

# commission du codex alimentarius



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

ORGANISATION  
MONDIALE  
DE LA SANTÉ



BUREAU CONJOINT: Viale delle Terme di Caracalla 00100 ROME Tél: +39 06 57051 www.codexalimentarius.net Email: codex@fao.org Facsimile: 39 06 5705 4593

Point 16 (f) de l'ordre du jour

CX/FAC 05/37/26  
Décembre 2004

## PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES COMITE DU CODEX SUR LES ADDITIFS ALIMENTAIRES ET LES CONTAMINANTS

Trente-septième session

La Haye, Pays-Bas, 25 – 29 avril 2005

### CONTAMINATION DU SORGHO PAR LES MYCOTOXINES (Information soumise en réponse à la lettre circulaire CL 2004/9-FAC)

*Les observations suivantes ont été soumises par le Japon*

#### JAPON

##### *Historique*

À sa trente-sixième session, le CCFAC a noté que le document de travail n'avait pas pu être établi car aucune donnée n'avait été communiquée en réponse à la lettre circulaire CL 2003/13-FAC. Sachant que le sorgho joue un rôle important dans de nombreux pays, notamment en développement, et compte tenu de la nécessité d'établir des concentrations maximales, le Comité est convenu de demander des informations sur les points suivants: source de contamination, type de mycotoxines, méthodes d'analyse et procédures d'échantillonnage, protection de la santé du consommateur, problèmes effectifs et potentiels en matière de commerce international, travaux déjà entrepris par d'autres organisations internationales, etc., pour examen à sa prochaine session.

Sur les bases de cet accord, nous soumettons les données analytiques japonaises sur les mycotoxines dans le sorgho sur le modèle du GEMS/aliments.

##### *Observations*

###### But de l'analyse

Le Japon procède à la surveillance des concentrations de mycotoxines dans les matières premières pour aliments des animaux afin de réduire leurs concentrations dans les aliments pour animaux. Nous avons analysé les mycotoxines contenues dans le sorgho d'importation car le sorgho est la matière première d'alimentation animale la plus utilisée au Japon, dont la majeure partie est importée.

###### Méthode d'échantillonnage

Le contenu entier d'un silo ou la charge complète d'un camion de sorgho correspond à un lot. Les échantillons obtenus par échantillonnage cumulatif sont recueillis par prélèvements successifs pendant le transfert du sorgho du silo ou du camion à la chaîne de transformation ou à l'usine. Tous les échantillons recueillis ainsi sont mélangés pour constituer un échantillon primaire d'environ 20 kg. Cet échantillon primaire est divisé en échantillons secondaires de 5 kg chacun et envoyé au laboratoire respectif. Au total, six laboratoires ont été retenus pour procéder à l'analyse des mycotoxines dans le sorgho. La totalité de l'échantillon secondaire est broyée avant l'analyse chimique.

## Résumé des méthodes analytiques

### Aflatoxine B1

L'aflatoxine B1 est extraite du sorgho broyé à l'aide du mélange acétonitrile-eau (9+1), l'extrait est purifié dans une colonne multifonction Mycosep #226, et l'aflatoxine B1 est dosée par CLHP avec détection fluorimétrique.

Les conditions de la CLHP sont :

Colonne: Colonne ODS (250 mm×4,6 mm d.i.)  
Phase mobile: Eau:méthanol (3+2)  
Rétention: 0.8 ml/min  
Détection: excitation à 365 nm; et fluorescence mesurée à 450 nm

### Ochratoxine A

Après avoir acidifié le sorgho broyé à l'aide du mélange acide acétique-eau (1+19), on extrait l'ochratoxine A à l'aide du chloroforme, l'extrait est purifié à l'aide d'une colonne à cartouche (SEP-PAK) et l'ochratoxine A est dosée par CLHP avec détection fluorimétrique.

Les conditions de la CLHP sont:

Colonne: colonne ODS (250 mm×4,6 mm d.i.)  
Phase mobile: Acétonitrile:acide phosphorique dilué (11+9)  
Rétention: 1.0 ml/min  
Détection: excitation à 337 nm; et fluorescence mesurée à 467 nm

### Zéaraléone

La zéaraléone est extraite du sorgho broyé à l'aide du mélange acétonitrile-eau (21+4), l'extrait est purifié dans une colonne multifonction Mycosep #226, et la zéaraléone est dosée par CLHP avec détection fluorescente.

Les conditions de la CLHP sont:

Colonne: colonne ODS (250 mm×4,6 mm d.i.)  
Phase mobile: Méthanol:eau (13+7)  
Rétention: 1.0 ml/min  
Détection: excitation à 278 nm; et fluorescence mesurée à 460 nm

### Déoxynivalénol and nivalénol

Les cinq composés du groupe B des mycotoxines trichothécènes sont extraits du sorgho broyé à l'aide du mélange acétonitrile-eau (84+16), l'extrait est purifié dans une colonne multifonction Mycosep #226, le déoxynivalénol et le nivalénol sont dérivatisés et ensuite dosés par chromatographie gazeuse avec capture d'électrons.

Les conditions de la chromatographie gazeuse sont:

Colonne: DB-35 (35%-Phényle)-méthylpolysiloxane (30 m×0,25 mm d.i., 0,25 µm épaisseur de film)  
Gaz vecteur: He 1.5 ml/min  
Température d'injection 250 °C  
Température de la colonne 80 °C (1min)-20 °C /min-180 °C -5 °C /min-300 °C (10min)  
Température du détecteur 300 °C

### Fumonisine

La fumonisine B1 et B2 sont extraites du sorgho broyé à l'aide du mélange méthanol-eau (3+1), l'extrait est purifié à l'aide d'une cartouche Bond Elut LRC SAX, et la fumonisine est dosée par CLHP/dérivatisation après la colonne.

Les conditions de la CLHP sont:

Colonne: colonne de gel de silice fluoré (30 mm×4,6 mm d.i.)

Phase mobile: Méthanol:anhydride trifluoroacétique (1+1)

Rétention: 1.0 ml/min

Dérivatisation après la colonne: ortho-phthalaldehyde et N-acétyl-L-cystéine

Détection: excitation à 340 nm; et fluorescence mesurée 450 nm

### Contrôle de la qualité

- Le service japonais d'inspection des engrais et des aliments pour animaux (FFIS) a participé aux essais d'aptitude FAPAS pour la détection du déoxynivaléol et du nivaléol dans le blé.
- Il a effectué des essais de rendement des procédés à l'aide de 2 à 3 concentrations différentes des mycotoxines individuelles ajoutées à 3 à 4 sortes d'aliments pour animaux en grains ou composés.
- Six laboratoires subsidiaires du FFIS participent aux études collectives organisées par le FFIS sur 2 à 3 combinaisons analyte/matrice par an. Ils participent aussi à d'autres études collectives sur invitation.
- À chaque fois que le FFIS développe une méthode analytique, il mène une étude collective à l'aide de 2 ou 3 matrices différentes, en collaboration avec 6 à 15 laboratoires.

<b>Modèle de rapport de GEMS/aliments de l'OMS – données d'ensemble sur les concentrations de contaminants dans les denrées alimentaires</b>													
<b>Des instructions supplémentaires pour remplir ce tableau figurent dans les instructions relatives à la soumission électronique des données sur les contaminants chimiques dans les denrées alimentaires de GEMS/aliments, révisées en janvier 2002 et disponibles à <a href="http://www.who.int/fsf/Chemicalcontaminants/index2.htm">http://www.who.int/fsf/Chemicalcontaminants/index2.htm</a></b>													
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12a	12b	12c
SN	CD	CC	FD	OR	SP	REP	NOL	AQA	CON	DIM	LODMIN	LODMAX	LOQMIN
No. de série de l'enregistrement	Date de création de l'enregistrement	Code du pays	Identificateur de la denrée	Origine de la denrée	Période d'échantillonnage	Représentativité de l'échantillon	Nombre de laboratoires participants	Contrôle analytique de la qualité	Contaminant	Dimension des résultats	Limite de détection minimale	Limite de détection maximale	Limite de quantification minimale
T1040001	15-Oct-2004	JPN	GC651	AUS	04/2001-06/2001	NP	5	IQ	021	2	0.05	0.05	0.5
T1040002	15-Oct-2004	JPN	GC651	USA	04/2001-05/2004	NP	6	IQ	021	2	0.05	0.05	0.5
T1040003	15-Oct-2004	JPN	GC651	ARG	04/2001-11/2003	NP	5	IQ	021	2	0.05	0.05	0.5
T1040004	15-Oct-2004	JPN	GC651		04/2001	NP	1	IQ	021	2	0.05	0.05	0.5
T1040005	15-Oct-2004	JPN	GC651	CHN	08/2003	NP	1	IQ	021	2	0.05	0.05	0.5
T1040006	15-Oct-2004	JPN	GC651	AUS	04/2001	NP	2	IQ	092	2	1	1	2
T1040007	15-Oct-2004	JPN	GC651	USA	04/2001-05/2004	NP	2	IQ	092	2	1	1	2
T1040008	15-Oct-2004	JPN	GC651	ARG	04/2001	NP	1	IQ	092	2	1	1	2
T1040009	15-Oct-2004	JPN	GC651	AUS	04/2001-08/2002	NP	5	IQ	070	2	20	20	50
T1040010	15-Oct-2004	JPN	GC651	USA	04/2001-05/2004	NP	6	IQ	070	2	20	20	50
T1040011	15-Oct-2004	JPN	GC651	ARG	04/2001-11/2003	NP	5	IQ	070	2	20	20	50
T1040012	15-Oct-2004	JPN	GC651	CHN	05/2003	NP	2	IQ	070	2	20	20	50
T1040013	15-Oct-2004	JPN	GC651	USA	05/2003-06/2004	NP	3	IQ	170	2	5	5	10

T1040014	15-Oct-2004	JPN	GC651	CHN	05/2003	NP	1	IQ	170	2	5	5	10
T1040015	15-Oct-2004	JPN	GC651	ARG	09/2003-11/2003	NP	3	IQ	170	2	5	5	10
T1040016	15-Oct-2004	JPN	GC651	USA	05/2003-04/2004	NP	3	IQ	186	2	5	5	10
T1040017	15-Oct-2004	JPN	GC651	CHN	05/2003-08/2003	NP	1	IQ	186	2	5	5	10
T1040018	15-Oct-2004	JPN	GC651	ARG	09/2003-11/2003	NP	3	IQ	186	2	5	5	10
T1040019	15-Oct-2004	JPN	GC651	ARG	04/2001-11/2003	NP	5	IQ	132	2	10	10	20
T1040020	15-Oct-2004	JPN	GC651	AUS	04/2001-06/2004	NP	5	IQ	132	2	10	10	20
T1040021	15-Oct-2004	JPN	GC651	USA	04/2001-06/2001	NP	5	IQ	132	2	10	10	20
T1040022	15-Oct-2004	JPN	GC651	CHN	05/2003-05/2004	NP	3	IQ	132	2	10	10	20
1 Quand les moyennes dans les colonnes 17a, 17b et 17c sont calculées conformément au tableau 1 de l'annexe 4 des « Instructions relatives à la soumission électronique des données sur les contaminants chimiques dans les denrées alimentaires et l'alimentation », on utilise les LOQ à la place des LOD. Faute de données différentes entre les LOD et les LOQ, on a pris la moitié des LOQ.													

12d	13	14	15	16a	16b	17a	17b	17c	18	19	20	21	22	23	
LOQMAX	BASE	N	<	MIN	MAX	X	XL	XU	MED	90 <sup>ème</sup> centile	Déviat ion standard (facultatif)	État des données	Remarques/ Références	Référence de la méthode d'analyse	
0.5	A	14	13	1	1		0.1	0.5				0	1		92.9%
0.5	A	32	31	2	2		0.1	0.5				0	1		96.9%
0.5	A	12	11	1	1		0.1	0.5				0	1		91.7%
0.5	A	1	1				0.0	0.5				0	1		100.0%
0.5	A	1	1				0.0	0.5				0	1		100.0%
2	A	4	4				0	2				0	1		100.0%
2	A	4	3	560	560		140	142				0	1		75.0%
2	A	1	1				0	2				0	1		100.0%
50	A	15	3	164	1290	290			206	428	312	0	1		20.0%

