

COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS F



Organisation des Nations Unies
pour l'alimentation
et l'agriculture



Organisation
mondiale de la Santé

Viale delle Terme di Caracalla, 00153 Rome, Italie - Tél: (+39) 06 57051 - Courrier électronique: codex@fao.org - www.codexalimentarius.org

CL 2024/08-MAS
Janvier 2024

- AUX:** Points de contact du Codex
Points de contact d'organisations internationales ayant le statut d'observateur auprès du Codex
- DU:** Secrétariat, Commission du Codex Alimentarius
Programme FAO/OMS sur les normes alimentaires
- OBJET:** **Demande d'informations relatives aux méthodes d'analyse / exemples de méthodes d'analyse**
- DATE LIMITE:** **31 mars 2024**

GÉNÉRALITÉS

1. La 42^e session du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (CCMAS) a, lors de discussions portant sur la confirmation des méthodes d'analyse de plusieurs comités, pris les décisions suivantes:

Examen des méthodes d'analyse des contaminants: critères de performance pour le plomb et le cadmium dans les aliments

Le CCMAS est convenu:

- d'élaborer des critères de performance pour le plomb et le cadmium dans les aliments et par conséquent de la suppression des *Méthodes d'analyse générales pour les contaminants* (CXS 228-2001) et des méthodes figurant dans la norme CXS 234 pour le plomb et le cadmium, pour les produits couverts par les critères de performance¹. La 46^e session de la Commission du Codex Alimentarius a adopté les critères de performance en vue de leur insertion dans la norme CXS 234 et a révoqué la norme CXS 228-2001 et les méthodes concernées figurant dans la norme CXS 234. Les critères de performance figurent à l'appendice I de la présente lettre circulaire.
- de continuer à examiner les méthodes présentées (voir l'appendice II de la présente lettre circulaire) et d'autres méthodes, afin de trouver des exemples de méthodes disponibles qui répondent aux critères de performance.

Remarque: La 41^e session du CCMAS a élaboré des critères de performance pour le plomb dans le beurre, la caséine alimentaire et les poudres de lactosérum (produits laitiers secondaires). Les méthodes pour le plomb dans le beurre et la caséine alimentaire sont maintenues dans la norme CXS 234 jusqu'à ce que le CCMAS les examine en vue de déterminer si elles répondent aux critères de performance. Ces méthodes ont été intégrées à l'appendice II et aux critères de performance à l'appendice I.

Examen des méthodes d'analyse des aliments irradiés figurant dans les *Méthodes générales pour la détection des aliments irradiés* (CXS 231-2001), et leur inclusion dans la norme CXS 234

- Le CCMAS est convenu de ne pas confirmer les méthodes énumérées dans la norme CXS 231, conformément aux recommandations de la 53^e session du Comité du Codex sur l'hygiène alimentaire (CCFH) (CCMAS42/CRD02, Appendice II) en raison du manque d'informations disponibles sur ces méthodes et sur leur application et, par conséquent, de maintenir ces méthodes dans la norme CXS 231; et de recueillir des informations supplémentaires sur ces méthodes pour examen complémentaire².
- Les propositions de méthodes formulées par la 53^e session du CCFH figurent à l'appendice III de la présente lettre circulaire.

¹ REP23/MAS, par. 11; REP23/CAC, par. 92

² REP23/MAS, par. 12

Critères de performance – somme des composants: pour les méthodes de détermination des limites maximales pour les aflatoxines dans certaines céréales et certains produits à base de céréales, y compris les aliments pour nourrissons et enfants en bas âge

- a. Le CCMAS a confirmé les critères de performance (inclus dans les plans d'échantillonnage pour les aflatoxines totales dans certaines céréales et certains produits à base de céréales, y compris les aliments pour nourrissons et enfants en bas âge)³ adoptés par la 46^e session de la Commission du Codex Alimentarius. La 43^e session du CCMAS examinera les exemples de méthodes qui répondent à ces critères de performance. Les critères de performance figurent à l'appendice IV de la présente lettre circulaire.

Remarque: Les critères de performance sont décrits dans les plans d'échantillonnage pour les aflatoxines totales dans certaines céréales et certains produits à base de céréales, y compris les aliments pour nourrissons et enfants en bas âge. Le plan d'échantillonnage complet est disponible dans son intégralité à l'appendice II, [REP23/MAS](#).

Méthodes d'analyse pour la détermination du taux d'humidité du lait sec

- a. Le CCMAS a rappelé qu'à sa 41^e session, aucun consensus n'avait pu être obtenu sur la méthode ISO 5537 | FIL 26 permettant de déterminer le taux d'humidité du lait en poudre (lait sec). Lors de la 42^e session du CCMAS, une autre proposition a été soumise, accompagnée de critères de performance (voir CX/MAS 23/42/3, Appendice II, Annexe 2). La proposition visait à ce que le CCMAS approuve les méthodes, en tant que méthodes de Type I pour la détermination de la teneur en eau dans le mélange de lait écrémé et de graisse végétale en poudre, le mélange de lait écrémé et de graisse végétale en poudre à teneur réduite en matières grasses, les poudres de perméats de produits laitiers, les laits et les crèmes en poudre, ainsi que les poudres de lactosérum.
- b. Le groupe de travail en présentiel n'est pas parvenu à un consensus sur cette proposition, mais a pris acte que le Manuel de procédure n'excluait pas l'utilisation d'une méthode de Type IV lorsqu'il existait une méthode de Type I reconnue pour la même combinaison disposition/produit et qu'une solution de ce type ne devrait être envisagée qu'à titre exceptionnel et devrait être pleinement justifiée.
- c. Le CCMAS est convenu de confirmer la méthode en tant que méthode de Type IV pour les matrices du document REP23/MAS, appendice II, section 1.6, à l'exception des perméats de produits laitiers et des poudres de lactosérum⁴. La 46^e session de la Commission a adopté la méthode⁵.
- d. La 43^e session du CCMAS examinera l'applicabilité de la méthode aux perméats de produits laitiers et aux poudres de lactosérum sur la base d'informations et de données supplémentaires sur l'applicabilité de ladite méthode à ces matrices. La méthode est disponible à l'appendice V de la présente lettre circulaire.

DEMANDE D'OBSERVATIONS

2. Les membres et observateurs du Codex sont invités à présenter:
 - a. Des observations et informations sur i) la pertinence des méthodes à l'appendice II en tant qu'exemples de méthodes pouvant répondre aux critères de performance recensés dans l'appendice I; et ii) d'autres méthodes pouvant répondre à la liste de critères de performance à l'appendice I.
 - b. Des informations sur les méthodes énumérées dans la norme CXS 231 (voir appendice III) permettant de déterminer si elles sont toujours utilisées et adaptées à l'objectif visé en vue de leur confirmation et de leur inclusion dans la norme CXS 234, puis de la suppression de la norme CXS 231.
 - c. Des informations sur des exemples de méthodes répondant aux critères de performance pour les méthodes de détermination des limites maximales pour les aflatoxines dans certaines céréales et certains produits à base de céréales, y compris les aliments pour nourrissons et enfants en bas âge. Les critères de performance sont fournis à l'appendice IV.
 - d. Des informations/données sur l'applicabilité de la méthode permettant de déterminer le taux d'humidité du lait en poudre (lait sec) (appendice V) pour les perméats de produits laitiers et les poudres de

³ REP23/MAS, par. 34, REP23/CAC, par. 92

⁴ L'intégralité des discussions et la justification ayant conduit à cette décision figurent dans le rapport REP23/MAS, par. 35-42;

⁵ REP23/CAC, par. 92

lactosérum.

- e. Toute autre méthode pour les dispositions des normes de produits du Codex élaborées par des comités ajournés *sine die* en vue de leur examen/confirmation par le groupe de travail en présentiel chargé de la confirmation des méthodes et la 43^e session du CCMAS⁶.

Remarque: les méthodes d'analyse pour les normes de produits en cours d'élaboration par des comités du Codex actifs devraient être soumises directement aux comités en question.

3. Les membres et observateurs du Codex sont invités à tenir compte, le cas échéant, des Indications détaillées sur le processus de soumission, d'examen et d'approbation des méthodes à inclure dans la norme CXS 234 pour présenter des informations/propositions de méthodes d'analyse.

DIRECTIVES GÉNÉRALES CONCERNANT LA PRÉSENTATION DES OBSERVATIONS

4. Les observations doivent être présentées dans le système OCS, par l'intermédiaire des Points de contact des membres et observateurs du Codex.
5. Les Points de contact des membres et observateurs du Codex peuvent accéder au système OCS et au document ouvert aux observations en sélectionnant "Entrer" dans la page "Mes révisions", disponible après avoir accédé au système.
6. Des conseils sur les catégories et les types d'observations de l'OCS se trouvent dans la rubrique OCS Foire aux questions.
7. Des ressources supplémentaires sur le système OCS, notamment le Manuel de l'utilisateur et le petit guide sont disponibles sur le site du Codex : <http://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/resources/circular-letters/fr/>.
8. Les éventuelles questions sur le système OCS peuvent être adressées à Codex-OCS@fao.org.

⁶ REP23/MAS, par. 63

APPENDICES EN ANGLAIS UNIQUEMENT

Appendix I

Performance Criteria for Lead and Cadmium in Foods

Commodity	Provision	ML (mg/kg)	Method performance criteria							Principle
			Minimum applicable range (mg/kg)	Limit of Detection (LOD) (mg/kg)	Limit of Quantification (LOQ) (mg/kg)	Precision (RSDR) (%) No more than	Recovery (%)	Example of applicable methods that meet the criteria ⁷		
Natural mineral waters	lead	0.01	0.006 - 0.014	0.002	0.004	44	60-115%			
Infant formula, formula for special medical purposes intended for infants and follow-up formula	lead	0.01	0.006 - 0.014	0.002	0.004	44	60-115%			
Milk	lead	0.02	0.011 - 0.029	0.004	0.008	44	60-115%			
Secondary milk products	lead	0.02	0.011 - 0.029	0.004	0.008	44	60-115%			
Fruit juices, except juices exclusively from berries and other small fruits	lead	0.03	0.017 - 0.043	0.006	0.012	44	60-115%			
Fat spreads and blended spreads	lead	0.04	0.022 - 0.058	0.008	0.016	44	60-115%			

⁷ Example methods will be reviewed by CCMAS43

Commodity	Provision	ML (mg/kg)	Method performance criteria							Principle
			Minimum applicable range (mg/kg)	Limit of Detection (LOD) (mg/kg)	Limit of Quantification (LOQ) (mg/kg)	Precision (RSDR) (%) No more than	Recovery (%)	Example of applicable methods that meet the criteria ⁷		
Grape juice	lead	0.04	0.022 - 0.058	0.008	0.016	44	60-115%			
Canned chestnuts and canned chestnuts puree	lead	0.05	0.028 - 0.072	0.010	0.020	44	60-115%			
Fruit juices obtained exclusively from berries and other small fruits, except grape juice	lead	0.05	0.028 - 0.072	0.010	0.020	44	60-115%			
Fruiting vegetables, except fungi and mushrooms	lead	0.05	0.028 - 0.072	0.010	0.020	44	60-115%			
Preserved tomatoes	lead	0.05	0.028 - 0.072	0.010	0.020	44	60-115%			
Edible fats and oils	lead	0.08	0.045 - 0.115	0.016	0.032	44	60-115%			
Berries and other small fruits, except cranberry, currant, and elderberry	lead	0.1	0.03 - 0.17	0.01	0.02	44	80-110%			
Brassica vegetables, except kale and leafy Brassica vegetables	lead	0.1	0.03 - 0.17	0.01	0.02	44	80-110%			
Bulb vegetables	lead	0.1	0.03 - 0.17	0.01	0.02	44	80-110%			

Commodity	Provision	ML (mg/kg)	Method performance criteria							Principle
			Minimum applicable range (mg/kg)	Limit of Detection (LOD) (mg/kg)	Limit of Quantification (LOQ) (mg/kg)	Precision (RSDR) (%) No more than	Recovery (%)	Example of applicable methods that meet the criteria ⁷		
Canned fruits	lead	0.1	0.03 - 0.17	0.01	0.02	44	80-110%			
Canned vegetables	lead	0.1	0.03 - 0.17	0.01	0.02	44	80-110%			
Fruits, except cranberry, currants, and elderberry	lead	0.1	0.03 - 0.17	0.01	0.02	44	80-110%			
Legume vegetables	lead	0.1	0.03 - 0.17	0.01	0.02	44	80-110%			
Meat and fat of poultry	lead	0.1	0.03 - 0.17	0.01	0.02	44	80-110%			
Meat of cattle, pigs and sheep	lead	0.1	0.03 - 0.17	0.01	0.02	44	80-110%			
Pickled cucumbers (cucumber pickles)	lead	0.1	0.03 - 0.17	0.01	0.02	44	80-110%			
Poultry, edible offal of	lead	0.1	0.03 - 0.17	0.01	0.02	44	80-110%			
Pulses	lead	0.1	0.03 - 0.17	0.01	0.02	44	80-110%			
Root and tuber vegetables	lead	0.1	0.03 - 0.17	0.01	0.02	44	80-110%			
Wine from grapes harvested after July 2019	lead	0.1	0.03 - 0.17	0.01	0.02	44	80-110%			

Commodity	Provision	ML (mg/kg)	Method performance criteria							Principle
			Minimum applicable range (mg/kg)	Limit of Detection (LOD) (mg/kg)	Limit of Quantification (LOQ) (mg/kg)	Precision (RSDR) (%) No more than	Recovery (%)	Example of applicable methods that meet the criteria ⁷		
Fortified / Liqueur wine from grapes harvested after 2019	lead	0.15	0.05 - 0.25	0.015	0.03	43	80-110%			
Pig, edible offal of	lead	0.15	0.05 - 0.25	0.015	0.03	43	80-110%			
Cattle, edible offal of	lead	0.2	0.08 - 0.32	0.02	0.04	41	80-110%			
Cereal grains, except buckwheat, cañihua and quinoa	lead	0.2	0.08 - 0.32	0.02	0.04	41	80-110%			
Cranberry	lead	0.2	0.08 - 0.32	0.02	0.04	41	80-110%			
Currants	lead	0.2	0.08 - 0.32	0.02	0.04	41	80-110%			
Elderberry	lead	0.2	0.08 - 0.32	0.02	0.04	41	80-110%			
Wine (wine and fortified / liqueur wine) made from grapes harvested before July 2019	lead	0.2	0.08 - 0.32	0.02	0.04	41	80-110%			
Fish	lead	0.3	0.13 - 0.47	0.03	0.06	38	80-110%			

Commodity	Provision	ML (mg/kg)	Method performance criteria							Principle
			Minimum applicable range (mg/kg)	Limit of Detection (LOD) (mg/kg)	Limit of Quantification (LOQ) (mg/kg)	Precision (RSDR) (%) No more than	Recovery (%)	Example of applicable methods that meet the criteria ⁷		
Fresh farmed mushrooms (common mushrooms (<i>Agaricus bisporous</i>)), shiitake mushrooms (<i>Lentinula edodes</i>), and oyster mushrooms (<i>Pleurotus ostreatus</i>))	lead	0.3	0.13 - 0.47	0.03	0.06	38	80-110%			
Leafy vegetables, except spinach	lead	0.3	0.13 - 0.47	0.03	0.06	38	80-110%			
Jams, jellies, and marmalades	lead	0.4	0.18 - 0.62	0.04	0.08	37	80-110%			
Mango chutney	lead	0.4	0.18 - 0.62	0.04	0.08	37	80-110%			
Table olives	lead	0.4	0.18 - 0.62	0.04	0.08	37	80-110%			
Salt, food grade	lead	1	0.5 - 1.5	0.1	0.2	32	80-110%			
Natural mineral waters	cadmium	0.003	0.0017 - 0.0043	0.0006	0.0012	44	40-120%			
Brassica vegetables, except Brassica leafy vegetables	cadmium	0.05	0.03 - 0.07	0.01	0.02	44	60-115%			

Commodity	Provision	ML (mg/kg)	Method performance criteria							Principle
			Minimum applicable range (mg/kg)	Limit of Detection (LOD) (mg/kg)	Limit of Quantification (LOQ) (mg/kg)	Precision (RSDR) (%) No more than	Recovery (%)	Example of applicable methods that meet the criteria ⁷		
Bulb vegetables	cadmium	0.05	0.03 - 0.07	0.01	0.02	44	60-115%			
Fruiting vegetables, except tomatoes and edible fungi	cadmium	0.05	0.03 - 0.07	0.01	0.02	44	60-115%			
Cereal grains, except buckwheat, cañihua, quinoa, wheat and rice	cadmium	0.1	0.03 - 0.17	0.01	0.02	44	80-110%			
Legume vegetables	cadmium	0.1	0.03 - 0.17	0.01	0.02	44	80-110%			
Pulses, except soya bean (dry)	cadmium	0.1	0.03 - 0.17	0.01	0.02	44	80-110%			
Root and tuber vegetables, except celeriac	cadmium	0.1	0.03 - 0.17	0.01	0.02	44	80-110%			
Stalk and stem vegetables	cadmium	0.1	0.03 - 0.17	0.01	0.02	44	80-110%			
Leafy vegetables	cadmium	0.2	0.08 - 0.32	0.02	0.04	41	80-110%			
Wheat (common wheat, durum wheat, spelt and emmer)	cadmium	0.2	0.08 - 0.32	0.02	0.04	41	80-110%			

Commodity	Provision	ML (mg/kg)	Method performance criteria							Principle
			Minimum applicable range (mg/kg)	Limit of Detection (LOD) (mg/kg)	Limit of Quantification (LOQ) (mg/kg)	Precision (RSDR) (%) No more than	Recovery (%)	Example of applicable methods that meet the criteria ⁷		
Chocolate containing or declaring < 30% total cocoa solids on a dry matter basis	cadmium	0.3	0.13 - 0.47	0.03	0.06	38	80-110%			
Rice, polished	cadmium	0.4	0.18 - 0.62	0.04	0.08	37	80-110%			
Salt, food grade	cadmium	0.5	0.23 - 0.77	0.05	0.10	36	80-110%			
Chocolate containing or declaring ≥30% to <50% total cocoa solids on a dry matter basis	cadmium	0.7	0.35 - 1.05	0.07	0.14	34	80-110%			
Chocolate containing or declaring ≥50% to <70% total cocoa solids on a dry matter basis, including sweet chocolate, Gianduja chocolate, semi – bitter table chocolate, Vermicelli chocolate / chocolate flakes, and bitter table chocolate	cadmium	0.8	0.40 - 1.20	0.08	0.16	33	80-110%			

Commodity	Provision	ML (mg/kg)	Method performance criteria							Principle
			Minimum applicable range (mg/kg)	Limit of Detection (LOD) (mg/kg)	Limit of Quantification (LOQ) (mg/kg)	Precision (RSDR) (%) No more than	Recovery (%)	Example of applicable methods that meet the criteria ⁷		
Chocolate containing or declaring ≥70% total cocoa solids on a dry matter basis, including sweet chocolate, Gianduja chocolate, semi – bitter table chocolate, Vermicelli chocolate / chocolate flakes, and bitter table	cadmium	0.9	0.46 - 1.34	0.09	0.18	33	80-110%			
Cephalopods	cadmium	2	1.1 - 2.9	0.2	0.4	29	80-110%			
Marine bivalve molluscs (clams, cockles and mussels), except oysters and scallops	cadmium	2	1.1 - 2.9	0.2	0.4	29	80-110%			

Performance criteria for lead in butter, edible casein and whey powders (developed by CCMAS41, adopted by CAC44 and included in CXS234)

Commodity	Provision	ML (mg/kg)	LOD (mg/kg)	LOQ (mg/kg)	RSDR (%)	Recovery	Minimum applicable range Minimum Maximum	Examples of applicable methods that meet the criteria	Principle
Butter,edible casein products and whey powders, (secondary milk products)	Lead	0.02	0.004	0.008	≤ 44	60-115%	0.011 0.029	-	-

Appendix II**Analytical methods for lead for review**

(These methods will be removed from CXS 234 and transferred to the column of “example of applicable methods that meet the criteria”, if they meet the performance criteria as presented in Appendix I)

Commodity	Provision	Method	Principle	Type
Fats and Oils and Related Products				
Fats and Oils (all)	Lead	AOAC 994.02 / ISO 12193 / AOCS Ca 18c-91	Atomic absorption spectrophotometry (direct graphite furnace)	II
Named Vegetable Oils	Lead	AOAC 994.02 / ISO 12193 / AOCS Ca 18c-91	Atomic absorption spectrophotometry (direct graphite furnace)	II
Olive Oils and Olive Pomace Oils	Lead	AOAC 994.02 or ISO 12193 or AOCS Ca 18c-91	AAS	II
Butter	Lead	AOAC 972.25 (Codex general method)	Atomic absorption spectrophotometry	IV
Edible casein products	Lead	NMKL 139 (Codex general method) AOAC 999.11	Atomic absorption spectrophotometry	IV
Edible casein products	Lead	NMKL 161 / AOAC 999.10	Atomic absorption spectrophotometry	IV
Edible casein products	Lead	ISO/TS 6733 IDF/RM 133	Spectrophotometry (1,5-diphenylthiocarbazone)	IV
Processed Fruits and Vegetables				
Table olives	Lead	AOAC 999.11 NMKL 139 (Codex general method)	AAS (Flame absorption)	II
Miscellaneous Products				
Food grade salt	Lead	EuSalt/AS 015	ICP-OES	III
Food grade salt	Lead	EuSalt/AS 013	Atomic absorption spectrophotometry	IV

Appendix III**General Methods for the Detection of Irradiated Foods**

(for review and possible inclusion in CXS 234)

(New texts added are shown in **bold/underlined** font. Texts proposed for deletion are shown in ~~strike-through~~-(as proposed by CCFH53)

Commodity	Provision	Method	Principle	Type
Food containing fat <u>(e.g. raw meat and chicken, cheese, fruits)</u>	Detection of irradiated food - <u>Detection of radiation-induced hydrocarbons</u>	EN 1784 : 1996	Gas chromatographic analysis of hydrocarbons	Type II
Food containing fat <u>(e.g. raw meat and chicken, liquid whole egg)</u>	Detection of irradiated food - <u>Detection of radiation-induced 2-alkylcyclobutanones</u>	EN 1785 ¹ : 1996	Gas chromatographic/ mass spectrometric analysis of 2-alkylcyclobutanones	Type III
Food containing bone	Detection of irradiated food - <u>Radiation induced Electron Spin Resonance (ESR) signal attributed to hydroxyapatite (principal component of bones)</u>	EN 1786: 1996	ESR spectroscopy	Type II
Food containing cellulose <u>(e.g. nuts and spices)</u>	Detection of irradiated food - <u>Radiation induced Electron Spin Resonance (ESR) signal attributed to crystalline cellulose</u>	EN 1787: 2000	ESR spectroscopy	Type II
Food containing silicate minerals <u>(e.g. herbs, spices, their mixtures and shrimps)</u>	Detection of irradiated food - <u>Thermoluminescence glow ratio used to indicate the irradiation treatment of the food</u>	EN 1788: 2004	Thermoluminescence	Type II
Food containing silicate minerals <u>(e.g. shellfish, herbs, spices, seasonings)</u>	Detection of irradiated food - <u>Measurement of photostimulated luminescence intensity</u>	EN 13751 ² : 2002	Photostimulated luminescence	Type III
Food containing crystalline sugar <u>(e.g. dried fruits and raisins)</u>	Detection of irradiated food - <u>Radiation induced Electron Spin Resonance (ESR) signal attributed to crystalline sugar</u>	EN 13708: 2004	ESR spectroscopy	Type II

Commodity	Provision	Method	Principle	Type
<u>Herbs and spices and raw minced meat</u> ³	Detection of irradiated food - <u>Difference between total microorganism count and viable microorganism count</u>	EN 13783:2004 NMKL 231 (2002)	Direct Epifluorescent Filter Technique/Aerobic Plate Count (DEFT/APC) (screening method)	Type III
<u>Food containing DNA (e.g. food products, both of animal and plant origin such as various meats, seeds, dried fruits and spices)</u>	Detection of irradiated food - <u>Detection of DNA fragmentation presumptive to irradiation treatment.</u>	EN 13784:2004	DNA comet assay (screening method)	Type III

Notes

¹ One Member noted that 2-alkylcyclobutanone was also present in some non-irradiated foods and hence EN1785 may need further consideration as a method for detection of irradiated foods.

² Consideration should be given to whether EN13751 should be specified as a screening method.

³ No information was found on validation of the method for this commodity.

Appendix IV**Performance criteria for methods for determination of MLs for aflatoxins in certain cereals and cereal-based products including foods for infants and young children**

(Method criteria for total aflatoxins in cereals, considering AFB1:AFB2:AFG1:AFG2 of 1:1:1:1.)

Commodity	Analyte	ML ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	LOD ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	LOQ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	Precision (%)	Minimal applicable range ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	Recovery (%)
Maize grain	AF B1+B2+G1+G2	15	≤ 3	≤ 6	<44	8.4 - 21.6	60-115
	AFB1	-	≤ 0.75	≤ 1.5	<44	2.1 – 5.4	40-120
	AFB2	-	≤ 0.75	≤ 1.5	<44	2.1 – 5.4	40-120
	AFG1	-	≤ 0.75	≤ 1.5	<44	2.1 – 5.4	40-120
	AFG2	-	≤ 0.75	≤ 1.5	<44	2.1 – 5.4	40-120
Maize flour, meal, semolina and flakes derived from maize; Sorghum grain; cereal- based foods for infants and young children for food aid programs	AF B1+B2+G1+G2	10	≤ 2	≤ 4	<44	5.6 - 14.4	60-115
	AFB1	-	≤ 0.5	≤ 1.0	<44	1.4 - 3.6	40-120
	AFB2	-	≤ 0.5	≤ 1.0	<44	1.4 - 3.6	40-120
	AFG1	-	≤ 0.5	≤ 1.0	<44	1.4 - 3.6	40-120
	AFG2	-	≤ 0.5	≤ 1.0	<44	1.4 - 3.6	40-120
Husked Rice	AF B1+B2+G1+G2	20	≤ 4	≤ 8	<44	11.2 - 28.8	60-115
	AFB1	-	≤ 1.0	≤ 2.0	<44	2.8 – 7.2	40-120
	AFB2	-	≤ 1.0	≤ 2.0	<44	2.8 – 7.2	40-120
	AFG1	-	≤ 1.0	≤ 2.0	<44	2.8 – 7.2	40-120
	AFG2	-	≤ 1.0	≤ 2.0	<44	2.8 – 7.2	40-120
Polished Rice; Cereal- based food for infants and young	AF B1+B2+G1+G2	5	≤ 1	≤ 2	<44	2.8 - 7.2	40-120

children							
	AFB1	-	≤ 0.25	≤ 0.5	<44	0.7 – 1.8	40-120
	AFB2	-	≤ 0.25	≤ 0.5	<44	0.7 – 1.8	40-120
	AFG1	-	≤ 0.25	≤ 0.5	<44	0.7 – 1.8	40-120
	AFG2	-	≤ 0.25	≤ 0.5	<44	0.7 – 1.8	40-120

Appendix V

Determination of Moisture Content in Dried Milk
(note: review applicability of this method for dairy permeate and whey powder)

Products	Parameter
Powdered milk, Powdered cream, and Blend of skimmed milk powder with vegetable fat	Moisture

DESCRIPTION OF THE METHOD: DETERMINATION OF MOISTURE**SCOPE**

This Standard specifies a method for the determination of moisture content for all types of powdered milk, powdered cream, and mixtures of powdered skimmed milk with vegetable fat.

DEFINITION

The content is the mass loss determined by the procedure specified in this Standard. It is expressed in percentage by mass g/100 g.

PRINCIPLE

A portion of the sample is dried in an oven set at $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$ until constant weight and weighed to determine the loss of mass.

EQUIPMENT

Common laboratory equipment and, in particular, the following.

- 4.1 **Analytical balance**, capable of weighing with a precision of 1 mg, with a minimum resolution of 0.1 mg.
- 4.2 **Drying oven**, with good ventilation, as far as possible with forced ventilation, capable of being thermostatically maintained at $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$ throughout the workspace, with a temperature controller.
- 4.3 **Desiccator**, with freshly dried silica gel with hygrometric indicator or another effective desiccant.
- 4.4 **Flat-bottomed dishes**, approximately 25 mm deep, approximately 50 mm in diameter, and made of an appropriate material (for example, glass, stainless steel, nickel, or aluminium), fitted with tight-fitting, removable lids easily.

SAMPLING

It is important that the laboratory receive a truly representative sample and that it has not been damaged or changed during transport or storage.

Sampling is not part of the method specified in this Standard. A recommended sampling method is provided in ISO 707 | IDF 50.

TEST SAMPLE PREPARATION

Transfer the entire sample to a dry, tightly closed container with a capacity of approximately twice the volume of the sample. Mix thoroughly by turning and shaking the container.

7. PROCEDURE**7.1 Preparation of the dish**

- 7.1.1 Heat the uncovered capsule and its lid (4.4) in the oven (4.2) controlled at $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$, for 1 h.
- 7.1.2 Transfer the capped dish to the desiccator (4.3), allow it to cool to room temperature in the balance room, and weigh (4.1) to the nearest 0.1 mg.

7.2 Test sample

- 7.2.1 Place 1 - 1.5 g of the prepared test sample (6) in the dish, cover with the lid and weigh to the nearest 0.1 mg.

7.3 Determination

- 7.3.1 Uncover the capsule and place it together with the lid in the oven (4.2), controlled at $(102 \pm 2)^\circ\text{C}$ for 2 hrs.
- 7.3.2 Replace the cap, transfer the capped dish to the desiccator, allow to cool to balance room temperature, and weigh to the nearest 0.1 mg.
- 7.3.3 Uncover the capsule and heat again, along with its lid, on the oven for 1 h. Then repeat operation 7.3.2.
- 7.3.4 Repeat this process until the difference in mass between two successive weighings does not exceed 0.5 mg. Record the lowest mass.

CALCULATION AND EXPRESSION OF RESULTS**8.1 Calculation**

The moisture content in the sample, expressed in g/100 g, is equal to:

$$\text{moisture} = \frac{(m_1 - m_2) \times 100}{(m_1 - m_0)}$$

where,

m_0 is the mass, in grams, of the dish and lid (7.1.2)

m_1 is the mass, in grams, of the dish, lid and test sample before drying (7.2.1)

m_2 is the mass, in grams, of the dish, lid and test sample after drying (7.3.4)

8.2 Expression of test results

Express the sample results to two decimal places.