



PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES

COMITÉ DU CODEX SUR LES CONTAMINANTS DANS LES ALIMENTS

Quatorzième session

Utrecht, Pays-Bas, 20-24 avril 2020

PROPOSITIONS DE PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE ET DE CRITÈRES DE PERFORMANCE POUR LES AFLATOXINES TOTALES DANS CERTAINES CÉRÉALES ET CERTAINS PRODUITS À BASE DE CÉRÉALES, ALIMENTS POUR NOURRISSONS ET ENFANTS EN BAS ÂGE INCLUS

(Préparé par le groupe de travail électronique présidé par le Brésil et co-présidé par l'Inde)

Les membres et observateurs du Codex qui souhaitent formuler des observations à l'étape 3 sur ce document devront le faire conformément aux instructions données dans la lettre circulaire CL 2020/60/OCS-CF, disponible sur la page web du Codex/Lettres Circulaires :

<http://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/resources/circular-letters/en/> ou sur la page web du Codex/CCCF/Lettres circulaires apparentées <http://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/committees/committee/en/?committee=CCCF>

GÉNÉRALITÉS

1. Le CCCF, lors de sa treizième session, a convenu de créer un groupe de travail électronique (GTE) présidé par le Brésil et co-présidé par l'Inde, chargé de présenter à sa prochaine session des propositions de limites maximales (LM) pour les aflatoxines (AF) totales dans le maïs en grains destiné à une transformation ultérieure, la farine, la semoule et les flocons dérivés du maïs, le riz décortiqué et poli (à l'exclusion du riz étuvé), les aliments à base de céréales pour les nourrissons et les enfants en bas âge et le sorgho. Le Comité a également convenu d'inclure le sorgho dans la liste en précisant qu'il s'agissait d'un aliment de base dans de nombreuses régions du monde et qu'une fois que les travaux sur les LM pour les catégories d'aliments susmentionnées terminés, la proposition de LM pour d'autres céréales et produits à base de céréales devrait être examinée. Il a en outre été convenu qu'il fallait émettre un appel de données sur la farine de blé complet et le riz étuvé afin de mieux évaluer si ces catégories d'aliments devraient être ajoutées ultérieurement.¹
2. Les propositions de LM concernant les AF totales dans ces catégories d'aliments figurent dans le CX/CF 20/14/10-Partie I (Appendice I). En outre, des observations ont été demandées par le biais de la CL 2020/23-CF sur la possibilité d'élaborer des plans d'échantillonnage et des critères de performance pour l'analyse des aflatoxines totales pour les catégories d'aliments concernées et les LM correspondantes et, dans l'affirmative, sur la question de savoir si les critères de performance des AF devraient considérer que 70 % des aflatoxines totales seraient des AFB1 et que les 30 % restants seraient répartis à parts égales entre les AFB2, les AFG1 et les AFG2 en tenant compte des questions soulevées dans le CX/CF 20/14/10-Partie I (paragraphe 6) et de l'analyse des données fournies à l'Appendice II du même document. En se basant sur les réponses apportées dans le CXCF 20/14/10-Add.1, le GTE a élaboré les plans d'échantillonnage décrits à l'Appendice I de ce document.
3. Cette tâche supplémentaire dépend du temps dont dispose le GTE pour mener à bien la tâche qui lui a été confiée par la CCCF13 pour l'examen des LM.
4. La proposition de plan d'échantillonnage a tenu compte de l'outil d'échantillonnage de la FAO et des plans d'échantillonnage existants pour les fumonisines dans les maïs en grains et la farine de maïs et pour le déoxynivalénol dans les aliments à base de céréales destinés aux nourrissons et aux enfants en bas âge afin de les harmoniser le plus possible.

RECOMMANDATIONS

5. Compte tenu du report de la 14e session du Comité du Codex sur les contaminants dans les aliments (CCCF14) de 2020 à 2021 en raison de la pandémie, les membres et observateurs du Codex sont aimablement invités à examiner le plan d'échantillonnage des aflatoxines totales (AFT ; AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2) dans les grains

¹ REP19/CF, par. 146-155, Appendice IX

céréaliers (maïs et sorgho destinés à une transformation ultérieure ; riz poli et décortiqué) ; dans la farine, la semoule et les flocons dérivés du maïs ; et dans les produits à base de céréales, y compris les aliments pour nourrissons et enfants en bas âge.

6. Les membres et observateurs du Codex sont invités à examiner les plans d'échantillonnage figurant à l'Appendice I et à formuler les observations suivantes :
 - (a) sur la nécessité d'élaborer un plan d'échantillonnage pour les aflatoxines totales (AFT ; AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2) dans les céréales en grains (maïs et sorgho destinés à une transformation ultérieure ; riz poli et décortiqué) ; dans la farine, la semoule et les flocons dérivés du maïs ; et dans les produits à base de céréales, y compris les aliments pour nourrissons et enfants en bas âge ;
 - (b) sur l'avant-projet joint de plan d'échantillonnage pour les aflatoxines totales (AFT ; AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2) dans les céréales en grains (maïs et sorgho destinés à une transformation ultérieure ; riz poli et décortiqué) ; dans la farine, la semoule et les flocons dérivés du maïs ; et dans les produits à base de céréales, y compris les aliments pour nourrissons et enfants en bas âge.

APPENDICE I
(Pour observations)

PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE POUR LES AFLATOXINES TOTALES (AFT ; AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2) DANS LES CÉRÉALES EN GRAINS (maïs et sorgho destinés à une transformation ultérieure ; riz poli et décortiqué) ; DANS LA FARINE, LA SEMOULE ET LES FLOCONS DÉRIVÉS DU MAÏS ; ET DANS LES PRODUITS À BASE DE CÉRÉALES, Y COMPRIS LES ALIMENTS POUR NOURRISSONS ET ENFANTS EN BAS ÂGE

Maïs en grains destiné à une transformation ultérieure

Limite maximale	20 µg/kg d'AFT ou 15 µg/kg d'AFT
Prélèvements	Prélèvements de 100 g, selon le poids du lot (≥ 0,5 tonnes)
Préparation de l'échantillon	Broyage à sec avec un broyeur adéquat (particules inférieures à 0,85 mm – mailles de 20)
Poids de l'échantillon de laboratoire	≥ 1 kg
Nombre d'échantillon de laboratoire	1
Prise d'essai	Prise d'essai de 50 g
Méthode	HPLC
Règle de décision	Si le résultat de l'analyse d'un échantillon pour les aflatoxines totales est égal ou inférieur à 20 µg/kg / 15 µg/kg, accepter le lot. Sinon, il faut rejeter le lot.

Sorgho en grains destiné à une transformation ultérieure

Limite maximale	10 µg/kg d'AFT ou 8 µg/kg d'AFT
Prélèvements	Prélèvements de 100 g, selon le poids du lot (≥ 0,5 tonnes)
Préparation de l'échantillon	Broyage à sec avec un broyeur adéquat (particules inférieures à 0,85 mm – mailles de 20)
Poids de l'échantillon de laboratoire	≥ 1 kg
Nombre d'échantillon de laboratoire	1
Prise d'essai	Prise d'essai de 50 g
Méthode	HPLC
Règle de décision	Si le résultat de l'analyse d'un échantillon pour les aflatoxines totales est égal ou inférieur à 10 µg/kg / 8 µg/kg, accepter le lot. Sinon, il faut rejeter le lot.

Riz décortiqué

Limite maximale	20 µg/kg d'AFT ou 15 µg/kg d'AFT
Prélèvements	Prélèvements de 100 g, selon le poids du lot (≥ 0,5 tonnes)
Préparation de l'échantillon	Broyage à sec avec un broyeur adéquat (particules inférieures à 0,85 mm – mailles de 20)
Poids de l'échantillon de laboratoire	≥ 1 kg
Nombre d'échantillon de laboratoire	1
Prise d'essai	Prise d'essai de 50 g
Méthode	HPLC
Règle de décision	Si le résultat de l'analyse d'un échantillon pour les aflatoxines totales est égal ou inférieur à 20 µg/kg / 15 µg/kg, accepter le lot. Sinon, il faut rejeter le lot.

Riz poli

Limite maximale	8 µg/kg d'AFT ou 4 µg/kg d'AFT
Prélèvements	Prélèvements de 100 g, selon le poids du lot (≥ 0,5 tonnes)
Préparation de l'échantillon	Broyage à sec avec un broyeur adéquat (particules inférieures à 0,85 mm – mailles de 20)
Poids de l'échantillon de laboratoire	≥ 1 kg
Nombre d'échantillon de laboratoire	1
Prise d'essai	Prise d'essai de 50 g
Méthode	HPLC
Règle de décision	Si le résultat de l'analyse d'un échantillon pour les aflatoxines totales est égal ou inférieur à 8 µg/kg / 4 µg/kg, accepter le lot. Sinon, il faut rejeter le lot.

Farine, semoule et flocons dérivés du maïs

Limite maximale	15 µg/kg d'AFT ou 10 µg/kg d'AFT
Prélèvements	10 x 100 g
Préparation de l'échantillon	Aucune
Poids de l'échantillon de laboratoire	≥ 1 kg
Nombre d'échantillon de laboratoire	1
Prise d'essai	Prise d'essai de 25 g
Méthode	HPLC
Règle de décision	Si le résultat de l'analyse d'un échantillon pour les aflatoxines totales est égal ou inférieur à 15 µg/kg / 10 µg/kg, accepter le lot. Sinon, il faut rejeter le lot.

Aliments à base de céréales pour les nourrissons et les enfants en bas âge

Limite maximale	2 µg/kg d'AFT ou 1 µg/kg d'AFT
Prélèvements	10 x 100 g
Préparation de l'échantillon	Aucune
Poids de l'échantillon de laboratoire	≥ 1 kg
Nombre d'échantillon de laboratoire	1
Prise d'essai	Prise d'essai de 25 g
Méthode	HPLC
Règle de décision	Si le résultat de l'analyse d'un échantillon pour les aflatoxines totales est égal ou inférieur à 2 µg/kg / 1 µg/kg, accepter le lot. Sinon, il faut rejeter le lot.

DÉFINITIONS

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

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

Plan d'échantillonnage : il est défini par une procédure d'essai pour les AFT et un niveau d'acceptation/rejet. Cette procédure d'essai pour les AFT se compose de trois étapes : sélection de l'échantillon, préparation et analyse ou quantification des AFT. Le niveau d'acceptation/rejet est un seuil de tolérance habituellement égal à la limite maximale Codex (LM).

Échantillon élémentaire : quantité de matériau prélevé à un point unique aléatoire dans le lot ou le sous-lot.

Échantillon global : total de tous les échantillons élémentaires prélevés dans le lot ou le sous-lot. L'échantillon global doit être au moins aussi gros que l'échantillon de laboratoire ou les échantillons combinés.

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

Prise d'essai : portion de l'échantillon de laboratoire pulvérisé. L'échantillon de laboratoire entier doit être pulvérisé dans un broyeur. Une portion de cet échantillon pulvérisé est prélevée de manière aléatoire pour en extraire les AFT aux fins de l'analyse chimique.

INFORMATIONS SUR LE MODÈLE DU PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE

Produit à échantillonner

Chaque lot de céréales dont les AFT seront examinées doit être échantillonné séparément. Les lots supérieurs à 50 tonnes doivent être subdivisés en sous-lots afin d'être échantillonnés séparément. Si un lot est supérieur à 50 tonnes, il doit être subdivisé en sous-lots suivant le tableau 1.

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

Poids du lot (t)	Poids maximal ou nombre minimal de sous-lots	Nombre d'échantillons élémentaires	Poids minimal de l'échantillon de laboratoire (kg)
≥ 1500	500 tonnes	100	1
> 300 et < 1500	3 sous-lots	100	1
≥ 100 et ≤ 300	100 tonnes	100	1
≥ 50 et < 100	2 sous-lots	100	1
< 50	-	3-100*	1

* voir tableau 2

En tenant compte du fait que le poids du lot n'est pas toujours un multiple exact des poids des sous-lots, le poids du sous-lot peut excéder le poids mentionné d'un maximum de 20 %.

Échantillon élémentaire

Le poids minimal proposé pour l'échantillon élémentaire devrait être d'environ 100 grammes pour les lots ≥0,5 tonnes.

Pour des lots inférieurs à 50 tonnes, le plan d'échantillonnage doit être utilisé avec de 3 à 100 échantillons élémentaires, selon le poids du lot. Pour des lots très petits (≤ 0,5 tonnes) un nombre inférieur d'échantillons élémentaires sera prélevé, mais l'échantillon global qui réunit tous les échantillons élémentaires sera aussi dans ce cas d'au moins 1 kg. Le tableau 2 peut être utilisé pour déterminer le nombre d'échantillons élémentaires à prélever.

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

Poids du lot (t)	Nombre d'échantillons élémentaires	Poids minimal de l'échantillon de laboratoire (kg)
≤ 0,05	3	1
> 0,05 - ≤ 0,5	5	1
> 0,5 - ≤ 1	10	1
> 1 - ≤ 3	20	1
> 3 - ≤ 10	40	1
> 10 - ≤ 20	60	1
> 20 - < 50	100	1

LOTS STATIQUES

On entend par lot statique une masse importante de céréales décortiquées 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, les céréales étant immobiles au moment du prélèvement de l'échantillon. Collecter un échantillon véritablement aléatoire dans un lot statique peut être difficile car tous les conteneurs du lot ou du sous-lot ne sont pas nécessairement accessibles.

Prélever un échantillon élémentaire dans un lot statique exige habituellement l'emploi de sondes pour collecter le produit dans le lot. Les sondes utilisées doivent être spécialement conçues en fonction du produit et du type de conteneur. La sonde 1) doit être assez longue pour atteindre tout le produit, 2) ne doit exclure aucun élément du lot de la collecte, et 3) ne doit pas altérer les éléments du lot. Comme mentionné ci-dessus, l'échantillon global doit être un mélange de nombreux petits fragments de produit pris en différents points du lot.

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

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

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

LOTS MOBILES

Il est plus facile d'obtenir des échantillons globaux représentatifs en prélevant les échantillons élémentaires dans un flot continu de céréales décortiquées lors du transfert du lot d'un endroit à un autre. Lorsqu'on prélève des échantillons dans un flux, il faut prendre de petits fragments de produit sur toute la longueur du flux et mélanger les échantillons élémentaires pour obtenir un échantillon global; si l'échantillon global est plus important que l'(les) échantillon(s) de laboratoire requis, il faut mélanger et subdiviser cet échantillon pour obtenir l'(les)échantillon(s) de laboratoire de la taille requise.

Les dispositifs d'échantillonnage automatique tels que l'échantillonneur transversal sont vendus dans le commerce, dotés de compte minutes, qui effectuent automatiquement des prélèvements à l'aide d'un bec déflecteur dans le flux à intervalles préétablis et réguliers. Quand on ne dispose pas d'équipement automatique, on peut charger quelqu'un de passer manuellement une palette dans le flux à intervalles réguliers pour collecter les échantillons élémentaires. Qu'il s'agisse de la méthode automatique ou manuelle, les échantillons élémentaires doivent être prélevés et mélangés à intervalles fréquents et réguliers tout au long du passage du flot continu de céréales au point d'échantillonnage.

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

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

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

où D est la largeur de l'ouverture du bec déflecteur (en cm), LT est le poids du lot (en kg), T est l'intervalle ou le temps qui s'écoule entre les prélèvements dans le flux (en secondes) et V est la vitesse (en cm/sec) du bec.

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

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

EMBALLAGE ET TRANSPORT DES ÉCHANTILLONS

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

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

PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON

La lumière du jour est autant que possible à éviter pendant la préparation des échantillons, car les AFT 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 AFT.

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

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

PRISE D'ESSAI

Le poids suggéré pour la prise d'essai prélevée dans l'échantillon broyé de laboratoire sera approximativement de 25 g ou de 50 g, en fonction du produit analysé.

Lorsque la méthode analytique utilisée nécessite des prises d'essai plus petites, cela peut être appliqué puisque la performance de la méthode correspond toujours à l'objectif et n'a pas d'incidence sur l'incertitude du résultat.

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.

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

MÉTHODES ANALYTIQUES

Il conviendra d'utiliser une approche à base de critères, qui fixe une série de critères d'efficacité auxquels la méthode d'analyse utilisée doit être conforme. Cette approche à base de critères présente l'avantage de ne pas obliger à fournir des détails spécifiques sur la méthode utilisée et permet donc de profiter des progrès de la méthodologie sans avoir à réexaminer ou à modifier la méthode spécifiée. La liste des critères possibles et des niveaux d'efficacité figure au tableau 3. En utilisant cette approche, les laboratoires seraient libres d'utiliser la méthode analytique la plus appropriée à leurs installations

Tableau 3. Critères de performance pour les aflatoxines totales.

Produit	LM (µg/kg)	LOD (µg/kg)	LOQ (µg/kg)	RSDR (%)	Fourchette minimale applicable (µg/kg)	Rétablissement
Maïs destiné à une transformation ultérieure	20	≤ 4,0	≤ 8,0	44	11,2 - 28,8	60-115 %
Maïs destiné à une transformation ultérieure	15	≤ 3,0	≤ 6,0	44	8,4 – 21,6	60-115 %
Sorgho destiné à une transformation ultérieure	10	≤ 2,0	≤ 4,0	44	5,6 – 14,4	60-115 %
Sorgho destiné à une transformation ultérieure	8	≤ 1,6	≤ 3,2	44	4,48 – 11,52	60 - 115 %
Riz décortiqué	20	≤ 4,0	≤ 8,0	44	11,2 - 28,8	60-115 %
Riz décortiqué	15	≤ 3,0	≤ 6,0	44	8,4 – 21,6	60-115 %
Riz poli	8	≤ 1,6	≤ 3,2	44	4,48 – 11,52	60-115 %
Riz poli	4	≤ 0,4	≤ 0,8	44	2,24 – 5,76	40 – 120 %
Farine, semoule et flocons dérivés du maïs	15	≤ 3,0	≤ 6,0	44	8,4 – 21,6	60-115 %
Farine, semoule et flocons dérivés du maïs	10	≤ 2,0	≤ 4,0	44	5,6 – 14,4	60-115 %
Aliments à base de céréales pour les nourrissons et les enfants en bas âge	2	≤ 0,4	≤ 0,8	44	1,12 – 2,88	40 – 120 %
Aliments à base de céréales pour les nourrissons et les enfants en bas âge	1	≤ 0,2	≤ 0,4	44	0,56 – 1,44	40 – 120 %

APPENDICE II**LISTE DES PARTICIPANTS
(Voir CX/CF 20/14/10-Partie I)**