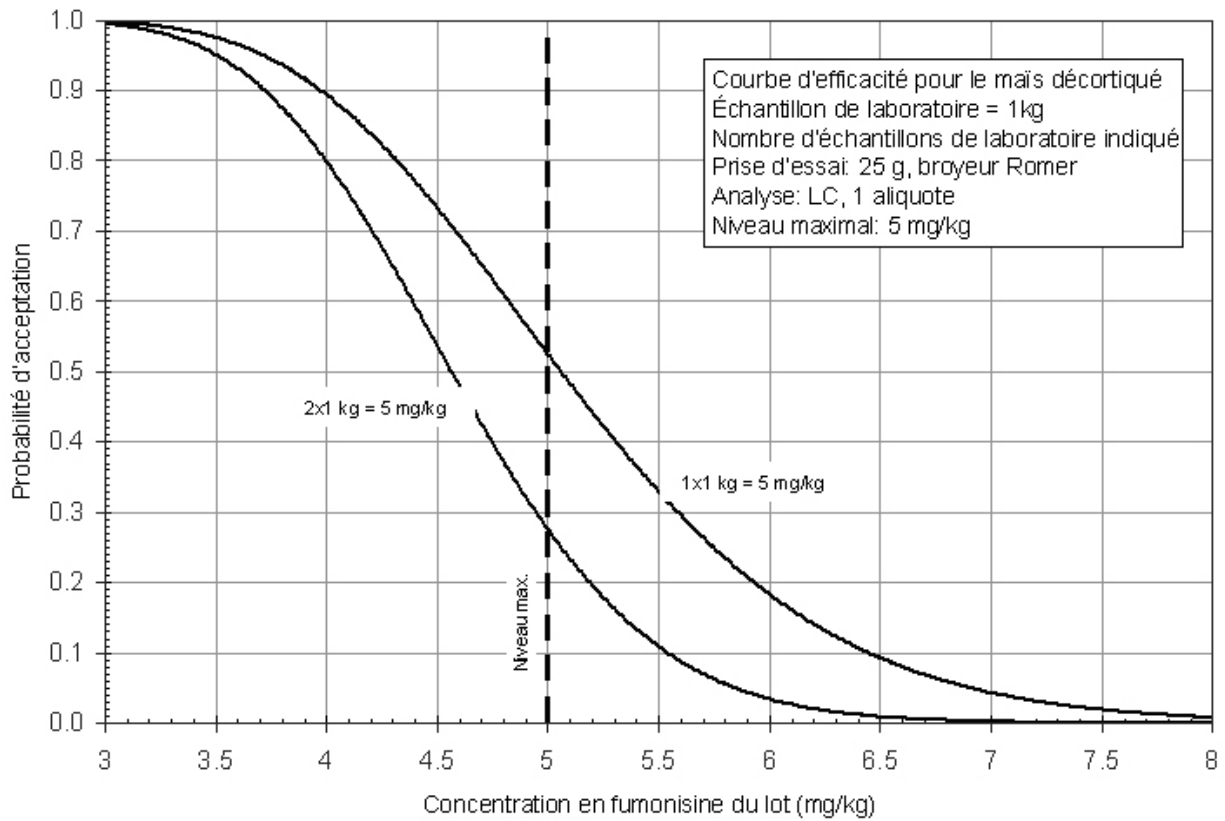


Figure 7. Courbe des caractéristiques de fonctionnement montrant l'efficacité des modèles de plan d'échantillonnage qui utilisent un ou deux échantillons de 1,0 kg chacun pour détecter les fumonisines dans des lots de maïs décortiqué pour une limite maximale de 5 mg/kg.

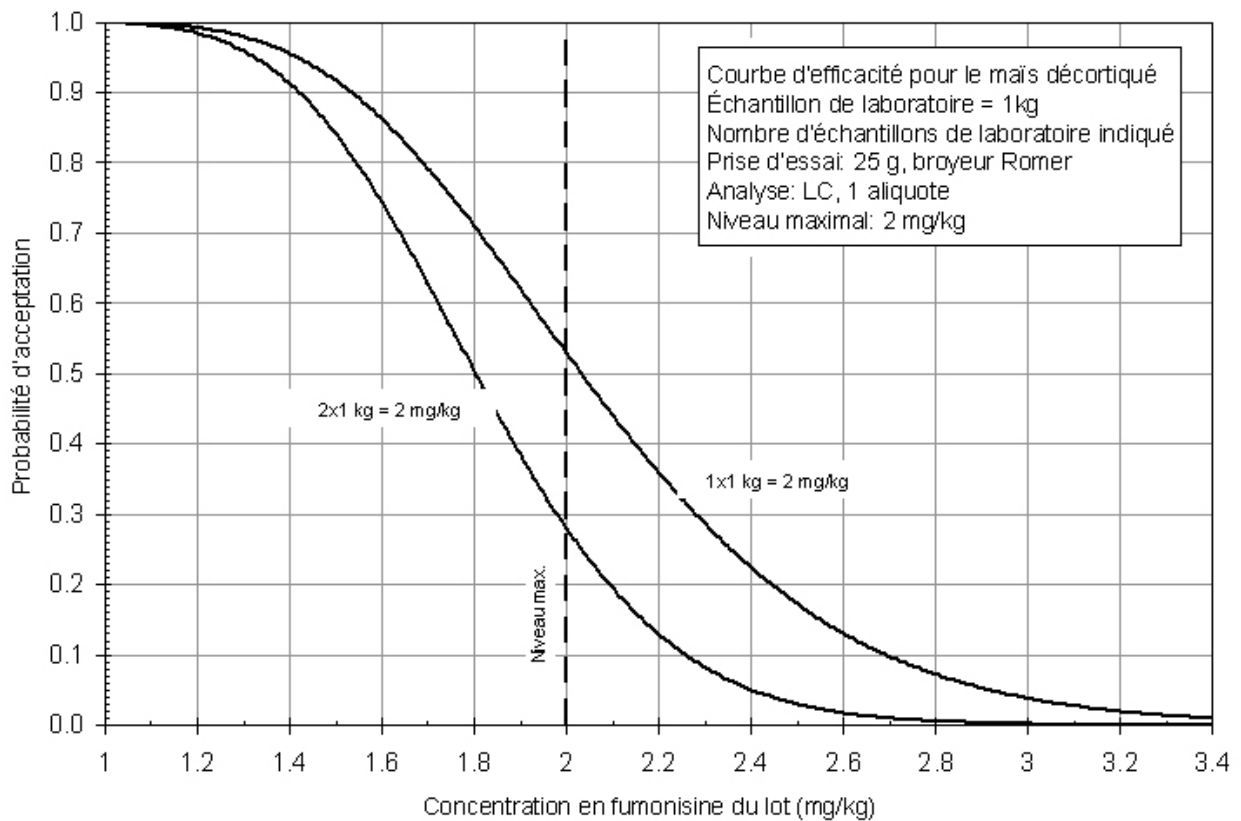


Figure 8. Courbe des caractéristiques de fonctionnement montrant l'efficacité des modèles de plan d'échantillonnage qui utilisent un ou deux échantillons de 1,0 kg chacun pour détecter les fumonisines dans des lots de maïs décortiqué pour une limite maximale de 2mg/kg.

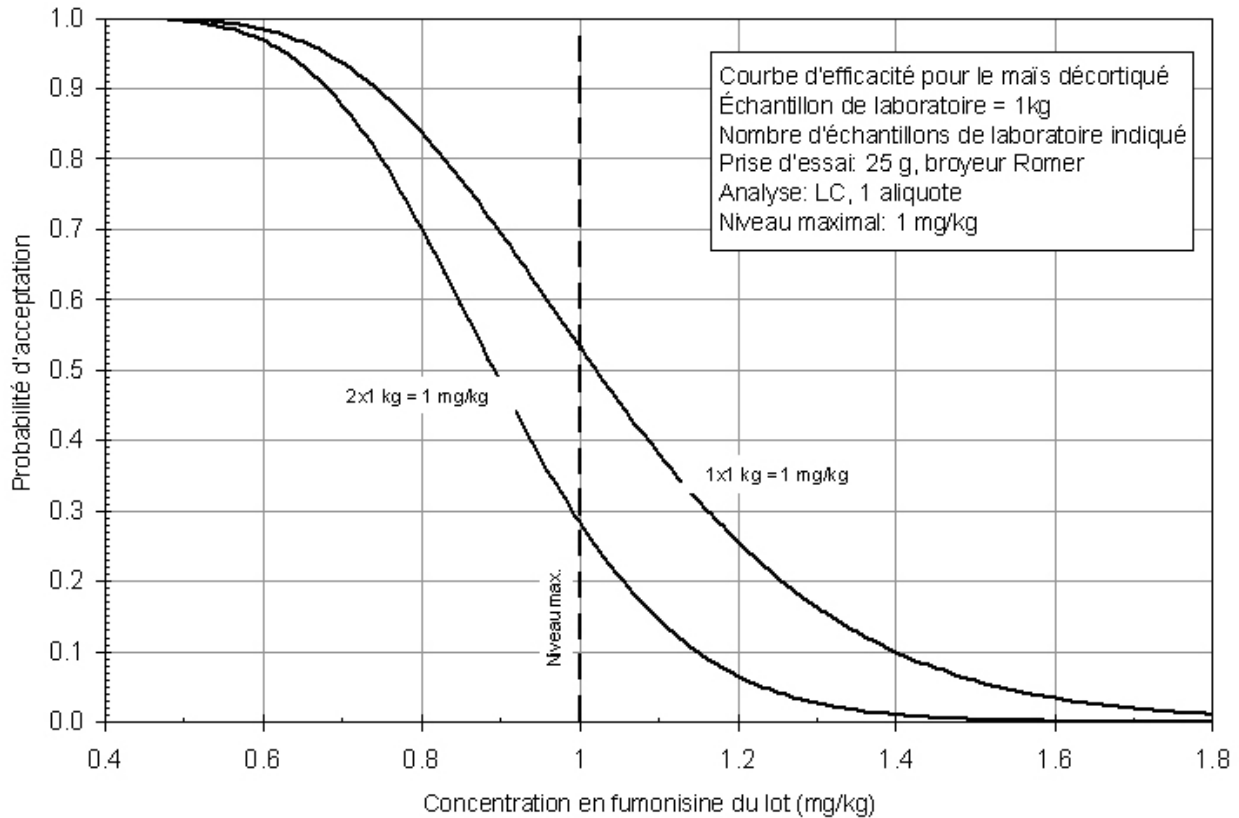


Figure 9. Courbe des caractéristiques de fonctionnement montrant l'efficacité des modèles de plan d'échantillonnage qui utilisent un ou deux échantillons de 1,0 kg chacun pour détecter les fumonisines dans des lots de maïs décortiqué pour une limite maximale de 1 mg/kg.

6. Pour chaque limite maximale, quand le nombre d'échantillons de laboratoire augmente de un à deux échantillons (chaque échantillon = 1,0 kg), les chances de rejet des lots de concentration inférieure à la limite maximale augmente (augmentation des faux positifs) et les chances de rejet des lots de concentration inférieure à la limite maximale diminuent (réduction des faux négatifs). L'accroissement du nombre des échantillons analysés par lot est une méthode efficace pour réduire les chances de faux négatifs, mais le coût est élevé pour l'exportateur car elle augmente les chances de faux positifs.
7. Les courbes dans les figures 1 à 9 indiquent que l'interaction entre la limite maximale, la taille de l'échantillon de laboratoire et le nombre d'échantillons de laboratoire peut être utilisée pour minimiser les chances d'accepter des lots contenant des fumonisines en concentration supérieure à une certaine limite. Par exemple, si un plan d'échantillonnage devait être conçu pour ne pas accepter plus de 10 pour cent de lots avec une concentration de 6 mg/g ou plus, alors soit $1 \times 5 \text{ kg} \leq 5 \text{ mg/kg}$ (figure 2) ou $2 \times 1 \text{ kg} \leq 5 \text{ mg/kg}$ (figure 7) répondraient à ce critère.

ÉFFICACITÉ DE PLUSIEURS PLANS D'ÉCHANTILLONAGE POUR LES FUMONISINES DANS LA FARINE/SEMOULE DE MAÏS

8. Comme il n'existe aucune donnée d'échantillonnage pour les fumonisines dans la farine ou semoule de maïs, la variabilité associée au prélèvement d'une prise d'essai dans un échantillon broyé avec un broyeur approprié (équation 2) est utilisée pour estimer la variance de l'échantillonnage pour la farine/semoule de maïs. La variabilité totale de la procédure d'essai pour les fumonisines dans la farine de maïs (ou tout autre matériau broyé) est la somme de la variance de l'échantillonnage et de la variance analytique. Comme le matériau est broyé, il n'y a généralement pas de variance attachée à la préparation de l'échantillon. Bien qu'aucune donnée de laboratoire ne soit disponible, il est probable que la variabilité de l'échantillonnage pour la farine (V_{sf}) sera très inférieure à la variabilité de l'échantillonnage pour le grain broyé avec le broyeur Romer (V_{sr}) parce que la taille des particules de la farine transformée est supposée être beaucoup plus petite que le maïs broyé avec le broyeur approprié. ($V_{sf} \ll V_{sr}$). Il est supposé que la variabilité analytique sera environ la même pour la farine transformée et le grain broyé dans le broyeur approprié. La variance de l'échantillonnage serait une composante plus importante de la variance totale pour l'échantillonnage du grain broyé avec le broyeur Romer. L'efficacité du plan d'échantillonnage est affectée par la taille des particules. L'utilisation de l'équation 5 ci-dessous relative à la variance de l'échantillonnage permettrait de prévoir le besoin d'un échantillon plus grand que celui qui serait prévu si une variance de l'échantillonnage plus petite était utilisée pour refléter avec davantage d'exactitude la taille des particules de la farine de maïs. Pour une taille d'échantillon donnée, plus la particule est petite (davantage de particules par unité de masse), plus la variabilité de l'échantillonnage est faible, moins de bons lots seront rejetés (risque de l'exportateur), et moins de mauvais lots seront acceptés (risque de l'importateur) (Whitaker BT, *communication personnelle*, 2012).

9. Des courbes relatives à l'échantillonnage du maïs décortiqué broyé (farine/semoule de maïs) avec des tailles d'échantillons et des méthodes analytiques données ont été calculées à l'aide des variances décrites dans les équations 2 et 3 qui ont été mesurées par Whitaker et al, 1998. Les variances de l'échantillonnage et analytique sont:

$$\text{Variance de l'échantillonnage} = (25/ns) 0.011 C^{1.59} \quad (5)$$

$$\text{Variance analytique} = (1/na) 0.014 C^{1.44} \quad (6)$$

où ns est le poids en grammes de l'échantillon broyé et na le nombre d'aliquotes quantifiées par LC.

La variance de l'échantillonnage (équation 5) reflète une distribution des tailles des particules conforme au maïs décortiqué broyé avec le broyeur Romer et est la variance de la préparation de l'échantillon pour le maïs décortiqué (équation 2).

Variance analytique (équation 6) reflète la quantification des fumonisines dans une aliquote unique déterminée par les méthodes CL.

10. Les effets de la taille de l'échantillon et du nombre d'échantillons sur les courbes des caractéristiques de fonctionnement sont montrés dans les figures 10 et 11 respectivement, pour une LM de 2 mg/kg. Les effets de l'accroissement de la taille des échantillons et du nombre des échantillons sur la courbe est le même que celui décrit ci-dessus pour le maïs décortiqué.

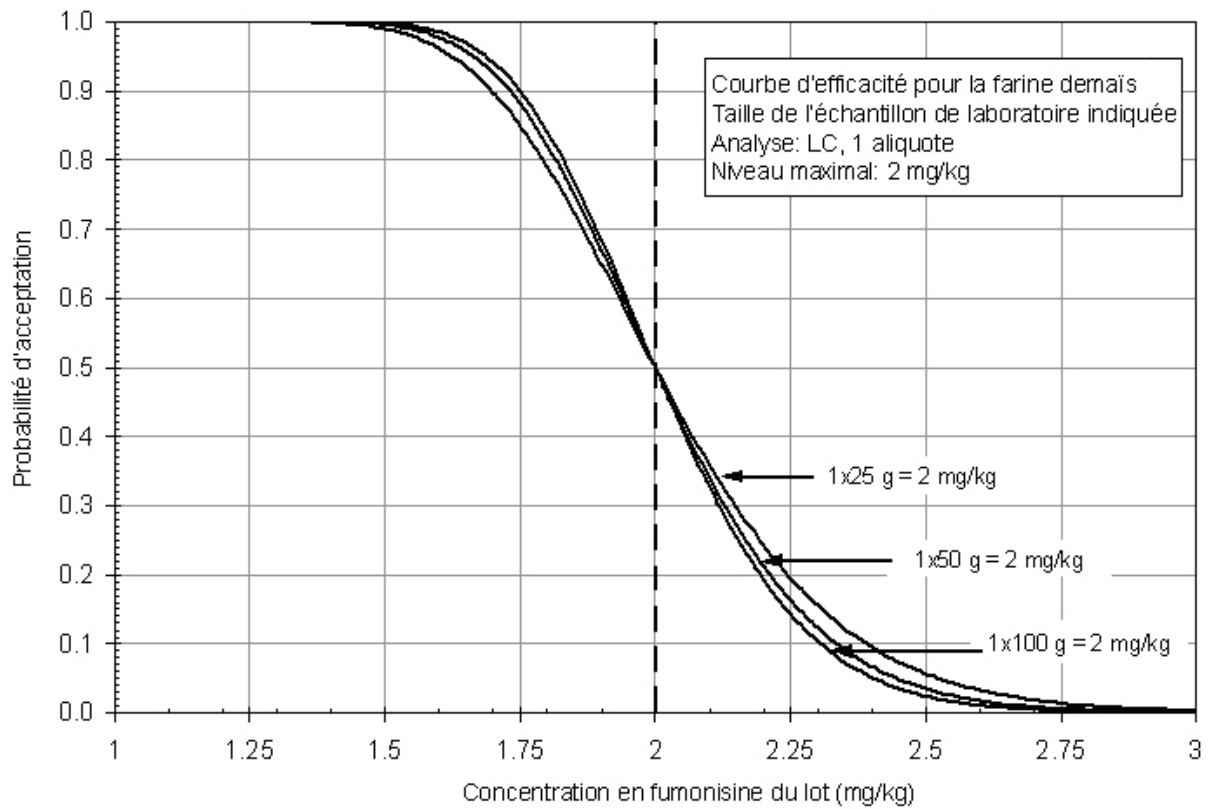


Figure 10. Courbe des caractéristiques de fonctionnement montrant l'efficacité des modèles de plan d'échantillonnage qui utilisent des échantillons de 25, 50 et 100 g pour détecter les fumonisines dans des lots de farine/semoule de maïs pour une limite maximale de 2 mg/kg.

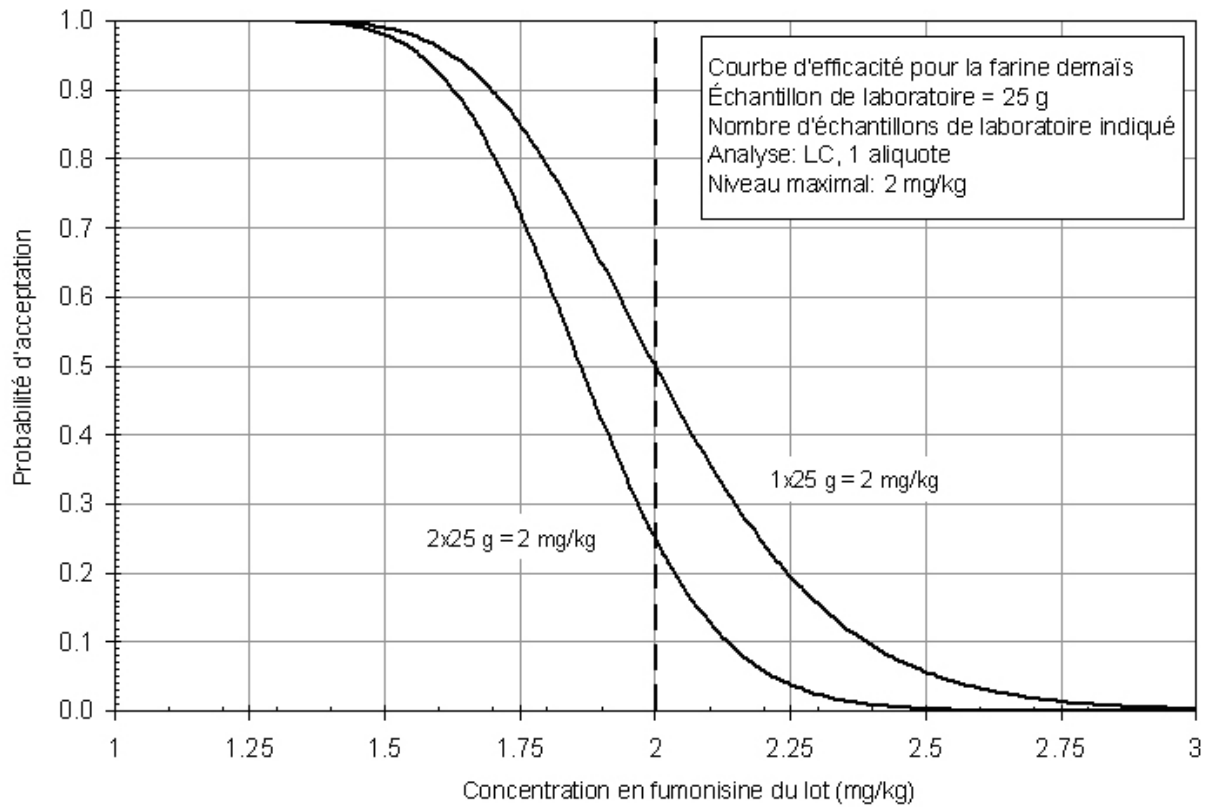


Figure 11. Courbe des caractéristiques de fonctionnement montrant l'efficacité des modèles de plan d'échantillonnage qui utilisent un ou deux échantillons de 25 g chacun pour détecter les fumonisines dans des lots de farine/semoule de maïs pour une limite maximale de 2 mg/kg.

ANNEXE II

COMPLÉMENT D'INFORMATION SUR L'ÉLABORATION DES LIMITES MAXIMALES PROPOSÉES ET DES PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE

INTRODUCTION

1. Les fumonisines sont des mycotoxines structurellement apparentées à un groupe de diesters de propane-1, 2, 3- tricarboxylique acide et divers 2-amino-12, 16-diméthylpolyhydroxyéicosanes dans lesquels les groupes hydroxyles C14 et C15 sont estérifiés avec le groupe carboxyle terminal de l'acide tricarboxylique (figure 1). On a identifié au moins 18 fumonisines analogues et elles ont été classées en catégories A, B, C et P sur la base de leur structure chimique (Sewram et al., 2005, Torres et al., 2007, Kumar et al., 2008). Les fumonisines de la catégorie B, composée principalement de fumonisine B₁ (FB1), et de fumonisine B₂ (FB2), sont supposées être les plus abondantes et les plus toxiques des fumonisines analogues naturellement présentes (OMS, 2011). Récemment, 28 isomères de fumonisine B₁ ont été détectés dans une culture solide de riz infecté avec des *Fusarium verticillioides*, à l'aide de RP-HPLC/ESI-TOFMS et RP-HPLC/ESI-ITMS (Bartok et al., 2010).

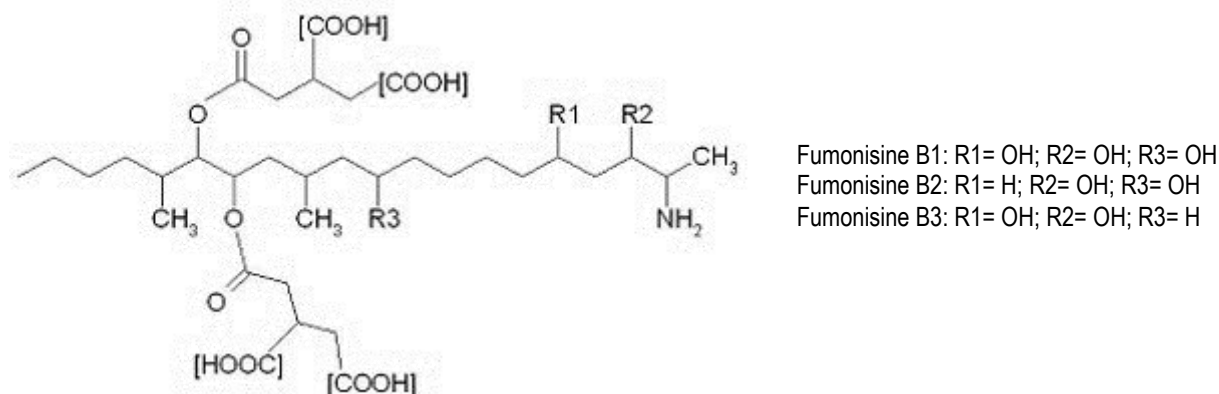


Figure 1. Structure chimique de FB1, FB2 et FB3

2. Les fumonisines sont essentiellement produites par *Fusarium verticillioides* (Sacc.) Nirenberg (synonyme *F. moniliforme* Sheldon) (téléomorphe, *Gibberella moniliformis*), *Fusarium proliferatum* (Matsushima) et *Fusarium nygamai* (Marasas et al., 2001; Rheeder et al., 2002).
3. FB2 a été détectée dans les cultures d'*Aspergillus niger* pour la première fois par Frisvad *et al.* (2007). Plus tard, il a été montré que les souches *A. niger* étaient capables de produire FB2 et FB4 sur les raisins et les raisins secs (Morgensen et al., 2010) ainsi que FB2 dans le café (Noonim et al., 2010). Une nouvelle FB6 a été isolée, avec la FB2, des cultures stationnaires du champignon *A. niger* NRRL 326 par Månsson *et al.* (2010).
4. Les interactions biologiques entre la plante du maïs et le champignon sont complexes et peuvent donner des résultats diamétralement opposés (Yates et Spaks, 2008). *F. verticillioides* se développe à l'intérieur même de la plante comme endophyte (Bacon et Hinton, 1996), une interaction favorable à la croissance de la plante chez les autres membres de la famille des graminées (Clay, 1990; Yates et al., 2005). Cependant, dans des conditions de stress dû à la croissance végétale, la relation endophyte asymptomatique peut se convertir en interaction productrice de mycotoxine et/ou de maladie (Bacon et Nelson, 1994; Abbas et al., 2006).
5. Les mécanismes déclencheurs de la conversion de la relation champignon-plante d'un état asymptomatique à une cause de maladie pour la plante par une interaction productrice de mycotoxines n'ont pas encore été identifiés (Yates et Sparks, 2008). Il est possible néanmoins que le stress hydrique et la prédation des insectes, facteurs qui ont été associés à l'apparition des aspects délétères de cette interaction végétale fongique (Dowd, 2003), soient impliqués dans le processus.
6. L'ampleur de la contamination du maïs par les fumonisines varie avec la situation géographique, les pratiques agricoles, et le génotype de maïs (Jackson et Jablonski, 2004). Les concentrations de fumonisines produites dans le maïs sont également influencées par les facteurs environnementaux comme la température, l'humidité, le stress hydrique et les précipitations dans les périodes d'avant la récolte et de la récolte; l'entreposage des grains récoltés dans des conditions d'humidité inadéquates peut entraîner une accumulation supplémentaire de fumonisines (Bacon et Nelson, 1994). Des concentrations plus élevées de fumonisines sont généralement présentes dans les grains de maïs produits dans les régions plus chaudes dans le monde (Shelby et al., 1994; Miller, 1999).

ASPECTS BIOLOGIQUES

7. Les fumonisines ont été évaluées par le JECFA à ses 56^{ème} (2001) et 74^{ème} (2011) réunions. Les études sur les animaux de laboratoires et *in vitro* évaluées lors des deux réunions ont montré un dérèglement du métabolisme lipidique comme site initial de l'action des fumonisines. Le mécanisme basé sur les lipides proposé suppose l'inhibition de la céramide synthase, une enzyme clé dans la biosynthèse des sphingolipides, et des changements dans les pools des acides gras polyinsaturés et des phospholipides. Tous les deux engendrent à terme des altérations des voies de signalisation et métaboliques cruciales pour la croissance, la mort et la différenciation des cellules (FAO/OMS, 2001; FAO/OMS, 2011).
8. Dans les études expérimentales sur les animaux, le degré de dérèglement du métabolisme sphingolipidique est en étroite corrélation avec la toxicité et a été utilisé avec succès pour démontrer les relations structure-activité, la spécificité des tissus, la susceptibilité relative aux souches/sexes et l'efficacité des stratégies d'intervention sur la volaille, le poisson, les rats, les souris, les porcs et les chevaux. Cependant, le niveau d'accumulation des métabolites lipidiques bioactifs ou de diminution des lipides qui constitue une mesure quantitative des effets physiologiques néfastes n'est pas connu et le JECFA a conclu que le dérèglement du métabolisme lipidique ne peut pas être utilisé comme résultat toxicologique aux fins de l'évaluation finale (FAO/OMS, 2011).
9. Dans les études sur les espèces animales révisées par le JECFA au cours des deux réunions, le foie et les reins ont été identifiés comme cibles de FB1. A sa 56^{ème} réunion, le JECFA a attribué une dose journalière maximale tolérable provisoire (DJMTP) de 2 µg/kg p.c./jour à FB1, FB2 et FB3, seules ou en association, sur la base de la NOEL de 0,2 mg/kg p.c./jour (toxicité rénale chez les souris) et d'un facteur d'incertitude de 100.
10. À sa 74^{ème} réunion, le JECFA a identifié quatre études menées sur des animaux en tant qu'appropriées pour fournir les données permettant d'obtenir une estimation de la dose repère (BMD). La modélisation a été faite à l'aide du logiciel pour BMD de l'USPA et les modèles entraînant une correspondance acceptable ($P > 0,05$) ont été sélectionnés pour calculer les valeurs de BMD₁₀ et de BMDL₁₀ pour une réponse à la dose repère (BMR) à 10 pour cent de risque supplémentaire. La BMDL₁₀ la plus faible était de 165 µg/kg p.c./jour pour FB1 pure (hépatocytes mégaloctiques chez la souris mâle). En utilisant un facteur d'incertitude de 100, le JECFA a calculé une DJMTP de 2 µg/kg p.c./jour, confirmant la DJMTP de groupe établie antérieurement.
11. Les études épidémiologiques chez les humains examinées au cours des deux évaluations des fumonisines menées par le JECFA ont indiqué qu'il y avait un lien entre l'occurrence de *Fusarium verticillioides* dans le maïs et l'incidence de cancer œsophagien dans les différentes régions du monde. Cependant, la relation dose-réponse n'a pas encore été établie, et le mécanisme toxicologique n'a pas non plus été encore élucidé. Par ailleurs, les différences géographiques de la démographie, les groupes ethniques, la susceptibilité génétique, la culture, la situation économique et nutritionnelle, affectent tous le taux de cancer œsophagien.
12. Une étude portant sur le lien entre l'exposition aux fumonisines et le retard de croissance chez les enfants en République unie de Tanzanie évaluée lors de la 74^{ème} réunion du JECFA a indiqué que les nourrissons dont l'exposition estimée aux fumonisines dépassait la DJMTP de 2 µg/kg p.c. étaient sensiblement plus petits et pesaient moins lourd que ceux dont l'exposition était inférieure à la DJMTP. Ces résultats s'accordent avec des études sur les animaux dans lesquelles l'exposition aux fumonisines a été associée à la réduction du gain de poids et de l'efficacité à convertir les aliments chez les animaux (FAO/OMS, 2011).
13. Le JECFA a évalué des études décrivant des taux plus élevés de malformations du tube neural dans les régions d'Afrique du Sud, de la Chine et des États-Unis quand les aliments à base de maïs consommés contenaient des concentrations relativement élevées de fumonisines. Comme la carence en folate a été impliquée dans le développement des malformations du tube neural, le blocage de l'ingestion du folate par les fumonisines a pu jouer un rôle à cet égard. Une nouvelle étude sur l'incidence des malformations du tube neural sur les américains d'origine mexicaine à la frontière texane/mexicaine, associée aux études toxicologiques et aux études épidémiologiques antérieures, confirme que l'exposition aux fumonisines des femmes enceintes peut être un facteur de contribution au risque accru de malformations du tube neural des nouveau-nés (FAO/OMS, 2011).
14. L'Agence Internationale pour la recherche sur le cancer (IARC) a classé FB1 comme éventuellement cancérigène pour les humains (Groupe 2B) (IARC, 2002).

MÉTHODES D'ANALYSE

15. Les méthodes ELISA ont récemment fait l'objet d'une grande attention car elles peuvent être utilisées aux fins du dépistage rapide sur le terrain ou en laboratoire (Castells et al., 2008). Cependant, ces méthodes surestiment généralement la concentration des fumonisines présentes dans les échantillons en raison de la réactivité croisée des anticorps avec les composés qui sont structurellement apparentés aux fumonisines (Bird et al., 2002; Jackson et Jablonski, 2004).

16. En général, les fumonisines peuvent être extraites du maïs ou des produits à base de maïs à l'aide d'eau-méthanol ou d'eau-acétonitrile. Pour le nettoyage, les cartouches C18, SAX ou les colonnes d'immuno-affinité sont généralement utilisées (Sydenham et al., 1996; Solfrizzo et al., 2001, Caldas et Silva, 2007). Les fumonisines conviennent à la détermination par CLHP en phase inverse, mais en raison de leur manque de chromophores sensibles aux UV, la dérivation est nécessaire avant la détection (Ndube et al., 2011). La méthode CLHP/fluorescence est la méthode officielle de AOAC-IUPAC [995.15] pour le maïs en grains avec des concentrations de 0,5 - 8 µg/g FB1 ou 0,8 - 12,8 µg/ de fumonisines totales (Sydenham et al., 1996). Wang et al. (2008) a analysé FB1, FB2, FB3 et FB4 par CLHP couplée à un détecteur évaporatif de dispersion laser sans dérivation préalable des échantillons (LOQ de 0,3 mg/kg).
17. Les méthodes de couplage chromatographique CL/MS ou CL/MS-MS ont été largement utilisées au cours des dernières années car elles fournissent une analyse quantitative ainsi que la confirmation de l'identité des fumonisines. Silva *et al.* (2009) a montré que CPL/SM-SM fournit une sensibilité plus élevée (12 µg/kg pour FB1 et FB2) par rapport à CPL/SM (40 µg/kg pour les deux fumonisines), et la détection par fluorescence (20 µg/kg pour FB1 et 15 µg/kg pour FB2), et s'est révélée être plus précise.
18. Une étude de validation interlaboratoire pour les fumonisines B₁ et B₂ dans le maïs a été signalée par Senyuva et al. (2010); y participaient 12 laboratoires dans 11 pays. L'échantillon a été extrait à l'aide d'eau-méthanol-acétonitrile, nettoyé sur colonne d'immuno-affinité et les fumonisines analysées par CL/SM. Les valeurs des coefficients de variation relative pour la répétabilité intralaboratoire (RSD_r) variaient de 1,9 à 12,6 pour cent, et pour la reproductibilité interlaboratoire (RSD_R), de 18,2 à 25,5 pour cent. Les valeurs du HorRat pour r et R étaient toutes inférieures à 2, signifiant que la méthode est adéquate en tant que méthode réglementaire pour l'application des limites des fumonisines dans le maïs.
19. Les fumonisines liées à l'amidon et aux protéines présentes dans les aliments soumis à un traitement thermique pendant la transformation, comme les céréales pour petit déjeuner et les tortillas, ne peuvent pas être détectées par analyse conventionnelle. Dans une méthode décrite par Kim et al (2003), la FB1 fixée sur la protéine a été extraite avec 1 pour cent sodium dodécylsulfate (SDS), a été hydrolysée avec 2 N KOH, l'extrait a été nettoyé par ELS avec support polymérique OASIS et les fumonisines déterminées par CLHP en tant que HFB1 (FB₁ hydrolysée). Cette méthode a ensuite été améliorée par Park et al (2004) par complexion du SDS avec le bleu de méthylène, et en éliminant son interférence dans l'analyse CLHP. Dall'Asta et al. (2008) a signalé une méthode CL/SM/SM pour la quantification simultanée des fumonisines libres et masquées dans le maïs et les produits à base de maïs.
20. À sa 74^{ème} réunion, le JECFA a signalé que les problèmes actuels liés aux méthodes d'analyse comprennent le manque de matériaux de référence adéquats pour la validation des méthodes et l'indisponibilité de normes, notamment pour les fumonisines hydrolysées (HFB₁, HFB₂, HFB₃) et FB₆.

PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE

21. Un plan d'échantillonnage est défini par une étape d'échantillonnage (nombre et taille des échantillons de laboratoire prélevés dans le lot), une étape de préparation de l'échantillon (broyage et taille de la prise d'essai), une étape analytique, et une limite d'acceptation/rejet (généralement égale à la LM). La courbe reflète la variabilité (somme des variabilités de l'échantillonnage, de la préparation de l'échantillon et de la variabilité analytique) et la distribution des résultats des analyses des échantillons pour cette mycotoxine et cette denrée et les limites d'acceptation/rejet pour diverses LM. Le choix du nombre et de la taille des échantillons de laboratoire est un compromis entre la minimisation des risques (les faux positifs et les faux négatifs) et les coûts liés à l'échantillonnage et aux restrictions commerciales. (Whitaker et al., 2007).
22. Dans une étude menée par Whitaker et al (1998) sur les fumonisines dans le maïs décortiqué, un échantillon global d'environ 45 kg a été prélevé dans 24 lots de maïs décortiqué qui avait été récolté en Caroline du Nord, aux États-Unis. Chaque échantillon global a été divisé au riffle en 32 échantillons d'essai de 1,1 kg chacun, et ceux-ci ont été broyés dans un broyeur Romer. Pour une concentration de la contamination de 2 mg/kg dans un lot donné, le coefficient de variation (CV) associé à l'échantillonnage (échantillon de 1,1 kg de maïs décortiqué) était de 17 pour cent, le CV associé à la préparation des échantillons (prise d'essai de 25 g) était de 9,1 pour cent, et le CV relatif aux analyses (CLHP et 1 aliquote quantifiée) était de 9,7 pour cent. Ces valeurs étaient indépendantes du type de fumonisines. Le coefficient de variation associé à la procédure d'essai totale était de 45 pour cent, autrement dit du même ordre de grandeur que celui qui mesure l'aflatoxine dans le maïs décortiqué à l'aide d'une procédure d'essai similaire.
23. Dans une étude de l'échantillonnage portant sur des échantillons de maïs décortiqué de qualité alimentaire commercialisé au Nigeria en 2002, une moyenne de 17 prises d'essai, de 100 g chacune, a été prélevée de chacun des 86 lots de maïs (Whitaker et al., 2007). Chaque prise d'essai a été finement broyée dans un broyeur Romer et un sous-échantillon d'analyse de 25 g a été prélevé pour l'analyse de FB1 par CLHP. La variance, l'écart-type et le coefficient de variation parmi les 100 échantillons utilisés pour détecter les fumonisines dans la cargaison de maïs de concentration réelle de 2 µg/g étaient de 1,91, 1,38 et 69 pour cent respectivement. L'incertitude associée à la procédure d'essai pour les fumonisines était d'un ordre de grandeur similaire à l'incertitude antérieurement établie par les auteurs aux États-Unis (Whitaker et al., 1998).

24. Le nombre d'échantillons progressifs prélevés dans un lot est directement proportionnel à la taille du lot. Au fur et à mesure que la taille du lot augmente, le nombre d'échantillons progressifs sélectionnés dans le lot augmente. Si l'échantillon global est plus important que la taille fixée pour l'échantillon de laboratoire, l'échantillon de laboratoire est prélevé de façon aléatoire dans l'échantillon global. En général, la taille des lots pour le maïs et les céréales varie de la petite remorque aux camions, aux wagons, aux grands vaisseaux, et les taux d'échantillonnage des fumonisines peuvent être similaires à ceux suggérés pour le déoxynivalénol (DON) (REP13/CF⁶, annexe III; CX/MAS 14/35/3) (Whitaker BT, communication personnelle, 2013).
25. Actuellement, il n'y a aucune étude disponible pour évaluer les plans d'échantillonnage pour les fumonisines contenues dans la farine/semoule de maïs. Dans CX/CF 10/4/8⁷, diverses courbes des caractéristiques de fonctionnement et un plan d'échantillonnage pour la farine/semoule de maïs ont été proposés à la 4^{ème} session du CCCF. Elles ont été préparées par Dr. Thomas Whitaker à l'aide des données de laboratoire utilisées dans son étude menée aux États-Unis sur le maïs en grains (Whitaker et al., 1998). Une distribution normale a été utilisée pour le calcul des courbes des caractéristiques de fonctionnement (Thomas Whitaker, *communication personnelle*).
26. La variabilité totale de la procédure d'essai pour les fumonisines dans la farine de maïs (ou tout autre matériau broyé) est la somme de la variance liée à l'échantillonnage et de la variance liée à l'analyse. Vu que le matériau est broyé, il n'y a pas de variance pour la préparation de l'échantillon. Bien qu'aucune donnée de laboratoire ne soit disponible, il est probable que la variabilité liée à l'échantillonnage pour la farine (V_{sf}) soit très inférieure à la variabilité liée à l'échantillonnage pour le grain broyé dans le broyeur Romer (V_{sr}) parce que la taille des particules de la farine transformée est très inférieure à celle des particules broyées dans le broyeur Romer (V_{sf} << V_{sr}). La variabilité analytique serait environ la même pour la farine transformée et le grain broyé dans le broyeur Romer. La variance de l'échantillonnage serait une composante plus importante de la variance totale pour l'échantillonnage du grain broyé dans le broyeur Romer. Lors de l'utilisation des données relatives au maïs en grains broyé dans le broyeur Romer, il sera prévu un échantillon plus grand que celui requis pour la farine transformée pour les mêmes niveaux de risque, à savoir que moins d'échantillons de farine transformée seront nécessaires pour les mêmes niveaux de risque (Whitaker BT, *communication personnelle*, 2012).

ASPECTS AGRICOLES

27. Le Code d'usages en matière de prévention et réduction de la contamination des céréales par les mycotoxines (CAC/RCP 51-2003) a été établi dans le but de contrôler et de gérer la contamination par les mycotoxines dans le monde entier. Le Code d'usages est actuellement en cours de révision par le CCCF (CX/CF 14/8/14⁸), et entre autres, recommande l'utilisation de modèles statistiques pour prédire le moment de la récolte du maïs pour minimiser la concentration des fumonisines. Par ailleurs, le Code indique que la transformation peut réduire les concentrations de fumonisines dans le produit final.

STABILITÉ DES FUMONISINES PENDANT LA TRANSFORMATION

28. Le destin des fumonisines pendant la transformation est affecté par un grand nombre de facteurs, y compris la température, l'humidité du produit, la concentration de la toxine dans le produit brut et la présence d'autres ingrédients dans l'aliment transformé. Les opérations de transformation comprennent le triage, le broyage (sec et humide), le traitement thermique, l'extrusion et la nixtamalisation.
29. Le triage et le nettoyage peuvent diminuer la concentration des fumonisines en éliminant la matière contaminée, mais ne détruisent pas les mycotoxines. Les grains de maïs brisés contiennent des concentrations de fumonisines de l'ordre de 10 fois plus que les grains intacts. Les stratégies visant à séparer les grains sains des grains contaminés comprennent l'élimination du maïs contaminé dans la partie qui flotte en surface lors du traitement en solution saturée de chlorure de sodium (Shetty & Bhat, 1999) et le nettoyage séquentiel des grains de maïs entreposés suivi du passage sur la table densimétrique (Malone et al., 1998).
30. Afolabi et al. (2006) ont prélevé des échantillons de maïs dans différentes exploitations agricoles au Nigeria, qui avaient été triés par les agriculteurs et séparés en fonction de leur bonne et mauvaise qualité. Douze des 13 échantillons de mauvaise qualité contenaient des fumonisines (1,4 à 110 µg/g), de même que les cinq échantillons de bonne qualité (0,2 à 3,7 µg/g), indiquant que le triage visuel est un procédé efficace pour réduire l'exposition aux fumonisines.
31. Van der Westhuizen et al. (2011) a évalué l'effet du triage visuel et du lavage des grains de maïs, procédés généralement utilisés par les populations rurales sud-africaines pour réduire les concentrations de fumonisines. Au laboratoire, le triage optimisé a réduit les concentrations de fumonisines de 71 pour cent et une réduction supplémentaire de 13 pour cent a été réalisée suite à 10 minutes de lavage à température ambiante.

⁶ Les rapports des réunions du Codex y compris celles du Comité sur les contaminants dans les aliments sont disponibles sur le site du Codex à : <http://www.codexalimentarius.org/meetings-reports/en/>

⁷ Les documents de travail pour les sessions du Comité sur les contaminants dans les aliments sont disponibles sur le site du Codex à : <http://www.codexalimentarius.org/meetings-reports/en/> ou en ouvrant directement le lien : <ftp://ftp.fao.org/codex/meetings/cccf/>

⁸ Les documents de travail pour la 8^{ème} session du Comité sur les contaminants dans les aliments sont disponibles sur le site du Codex à : <http://www.codexalimentarius.org/meetings-reports/en/> ou en ouvrant directement le lien : <ftp://ftp.fao.org/codex/meetings/cccf/cccf8/>

32. Les concentrations de fumonisines dans les produits broyés varient considérablement avec les conditions du broyage, car elles sont réparties le long du circuit de broyage approximativement dans les mêmes proportions que leur occurrence dans la structure de la graine du maïs (Scudamore & Patel, 2009). Le broyage humide est utilisé pour obtenir l'amidon, le germe et les fibres de maïs. Le broyage à sec produit le son (obtenu en éliminant le péricarpe) et le germe, suivi des fragments obtenus en diminuant la taille des particules – gruaux, semoule et farine de maïs ((Alexander et al., 1987). Les concentrations les plus faibles sont présentes dans les gruaux et les farines, qui sont essentiellement dérivées de l'endosperme, et qui sont par ailleurs fonction de la taille des particules: Les concentrations les plus élevées sont présentes dans le son et dans le germe (Katta et al. 1997, Brera et al, 2004), qui peuvent contenir des concentrations 29 fois plus élevées que la semoule et les gruaux de maïs, 13 fois plus élevés que la farine de maïs et trois fois plus élevés que le maïs entier (Resnik, 2006).
33. La cuisson au four, la friture et l'extrusion du maïs à haute température (> 190°C) réduit également les concentrations des fumonisines dans les aliments, le degré de réduction étant fonction de la durée de cuisson, de la température, de la recette et autres facteurs. Cependant, le destin chimique des fumonisines dans les aliments cuits au four, frits et extrudés n'est pas très bien compris et on ne sait pas si les concentrations réduites sont le résultat de la décomposition thermique des fumonisines ou de leur liaison avec les protéines, les sucres ou autres composés dans les matrices alimentaires (Humpf et Voss, 2004).
34. Dall'Asta et al (2009) a montré que les fumonisines liées étaient présentes en concentrations plus élevées que les formes libres dans 21 échantillons de produits à base de maïs analysés. La concentration médiane était de 1,43 mg/kg pour les produits de grignotage, 0,15 mg/kg pour les pâtes et le pain et 0,09 mg/kg pour les cornflakes. Les auteurs ont conclu que l'occurrence des mycotoxines liées ou masquées devrait être prise en considération dans les études d'évaluation des risques.
35. La nixtamalisation est un procédé de fabrication de la farine de type masa qui sert à préparer les tortillas et autres produits à base de maïs et qui consiste à bouillir et à tremper le maïs dans une solution d'hydroxyde de calcium. Le processus peut réduire la concentration des fumonisines de 50 à 80 pour cent, avec 35 à 60 pour cent des fumonisines détectées sous leur forme hydrolysée (Burns et al., 2008; Dombink-Kurtzman et al., 2000, Palencia et al., 2003). Il a été signalé que la procédure de nixtamalisation modifiée, par incorporation de diverses combinaisons de peroxyde d'hydrogène et de bicarbonate de sodium outre l'hydroxyde de calcium, engendre une réduction de 100 pour cent de FB1, en revanche la masa obtenue a démontré une toxicité d'environ 60 pour cent de celle du maïs non traité dans la procédure de dosage sur artémia (Park et al., 1996). Burns et al. (2008) a signalé que les interactions des matrices de mycotoxines dans le maïs pendant la nixtamalisation réduisent la biodisponibilité et la toxicité de FB1 chez les rats.

OCCURRENCE DANS LES ALIMENTS

36. L'occurrence des fumonisines dans le maïs et autres cultures dans le monde varie considérablement en fonction d'un grand nombre de facteurs dont les conditions environnementales, le degré de dégradation par les insectes, l'hybride de maïs cultivé et les pratiques agronomiques utilisées.
37. Cette occurrence est bien documentée et analysée dans la documentation et par le JECFA (FAO/OMS, 2001; FAO/OMS, 2011). En raison de leur solubilité dans l'eau, il est peu probable que les fumonisines produisent une bioaccumulation dans les tissus animaux; soit elles n'ont pas été détectées soit elles sont détectées en concentrations extrêmement faibles dans le lait, les œufs et la viande (Prelusky et al., 1996; Miller et al., 1996). De faibles concentrations de fumonisines ont été détectées dans la bière commerciale, probablement dues à l'emploi de gruaux de maïs en remplacement ou en supplément de l'emploi traditionnel de l'orge dans le processus de brassage (Scott et Lawrence, 1995; Hlywka et Bullerman, 1999, Maenetje et al., 2007).
38. À sa 74^{ème} réunion, le JECFA (FAO/OMS, 2011) a reçu des informations sur l'occurrence naturelle des fumonisines d'un certain nombre de pays (Argentine, Australie, Brésil, Canada, Chine, Ghana, Japon, République de Corée, Singapour, République unie de Tanzanie, Uruguay, États-Unis) et des résultats ont été fournis par les États membres de l'Union européenne (Autriche, Belgique, Chypre, République tchèque, Estonie, France, Allemagne, Hongrie, Lituanie, Luxembourg, Pays-Bas, Slovaquie et Espagne) par le biais de EFSA/AESA. Par ailleurs, les données publiées dans les écrits accessibles par tous dans 47 pays ont aussi été examinées lors de l'évaluation. Les données d'occurrence étaient pour la plupart sur FB1, FB2 ou FB3, avec des études récentes sur quelques échantillons naturellement contaminés par 3-*epi*-FB3, FB4 et FB6. Toutes les données d'occurrence ont été classées selon les catégories d'aliments utilisées dans les régimes alimentaires par modules de consommation du GEMS/aliments (OMS, 2006).
39. Les données relatives à 10354 échantillons analysés pour détecter FB1 dans les aliments figurent dans le tableau 1 (43 pour cent provenant des Amériques, 34 pour cent d'Asie, 12 pour cent d'Afrique, 10 pour cent d'Europe et 0,1 pour cent d'Océanie) (FAO/OMS, 2011). Plus de 80 pour cent des échantillons analyses concernaient le maïs. La moyenne des concentrations de FB1 dans le maïs varie largement entre les modules de consommation du GEMS/aliments et à l'intérieur même de ces modules, avec des niveaux de limite inférieure minimale et de limite supérieure maximale de 84 et 4323 µg/kg, respectivement. Le niveau de la limite supérieure de la moyenne mondiale totale pour FB1 dans le maïs était de 1260 µg/kg et pour toutes les autres denrées, elle ne dépassait pas 100 µg/kg.

Tableau 1. Concentrations des fumonisines B1 dans les denrées alimentaires (FAO/OMS, 2011)

Denrée alimentaire	Nombre d'échantillons individuels	% échantillons < LOD ou LOQ	Moyenne mondiale totale* (µg/kg)		Moyenne (µg/kg) dans les modules de consommation du GEMS/aliments (estimations des limites inférieure et supérieure)	
			Limite inférieure	Limite supérieure	Minimum	Maximum
Orge	175	82	35	44	0	212
Sarrasin	95	100	0	3	0	3
Figues séchées	230	25	238	250	238	250
Arachides décortiquées	16	81	97	105	97	105
Maïs	8569	30	1237	1260	84	4323
Millet	42	86	0	8	0	8
Avoine	17	88	1	10	1	10
Riz	242	96	2	31	0	100
Sorgo	17	76	35	74	0	151
Soja (sec)	137	53	33	34	0	84
Maïs doux, en grains	740	66	84	94	0	397
Blé	74	80	38	48	0	221

* Moyenne mondiale totale des limites inférieure et supérieure obtenue en réunissant les données de l'ensemble des modules de consommation du GEMS/aliments; pour calculer les valeurs moyennes, les échantillons dans lesquels la concentration était inférieure à la LOQ ou la LOD ont été considérés à la valeur zéro (estimations de la limite inférieure) ou de la limite elle-même (estimations de la limite supérieure).

40. Les données relatives à 12392 échantillons sur les fumonisines totales figurant dans le tableau 2 (49 pour cent provenant des Amériques, 27 pour cent d'Asie, 13 pour cent d'Europe, 11 pour cent d'Afrique et 0,1 pour cent d'Océanie). Plus de 80 pour cent des échantillons concernaient le maïs. La moyenne des concentrations de FB1 dans le maïs varie largement entre les modules de consommation du GEMS/aliments et à l'intérieur même de ces modules, avec des niveaux de limite inférieure minimale et de limite supérieure maximale de 174 et 5921 µg/kg, respectivement.
41. Les niveaux inférieurs de contamination par les fumonisines détectés dans les aliments traités thermiquement, comme la farine de maïs précuite, les échantillons de corn flakes et de produits de grignotage analysés dans un grand nombre d'études peuvent s'expliquer par les fumonisines liées qui se sont formées pendant la transformation et qui ne peuvent pas être détectés par les méthodes analytiques courantes (Seefelder et al., 2003; Lu et al., 2002). Kim et al. (2003) ont détecté une moyenne de 2,6 fois plus de FB1 présentes sous la forme liée dans les corn flakes par rapport aux analyses conventionnelles. Park et al. (2004) ont détecté environ 1,3 fois plus de FB1 sous la forme liée par rapport à la FB1 extractible dans 15 échantillons d'aliments à base de maïs de cuisson alcaline, comme les tortillas et les chips de maïs analysées.

Tableau 2. Concentrations des fumonisines totales dans les denrées alimentaires (74^{ème} JECFA; FAO/OMS, 2011)

Denrée	Nombre d'échantillons individuels	Moyenne mondiale totale* (µg/kg)		Moyenne (µg/kg) dans les modules de consommation du GEMS/aliments (estimations des limites inférieure et supérieure)	
		Limite inférieure	Limite supérieure	Minimale	Maximale
Orge	123	51	102	0	340
Sarrasin	96	0	10	0	10
Maïs	10759	1651	1.681	174	5921
Millet	42	0	18	0	18
Avoine	26	1	23	0	200
Riz	207	1	59	0	104
Soja (sec)	106	6	11	0	30
Maïs doux, en grains	939	131	164	0	549
Blé	94	0	29	0	200

* Moyenne mondiale totale des limites inférieure et supérieure obtenues en réunissant les données dans l'ensemble des modules de consommation du GEMS/aliments; pour calculer les valeurs moyennes, les échantillons dans lesquels la concentration était inférieure à la LOQ ou la LOD ont été considérés à la valeur zéro (estimations de la limite inférieure) ou à la limite elle-même (estimations de la limite supérieure)..

42. Les informations sur l'occurrence naturelle des fumonisines dans les matériaux de consommation animale ont été extraites des données soumises par un certain nombre de pays (Brésil, Chine, Japon, Norvège, Afrique du Sud et Uruguay), des résultats soumis par les États membres de l'Union européenne par le biais d'EFSA/AESA (Belgique, Estonie, France, Hongrie, Lituanie, Pays-Bas et Slovaquie), par un fournisseur commercial d'aliments pour animaux et par les enquêtes publiées. Les données relatives à 7060 échantillons provenant d'Afrique (4,5pour cent), d'Amérique (13,3pour cent), d'Asie (69,8pour cent), d'Europe (4,5pour cent) et d'Australie et de Nouvelle-Zélande (7 pour cent) ont été sélectionnées pour évaluation par le 74^{ème} JECFA (tableau 3). Les concentrations détectées dans les aliments pour animaux à base de maïs sont du même ordre que celles détectées dans le maïs de consommation humaine (tableau 2).

Tableau 3. Concentrations des fumonisines (B1+B2+B3) dans l'alimentation animale (74^{ème} JECFA; FAO/OMS, 2011)

Denrée	Nombre d'échantillons individuels	% échantillons < LOD ou LOQ	Concentration moyenne*	
			Limite inférieure	Limite supérieure
Céréales	384	87	97	313
Semoule de gluten de maïs	18	-	3807	3807
Grains de distillerie avec solubles	185	14	1077	1110
Grains de distillerie plus solubles	78	23	825	883
Aliments pour animaux finis	2353	30	691	765
Maïs	1927	24	1565	1625
Autres aliments pour animaux	1391	75	339	524
Riz	20	95	38	275
Produits d'ensilage	248	79	184	383
Produits à base de soja	362	93	52	283
Blé	88	89	28	250

*Les échantillons dans lesquels la concentration était inférieure à la LOQ ou LOD ont été considérés à la valeur zéro (estimations de la limite inférieure) ou à la limite elle-même (limite supérieure).

43. Bien que le CCCF ait demandé au JECFA d'évaluer la co-occurrence des fumonisines avec les autres mycotoxines, cette évaluation n'a pas pu être réalisée parce que les concentrations parallèles de fumonisines et d'autres mycotoxines dans des échantillons individuels n'étaient pas disponibles (FAO/OMS, 2011).

EXPOSITION HUMAINE ET ÉVALUATION DES RISQUES

44. L'exposition aux fumonisines est principalement liée à la consommation de maïs et de produits à base de maïs. La quantité ingérée peut varier considérablement, en fonction des concentrations de fumonisines dans le maïs /produits à base de maïs et la quantité de maïs /produits à base de maïs consommés par les différents individus ou populations.
45. À sa 74^{ème} réunion, le JECFA a examiné les évaluations nationales réalisées par l'Union européenne (collectivement), les Pays-Bas, le Portugal, la Chine, le Mexique, les États-Unis, l'Espagne, la République de Corée, l'Afrique du Sud, la République unie de Tanzanie, le Brésil, l'Italie, la France et le Guatemala. Le maïs non transformé était généralement la seule source de fumonisines examinée, mais dans certaines études, d'autres céréales et produits à base de céréales ont aussi été pris en compte. La plupart de ces rapports contenait des estimations de l'exposition alimentaire à la fumonisine B1 uniquement. La plupart des estimations étaient inférieures à 1 µg/kg p.c. par jour pour la population générale mais des concentrations particulièrement élevées de B1 (jusqu'à 7,6 et 33,3 µg/kg p.c. par jour pour les consommateurs moyens et grands, respectivement) et de fumonisines totales (jusqu'à 10,6 et 44,8 µg/kg p.c. par jour pour les consommateurs moyens et grands, respectivement) ont été enregistrées dans certaines régions et groupes de population (FAO/OMS, 2011).
46. À sa 74^{ème} réunion, le JECFA a réalisé les estimations internationales de l'exposition à l'aide des régimes alimentaires par modules de consommation du GEMS/aliments (FAO/OMS, 2011). Les données sur les concentrations de FB1 ainsi que des fumonisines totales dans chaque module ont été réunies pour calculer les concentrations représentatives résumées pour chaque module. Les denrées examinées dans l'évaluation alimentaire étaient l'orge, le sarrasin, les figues séchées, les arachides décortiquées, le maïs, le millet, le riz, le soja (sec), le maïs doux en grains et le blé. Pour chaque denrée, quand les données de concentration n'étaient pas disponibles dans un module, les limites inférieure et supérieure totales mondiales ont été utilisées pour évaluer l'exposition (tableaux 2 et 3). Un poids corporel normal de 60kg a été utilisé dans l'évaluation.
47. En ce qui concerne le scénario de la limite supérieure, l'exposition alimentaire totale à FB1 a été estimée avec une variation allant de 0,3 µg/kg p.c. par jour (module L) à 6,2 µg/kg p.c. par jour (module A). L'exposition alimentaire totale aux fumonisines totales était supérieure à 2,0 µg/kg p.c. par jour (la DJMTP pour les fumonisines) dans les modules A et C (pays du centre et du nord de l'Afrique), G (Asie), et H et K (pays d'Amérique centrale et du Sud). Des résultats similaires ont été obtenus avec le scénario de la limite inférieure.
48. La contribution du maïs à l'exposition totale aux fumonisines totales variait de 18 pour cent (module E, scénario de la limite supérieure) à 99pour cent (module H, scénario de la limite inférieure). C'est seulement dans le scénario de la limite supérieure que le blé a contribué à l'exposition aux fumonisines totales, avec des pourcentages allant de 1pour cent (modules A, H et M) à 44pour cent (module D).

CONSIDÉRATIONS EN MATIÈRE DE GESTION DES RISQUES ET PROBLÈMES DE SANTÉ PUBLIQUE

49. Les teneurs indicatives pour les fumonisines (FB1+FB2+FB3) dans les aliments aux États-Unis sont de 2 mg/kg pour les produits à base de maïs broyé à sec et dégermé (teneur en grasse <2,5 pour cent) et 3 mg/kg pour les grains de maïs éclaté (USFDA, 2001). Dans la Communauté européenne, la limite maximale (FB1+FB2) est de 4 mg/kg pour la farine de maïs non transformée, 1 mg/kg pour le maïs destiné à la consommation humaine directe, 0,8 mg/kg pour les céréales du petit-déjeuner à base de maïs et les produits de grignotage à base de maïs, 0,2 mg/kg pour les produits transformés à base de maïs et les aliments pour nourrissons et jeunes enfants; la LM pour les fractions de broyage du maïs dépend de la taille de la particule – 1,4 mg/kg pour > 500 µm et 2 mg/kg pour ≤ 500 µm (CE No 1126/2007).
50. L'agence coréenne pour les produits alimentaires et pharmaceutiques (KFDA) a adopté en 2009 une LM pour les fumonisines (FB1+FB2) de 4 mg/kg pour le maïs et 2 mg/kg pour ses produits de transformation simple (broyé, taillé) et leur farine. KFDA a notifié l'organisation mondiale du commerce (G/SPS/N/KOR/334, 8 juillet 2009) concernant l'établissement d'une LM (FB1+FB2) à 1 mg/kg pour les produits transformés à base de céréales dans lesquels la teneur en maïs, produits à base de maïs de transformation simple ou de farine de maïs réunis, constitue au moins 50 pour cent de la teneur totale du produit, les biscuits contenant au moins 50pour cent de maïs, les céréales et produit à base de maïs pour maïs éclaté à 4 mg/kg pour le maïs et 2 mg/kg pour les gruaux et la farine de maïs (germe excepté) (CRD 18, 4^{ème} CCCF).
51. À sa 74^{ème} réunion, le JECFA a évalué l'impact de l'établissement des LM pour le maïs et les produits à base de maïs sur l'évaluation de l'exposition alimentaire (FAO/OMS, 2011). Pour ce faire, tous les échantillons pour lesquels la concentration moyenne de la limite supérieure de fumonisines totales dépassait les LM ont été exclus des calculs.
52. Les pourcentages des échantillons rejetés après la mise en œuvre des LM proposées dans CX/CF 10/4/8 à la 4^{ème} session du CCCF sont présentés dans le tableau 4. Les LM n'ont pas engendré de rejet d'échantillons pour la majorité des denrées et des modules. Dans l'ensemble, seulement 11 pour cent des échantillons ont été rejetés.

53. La mise en œuvre d'une LM de 5000 µg/kg pour le maïs en grains entraînerait 88 et 28 pour cent d'échantillons rejetés dans les modules A et D du GEMS/aliments, respectivement. La mise en œuvre d'une LM de 2500 µg/kg n'entraînerait pas de modification dans le taux de rejet dans le module A et augmenterait le taux de rejet à 40 pour cent dans le module D. La diminution de la recommandation de 5000 à 2500 µg/kg augmente le taux de rejet de 2 à 31 pour cent dans le module H, 12 à 32 pour cent dans le module K et 1 à 33 pour cent dans le module M.
54. Des rejets d'échantillons de farine/semoule de maïs ont été observés dans quatre modules, pour plus de 50 pour cent dans les modules G et K. Le rejet d'échantillons de maïs éclaté et de céréales pour petit déjeuner et produits de grignotage à base de maïs n'a été observé que dans le module K. Aucun rejet n'a été observé dans les modules dont la LM était de 500 µg/kg pour les aliments pour bébés à base de maïs.

Tableau 4. Effet de la mise en œuvre des LM Codex proposées dans les catégories d'aliments proposées sur le rejet des échantillons par modules de consommation du GEMS/aliments (modifié, FAO/OMS, 2011)

Denrée	LM proposée, µg/kg	Module du GEMS/aliments	Nombre d'échantillons	% d'échantillons rejetés après mise en œuvre des LM
Maïs en grains, non transformé	5000	Module A	280	88%
Maïs en grains, non transformé	5000	Module D	172	28%
Maïs en grains, non transformé	5000	Module K	2296	12%
Maïs en grains, non transformé	5000	Module J	337	2%
Maïs en grains, non transformé	5000	Module H	805	2%
Maïs en grains, non transformé	5000	Module M	1047	1%
Farine/semoule de maïs	2000	Module G	331	57%
Farine/semoule de maïs	2000	Module K	721	53%
Farine/semoule de maïs	2000	Module B	554	16%
Farine/semoule de maïs	2000	Module M	781	4%
Maïs en grains éclaté	2000	Module K	70	17%
Céréales de petit déjeuner/produits de grignotage à base de maïs	1000	Module K	102	11%

55. À sa 74^{ème} réunion, le JECFA a aussi évalué l'impact d'une série de LM hypothétiques pour les catégories « Maïs en grains, non transformé » et « Semoule/farine de maïs » sur le rejet des échantillons (tableau 5 et 6). Aucun ou peu d'effet a été observé sur les estimations internationales de l'exposition suite à la mise en œuvre de LM supérieures à celles proposées dans CX/CF 10/4/8 pour les deux catégories (5000 et 2000 µg/kg, respectivement).

Tableau 5. Effet de la mise en œuvre d'une série de LM hypothétiques pour le « maïs en grains, non transformé » sur le rejet des échantillons par modules de consommation du GEMS/aliments (FAO/OMS, 2011)

Module du GEMS/aliments	Nombre d'échantillons	% d'échantillons rejetés après mise en œuvre des LM (µg/kg)					
		500	1000	2500	5000	7000	10000
Module A	280	100%	96%	88%	88%	3%	
Module B	300	31%	31%	31%			
Module C	20	100%	100%				
Module D	172	51%	51%	40%	28%	28%	6%
Module E	96	58%	58%				
Module F	0						
Module G	431	60%	49%	27%			
Module H	805	90%	31%	31%	2%		
Module I	572	29%	22%				
Module J	337	27%	27%	9%	2%		
Module K	2296	100%	95%	32%	12%	3%	
Module L	339	8%	8%				
Module M	1047	88%	33%	33%	1%	1%	1%

Tableau 6. Effet de la mise en œuvre d'une série de LM hypothétiques pour la « Farine/semoule de maïs » sur le rejet des échantillons par modules de consommations du GEMS/aliments (FAO/OMS, 2011)

Module du GEMS/Aliments	Nombre d'échantillons	% d'échantillons rejetés après la mise en œuvre des LM (µg/kg)					
		250	500	1000	2000	3000	4000
Module A	0						
Module B	554	63%	42%	16%	16%		
Module C	0						
Module D	0						
Module E	70	53%	53%				
Module F	0						
Module G	331	85%	85%	85%	57%	57%	43%
Module H	3	100%	100%				
Module I	101	9%	9%				
Module J	0						
Module K	721	87%	85%	76%	53%	32%	11%
Module L	878	15%	13%	4%			
Module M	781	90%	12%	4%	4%	4%	2%

56. L'effet de la mise en œuvre de diverses LM pour le maïs en grains et la farine/semoule de maïs sur l'exposition alimentaire chronique aux fumonisines totales a été évalué par le JECFA à sa 74^{ème} réunion pour les régimes alimentaires par modules de consommation du GEMS/aliments (tableau 8). Une réduction de l'exposition dans toutes les denrées a été observée dans neuf modules (de 6 pour cent à 68 pour cent). La mise en œuvre des LM de 5000 et de 2000 µg/kg pour le maïs en grains et la farine/semoule de maïs, respectivement, a considérablement réduit l'exposition dans le module A (de 8,4 à 2,7 µg/kg p.c./jour) et G (de 2,9 à 1,2 µg/kg p.c./jour). Pour le module H, l'impact le plus élevé sur l'exposition a été observé quand la LM pour le maïs en grains a été fixé à 2500 µg/kg, mais aucun scénario de LM n'engendrerait une exposition dans ce module à des niveaux inférieurs à la DJMTP de 2 µg/kg p.c./jour. Pour réduire l'exposition dans tous les modules à l'exception du module H à un niveau inférieur à la DJMTP, la LM pour le maïs en grains devrait être fixée à 1000 µg/kg.

57. À sa 74^{ème} réunion, le JECFA a conclu que des effets néfastes liés à l'exposition aux fumonisines peuvent se produire et que la réduction de l'exposition aux fumonisines et autres toxines produites par *F. verticillioides* est extrêmement souhaitable, notamment dans les régions du monde où le maïs est un aliment de base important et où la contamination peut être élevée. Comme les fumonisines dans les aliments pour animaux ne sont pas transférées en quantité appréciable dans les produits d'origine animale, l'occurrence des fumonisines dans les aliments pour animaux n'a pas été considérée comme un problème de santé publique.
58. À sa 74^{ème} réunion, le JECFA a conclu que la mise en œuvre des LM proposées dans CX/CF 10/4/8 (5000 et 2000 µg/kg pour le maïs en grains, non transformé et la farine/semoule de maïs, respectivement) pourrait réduire de façon significative l'exposition (de plus de 20 pour cent) aux fumonisines totales dans six modules (A, B, D, F, G, K). La principale contribution à cette réduction provient de la LM proposée pour le « maïs en grains, non transformé ». Aucun ou peu d'effet sur les estimations internationales de l'exposition n'a été observé à la suite de la mise en œuvre des LM supérieures à celles proposées dans CX/CF 10/4/8. Il a été noté que la mise en œuvre des concentrations proposées engendrerait le rejet de 1–88 pour cent du « maïs en grains, non transformé » et de 4–57 pour cent de la « farine/semoule de maïs » dans l'ensemble des modules.

Tableau 7. Effet de la mise en œuvre d'une série de LM hypothétiques et des LM Codex proposées sur l'estimation internationale de l'exposition alimentaire chronique aux fumonisines totales (FAO/OMS, 2011)

LM ^a pour le maïs en grains, non transformé (µg/kg)	LM ^a pour la farine/semoule de maïs (µg/kg)	Modules de consommation du GEMS/aliments (µg/kg p.c. par jour)												
		A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M
Aucune limite	Aucune limite	8,4	1,9	2,3	1,9	1,2	0,4	2,9	7,3	2,0	1,0	3,0	0,4	2,0
10000	4000	8,4	1,9	2,3	1,6	1,2	0,4	1,3	7,3	2,0	1,0	2,9	0,4	1,8
10000	2000	8,4	1,4	2,3	1,6	1,2	0,4	1,2	7,3	2,0	1,0	2,8	0,4	1,8
7000	3000	8,3	1,9	2,3	0,8	1,2	0,4	1,2	7,3	2,0	1,0	2,6	0,4	1,8
5000	2000	2,7	1,4	2,3	0,8	1,2	0,3	1,2	6,9	2,0	0,9	2,3	0,4	1,8
2500	.	2,7	0,8	2,3	0,4	1,2	0,3	0,8	3,1	2,0	0,7	2,0	0,4	0,9
1000	500	1,4	0,5	1,5	0,3	1,1	0,2	0,6	3,0	1,1	0,5	0,8	0,3	0,9
500	250	0,4	0,4	1,5	0,3	1,1	0,2	0,5	2,2	1,0	0,5	0,5	0,3	0,6
5000	4000	2,7	1,9	2,3	0,8	1,2	0,3	1,3	6,9	2,0	0,9	2,4	0,4	1,8
5000	3000	2,7	1,9	2,3	0,8	1,2	0,3	1,2	6,9	2,0	0,9	2,3	0,4	1,8
5000	1000	2,7	1,4	2,3	0,8	1,2	0,3	1,2	6,9	2,0	0,9	2,3	0,4	1,8
5000	500	2,7	1,3	2,3	0,8	1,2	0,3	1,2	6,9	2,0	0,9	2,3	0,3	1,8
5000	250	2,7	1,3	2,3	0,8	1,2	0,3	1,2	6,9	2,0	0,9	2,4	0,3	2,3
7000	2000	8,3	1,4	2,3	0,8	1,2	0,4	1,2	7,3	2,0	1,0	2,6	0,4	1,8
2500	2000	2,7	0,8	2,3	0,4	1,2	0,3	0,9	3,1	2,0	0,7	2,0	0,4	0,9
1000	2000	1,4	0,8	1,5	0,3	1,1	0,3	0,8	3,1	1,1	0,5	1,3	0,4	0,9
500	2000	0,6	0,8	1,5	0,3	1,1	0,2	0,7	2,2	1,0	0,5	1,3	0,4	0,7

^a ML proposées dans CX/CF 10/4/8 au 4^{ème} CCCF: 5000 µg/kg pour le « maïs en grains, non transformé », 2000 µg/kg pour la « farine/semoule de maïs ».

BIBLIOGRAPHIE

1. Abbas, H.K., Cartwright, R.D., Shier, W.T. Aflatoxin and fumonisin contamination of maize (maize, *Zea mays*) hybrids in Arkansas. *Crop Prot.* 25, 1–9, 2006.
2. Afolabi CG, Bandyopadhyay R, Leslie JF, Ekpo EJ. Effect of sorting on incidence and occurrence of fumonisins and *Fusarium verticillioides* on maize from Nigeria. *J. Food Prot.* 69, 2019-23, 2006.
3. Alexander, R.J. Maize dry milling: processes, products and applications. IN: *Maize: Chemistry and Technology*. S.A. Watson and P.E. Ramstad, eds. Am. Assoc. Cereal Chem.: St. Paul, MN, pp 351-376, 1987.
4. Ariño A., Estopañan, G., Juan, T., Herrera, A. Estimation of dietary intakes of fumonisins B₁ and B₂ from conventional and organic maize. *Food Control* 18: 1058–1062, 2007.
5. Bacon, C.W.; Nelson, P.E.; Fumonisin production in maize by toxigenic strains of *Fusarium moniliforme* and *Fusarium proliferatum*. *J. Food Prot.* 57(6): 514-521, 1994.
6. Bacon, C.W. and Hinton, D.M.; Symptomless endophytic colonization of maize by *Fusarium moniliforme*. *Can. J. Bot./Rev. Can. Bot.* 74(8): 1195-1202, 1996.
7. Bartók T, Tölgyesi L, Szekeres A, Varga M, Bartha R, Szécsi A, Bartók M, Mesterházy A, Detection and characterization of twenty-eight isomers of fumonisin B₁ (FB₁) mycotoxin in a solid rice culture infected with *Fusarium verticillioides* by reversed-phase high-performance liquid chromatography/electrospray ionization time-of-flight and ion trap mass spectrometry, *Rapid Commun Mass Spectrom*, 2010 Jan;24(1):35-42
8. Bennett, G.A. and Richard, J.L. Influence of processing on *Fusarium* mycotoxins in contaminated grains. *Food Technology* 50(5), 235-238, 1996.
9. Bird, C.B., et al. (2002). Determination of total fumonisins in corn by competitive direct enzyme-linked immunosorbent assay: Collaborative study. *Journal of the AOAC International* 85, 404-410.
10. Bothast, R.J.; Bennett, G.A.; Vancauwenberge, J.E.; Richard, J.L. Fate of fumonisin B₁ in naturally contaminated maize during ethanol fermentation. *Appl. Environ. Microbiol.* 58:233-236, 1992.
11. Brera, C.; Debegnach, F.; Grossi, S.; Miraglia, M.; Effect of industrial processing on the distribution of fumonisin B₁ in dry milling maize fractions. *Journal of Food Protection* 67 (6): 1261-1266, 2004.
12. Bullerman, L.B.; Bianchini, Hanna, M.A., Jackson, L.S.; Jablonski, J.; Ryu, D. Reduction of Fumonisin B₁ in Corn Grits by Single-Screw Extrusion. *J. Agric. Food Chem.* 56, 2400–2405, 2008.
13. Burns TD., Snook ME, Riley RT and Voss KA. Fumonisin concentration and in vivo toxicity of nixtamalized *Fusarium verticillioides* culture material; evidence for fumonisin-matrix interaction. *Food Chem Toxicol*, 46, 2841-2848, 2008.
14. Caldas, E.D.; Silva, A.C.S. Mycotoxins in maize based food products consumed in Brazil: An exposure assessment for fumonisins. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 55 (19): 7974-7980, 2007.
15. Castells, M.; Marín, M.; Sanchis, V.; Ramos, A.J. Distribution of fumonisins and aflatoxins in corn fractions during industrial cornflake processing. *Int. J. Food Microbiol.* 123: 81–87, 2008.
16. Castelo, M.M.; Jackson, L.S.; Hanna, M.A.; Reynolds, B.H.; Bullerman, L.B. Loss of fumonisin B₁ in extruded and baked maize-based foods with sugars. *Journal of Food Science* 66: 416-421, 2001.
17. Cavaliere, C.; Foglia, P.; Guarino, C.; Motto, M.; Nazzari, M.; Samperi, R.; Lagana, A.; Berardo, N.; Mycotoxins produced by *Fusarium* genus in maize: determination by screening and confirmatory methods based on liquid chromatography tandem mass spectrometry, *Food Chemistry* 105(2): 700-710, 2007.
18. Clay K. Fungal Endophytes of Grasses. *Annual Review of Ecology and Systematics*. 21: 275-297, 1990.
19. Codex Alimentarius, Code of Practice for the prevention and reduction of mycotoxins contamination in cereals, including annexes on ochratoxin A, zearalenone, fumonisins and tricothecenes. CAC/RCP51, pp. 1–8, 2003.
20. Dall'Asta, C., Galaverna, G., Aureli, G., Dossena, A., Marchelli, R., A LC/MS/MS method for the simultaneous quantification of free and masked fumonisins in corn and corn-based products. *World Mycot. J.* 2008, 1, 1–10.
21. Dall'Asta, C., Galaverna G, Mangia M, Sforza S, Dossena A, Marchelli R. Free and bound fumonisins in gluten-free food products. *Mol Nutr Food Res.* 2009 Apr;53(4):492-9
22. Dall'Asta, C., et al. (2010). In Vitro digestion assay for determination of hidden fumonisins in maize. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 58, 12042-12047
23. De Girolamo, A.; Solfrizzo, M.; Von Holst, C.; Visconti, A. Comparison of different extraction solvents and clean-up procedures for the determination of fumonisins in maize and maize-based food products. *Food Addit. Contam.*, 18, 59–67, 2001.

24. Dombink-Kurtzman, M.A.; Dvorak, T.J. Barron ME, Roney LW. Effect of nixtamalization (alkaline cooking) on fumonisin-contaminated corn for production of masa and tortillas. *J. Agric. Food Chem.* 48: 5781-86, 2000.
25. EC-Commission Regulation. Setting maximum levels for certain contaminants in foodstuffs. Official Journal of the European Commission. No. 1126/2007. http://www.fsai.ie/uploadedFiles/Commission_Regulation_EC_No_1126_2007.pdf
26. Fandohan, P.; Gnonlonfin, B.; Hell, K.; Marasas, W.F.O.; Wingfield, M.J. Natural occurrence of Fusarium and subsequent fumonisin contamination in preharvest and stored maize in Benin, West Africa, *Int. J. Food Microbiology* 99(2): 173-183, 2005.
27. FAO/WHO. Safety evaluations on certain mycotoxins in food (Fifty-sixth meeting of the Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives). WHO Food Additive Series No. 47, and FAO Food and Nutrition Paper 74, 2001. Available at: <http://www.inchem.org/documents/jecfa/jecmono/v47je03.htm> (Accessed 15 January 2009).
28. FAO/WHO – World Health Organization. Evaluation of Certain Food Additives and Contaminants (2011). Seventy-fourth report of the Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives. WHO Technical Report Series 966
29. Ferreira-Castro, F.L.; Aquino, S.; Greiner, R.; Ribeiro, D.H.B.; Reis, T.A.; Correa, B. Effects of gamma radiation on maize samples contaminated with *Fusarium verticillioides* *Applied Radiation and Isotopes* 65, 927–933, 2007.
30. Frisvad JC, Smedsgaard J, Samson RA, Larsen TO, Thrane U. Fumonisin B₂ production by *Aspergillus niger*. *J Agric Food Chem.* 2007 Nov 14;55(23):9727-32.
31. Fodor J, Balogh K, Weber M, Miklós M, Kametler L, Pósa R, Mamet R, Bauer J, Horn P, Kovács F, Kovács M. (2008). Absorption, distribution and elimination of fumonisins B₁ metabolites in weaned piglets. *Food Additives and Contaminants* 25(1), 88-96.
32. Gazzotti T, et al. (2011). Analysis of fumonisins B₁, B₂ and their hydrolysed metabolites in pig liver by LC-MS/MS. *Food Chemistry*, 125, 1379-1384.
33. Hasegawa, R. H.; Fonseca, H.; Fancelli, A. L.; Silva da V. N., Schammas E. A., Reis, T. A.; Correa, B.; Influence of macro- and micronutrient fertilization on fungal contamination and fumonisin production in maize grains. *Food Control* 19 (1):36-43, 2008.
34. Hlywka, J.J. and Bullerman, L.B. Occurrence of fumonisin B₁ and B₂ in beer. *Food Addit. Contam.* 16(8): 319-324, 1999.
35. IARC. International Agency for Research on Cancer. Some Traditional Herbal Medicines, Some Mycotoxins, Naphthalene and Styrene. Monographs on the Evaluation of Carcinogenic Risks to Humans 82: 171-301, 2002.
36. Jackson, L.S.; Katta, S.K.; Fingerhut, D.D.; DeVries, J.W.; and Bullerman, L.B. Effects of baking and frying on the fumonisin B₁ content of maize-based foods. *J. Agric Food Chem.* 45:4800-4805, 1997.
37. Jackson, L.; Jablonski, J. *Mycotoxins in food: detection and control.* Woodhead Publishing 367-405, 2004.
38. Katta, S.K.; Cagampang, A.E.; Jackson, L.S. and Bullerman, L.B. Distribution of *Fusarium* molds and fumonisins in dry-milled maize fractions. *Cereal Chem.* 74(6): 858-863, 1997.
39. Katta, S.K.; Jackson, L.S.; Sumner, S.S.; Hanna, M.A.; Bullerman, L.B. Effect of temperature and screw speed on stability of fumonisin B₁ in extrusion-cooked maize grits. *Cereal Chem.*, 76, 16–20, 1999.
40. Kim, E.K.; Scott, P.M.; Lau, B.P. Hidden fumonisin in maize flakes. *Food Addit. Contam.* 20, 161-169, 2003.
41. Kumar, V.; Basu, M.S.; Rajendran, T.P. Mycotoxin research and mycoflora in some commercially important agricultural commodities, *Crop Protection* 27(6): 891-905, 2008.
42. Lu, Y.; Clifford, L.; Hauck, C.C.; Hendrich, S.; Osweiler, G.; Murphy, P.A. Characterization of fumonisin B₁- glucose reaction kinetics and products. *J. Agric. Food Chem.* 50, 4726-4733, 2002.
43. Maenetje PW, Dutton MF. The incidence of fungi and mycotoxins in South African barley and barley products. *J Environ Sci Health B.* 2007 Feb;42(2):229-36.
44. Malone, B.M.; Richard, J.L.; Romer, T.; Johansson, A.S. and Whitaker, T. Fumonisin reduction in maize by cleaning during storage discharge. IN: Proceedings of the 48th Australian Cereal Chemistry Conference. L. O'Brian, A.B. Blakeney, A.S. Ross and C.W. Wrigley eds. Cairns, Australia, pp372-379, August 1998.
45. Monbaliu S, Van Poucke C, Detavernier C, Dumoulin F, Van De Velde M, Schoeters E, Van Dyck S, Averkieva O, Van Peteghem C, De Saeger S. (2010). Occurrence of mycotoxins in feeds as analyzed by a multi-mycotoxin LC-MS/MS method. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 58, 66-71.
46. Magkos, F.; Arvaniti, F.; Zampelas, A. Organic Food: Buying More Safety or Just Peace of Mind? A Critical Review of the Literature. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 46:23–56, 2006.
47. Månsson M, Klejnstrup ML, Phipps RK, Nielsen KF, Frisvad JC, Gottfredsen CH, Larsen TO. Isolation and NMR characterization of fumonisin B₂ and a new fumonisin B₆ from *Aspergillus niger*. *J Agric Food Chem.* 2010 27;58(2):949-53.

48. Marasas, W.F.O. Discovery and Occurrence of the Fumonisin: A Historical Perspective. *Environmental health perspectives supplements* 109(2): 239-243, 2001.
49. Miller, J.D. Epidemiology of Fusarium ear diseases of cereals. IN: *Mycotoxins in Grain-Compounds Other Than Aflatoxin*. J.D. Miller and H.L. Trenholms. Eagan Press, St. Paul, MN, pp 19-36, 1994.
50. Miller, M.A.; Honstead, J.P., and Lovell, R.A. Regulatory aspects of fumonisins with respect to animal feed. IN: *Fumonisin in Food*. L.S. Jackson; J.W. DeVries and L.B. Bullerman eds. Plenum Press, NY, pp 363-368, 1996.
51. Miller, J.D. Factors affecting the occurrence of fumonisin in maize. Abstracts of Papers (p.21)-International Conference on the Toxicology of Fumonisin. June 28-30, Arlington, VA, 1999.
52. Mogensen JM, Frisvad JC, Thrane U, Nielsen KF, Production of Fumonisin B2 and B4 by *Aspergillus niger* on grapes and raisins, *J Agric Food Chem*, 2010 Jan 27;58(2):954-8,
53. Munkvold, G.P.; Desjardins, A.E. Fumonisin in maize - Can we reduce their occurrence? *Plant Disease*. 81(6):556-565, 1997.
54. Noonim P, Mahakarnchanakul W, Nielsen KF, Frisvad JC, Samson RA. Fumonisin B2 production by *Aspergillus niger* in Thai coffee beans. *Food AdditContam Part A Chem Anal Control Expo Risk Assess*. 2009;26(1):94-100.
55. Ndube N, van der Westhuizen L, Green IR, Shephard GS. HPLC determination of fumonisin mycotoxins in maize: a comparative study of naphthalene-2,3-dicarboxaldehyde and o-phthalaldehyde derivatization reagents for fluorescence and diode array detection. *J Chromatogr B Analyt Technol Biomed Life Sci*. 2011 1;879(23):2239-43.
56. Pagliuca G, Zironi E, Ceccolini A, Matera R, Serrazanetti GP, Piva A. (2005). Simple method for the simultaneous isolation and determination of fumonisin B₁ and its metabolite aminopentol-1 in swine liver by liquid chromatography-fluorescence detection. *Journal of Chromatography B* 818, 97-103.
57. Palencia, E., et al. (2003). Total fumonisins are reduced in tortillas using the traditional nixtamalization method of Mayan communities. Nutrient interactions and toxicity research communication. *The Journal of Nutrition* 133(10), 3200-3203.
58. Park, J.W.; Scott, P.M.; Lau, B.P.; Lewis, D.A.; Analysis of heat-processed maize foods for fumonisins and bound fumonisins. *Food Addit. Contam.* 21(12):1168-78, 2004.
59. Prelusky, D.B.; Trenholm, H.L.; Rotter, B.A.; Miller, J.D.; Savard, M.E.; Yeung, J.M.; and Scott, P.M. Biological fate of fumonisin B1 in food-producing animals. IN: *Fumonisin in Food*. L.S. Jackson, J.W. DeVries, and L.B. Bullerman, eds. Plenum Press, New York, pp 265-278, 1996.
60. Resnik, S.L. Food processing to reduce the entry of mycotoxins to the food and feed chains. Conference on "Advances in research on toxigenic fungi and mycotoxins in South America ensuring food and feed safety in a mycoglobe context" Carlos Paz, Cordoba, Argentina, March 2006.
61. Rheeder, J.P.; Marasas, W. F.O.; Vismer, H.F. Production of fumonisin analogs by *Fusarium* species. *Appl. Environ. Microbiol.* 68: 2101-2105, 2002.
62. Scott, P.M.; Lawrence, G.A. Analysis of beer for fumonisins. *J. Food Prot.*, 58, 1379-1382, 1995.
63. Scudamore KA, Patel S. *Fusarium* mycotoxins in milling streams from the commercial milling of maize imported to the UK, and relevance to current legislation. *Food AdditContam Part A Chem Anal Control Expo Risk Assess*. 2009 May;26(5):744-53.
64. Seefelder, W.; Knecht, A.; Humpf, H.U. Bound fumonisin B1: analysis of fumonisin-B1 glyco and amino acid conjugates by liquid chromatography-electrospray ionization-tandem mass spectrometry. *J. Agric. Food Chem.* 51, 5567-73, 2003.
65. Shelby, R.A.; White, D.G.; Bauske, E.M. Differential fumonisin production in maize hybrids. *Plant Disease* 78: 582-584, 1994.
66. Shetty, P.H.; Bhat, R.V. Physical method for segregation of fumonisin-contaminated maize. *Food Chem.*, 66, 371-374, 1999.
67. Silva, L.; Fernández-Franzón, M.; Font, G.; Pena, A.; Silveira, I.; Lino, C.; Mañes, J. Analysis of fumonisins in corn-based food by liquid chromatography with fluorescence and mass spectrometry detectors. *Food Chemistry* 112, 1031-1037, 2009.
68. Solfrizzo, M.; De Girolamo A.; Visconti, A. Determination of fumonisins B1 and B2 in maize flakes by high performance liquid chromatography and immunoaffinity clean-up. *Food Additives & Contaminants: Part A*, 18(3):227-235, 2001.
69. Senyuva, H.Z., Gilbert, J., Stroka, J. (2010). Determination of fumonisins B₁ and B₂ in corn by LC/MS with immunoaffinity column clean-up: Interlaboratory Study. *Journal of the AOAC International*, 93 (2), 611-621.
70. Sewram, V.; Mshicileli, N.; Shephard, G.S.; Vismer, H.F.; Rheeder, J.P.; Lee, Y.W.; Leslie, J.F.; Marasas, W.F.O. Production of fumonisin B and C analogs by several *Fusarium* species. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 53: 4861-4866, 2005
71. Sydenham, E.W.; Shephard, G.S.; Thiel, P.G.; Stockenström, S.; Snijman, P.W.; Van Schalkwyk, D.J. Liquid chromatographic determination of fumonisins B₁, B₂, and B₃ in maize: AOAC-IUPAC collaborative study. *J. AOAC Int.*, 79, 688-696, 1996.

72. USFDA. Fumonisin Levels in Human Foods and Animal Feeds. Guidance for Industry Final guidance. US Food and Drug Administration. Center for Food Safety and Applied Nutrition. November, 2001. Available at: <http://www.cfsan.fda.gov/~dms/fumongu2.html>
73. L. van der Westhuizen, G.S. Shephard, J.P. Rheeder, H.-M. Burger, W.C.A. Gelderblom, C.P. Wild, Y.Y. Gong. Optimising sorting and washing of home-grown maize to reduce fumonisin contamination under laboratory-controlled conditions. *Food Control*, 22:396-400
74. Visconti, A.; Solfrizzo, M.; Doko, M.B.; Boenke, A.; Pascale, M. Stability of fumonisins at different storage periods and temperatures in gamma-irradiated maize. *Food Addit. Contam.* 13(8): 929- 938, 1996.
75. Voss, K.A.; Riley, R.T. Differential sensitivity of rat kidney and liver to fumonisin toxicity: organ-specific differences in toxin accumulation and sphingoid base metabolism. *Toxicol. Sci.* 92: 335-345, 2006.
76. Wang, J.; Zhou, Y.; Wang, Q. Analysis of mycotoxinfumonisin in corn products by high-performance liquid chromatography coupled with evaporative light scattering detection. *Food Chemistry* 107(2): 970-976, 2008.b
77. Warfield, C.Y. and Gilchrist, D.G. Influence of kernel age on fumonisin B₁ production in maize by *Fusariummoniliforme*. *Appl. Environ. Microbiol.* 65(7): 2853-2856, 1999.
78. Whitaker, T.B.; Trucksess, M.W.; Johansson, A.S.; Giesbrecht, F.G.; Hagler, W.M.; and Bowman, D.T. Variability associated with testing shelled maize for fumonisin. *J AOAC Intl.* 81(6): 1162-1168, 1998.
79. Whitaker, T.B.; Doko, M.B.; Maestroni, B.M.; Slate, A.B.; Ogunbanwo, B.F.; Evaluating the Performance of Sampling Plans to Detect Fumonisin B₁ in Maize Lots Marketed in Nigeria. *J AOAC Intl.* 90(4): 1050-1059, 2007.
80. WHO – World Health Organization. GEMS/Food Custers Diet (Global Environment Monitoring System/ Food Contamination Monitoring and Assessment Program). 2006. Available at <http://www.who.int/foodsafety/chem/gems/en/index1.html>
81. Yates, I.E., Widstrom, N.W., Bacon, C.W., Glenn, A., Hinton, D.M., Sparks, D., Jaworski, A.J. Field performance of maize grown from *Fusariumverticillioides*-inoculated seed. *Mycopathologia* 159: 65–73, 2005.
82. Yates, I.E.; Sparks, D. *Fusariumverticilliodes* dissemination among maize ears of field-grown plants. *Crop Protection Journal.* 27:606-613, 2008.