

COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS



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



Organisation
mondiale de la Santé

F

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

Point 7 de l'ordre du jour

CX/CF 23/16/7

Février 2023

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

Seizième session

18-21 avril 2023 (session plénière en présentiel)

26 avril 2023 (adoption du rapport par visioconférence)

PLAN 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 (à l'étape 4)

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

Les membres et observateurs du Codex qui souhaitent présenter des commentaires à l'étape 3 à propos des plans d'échantillonnage devront le faire conformément aux instructions données dans la lettre circulaire CL 2023/20-CF, disponible sur la page web du Codex¹

CONTEXTE

1. Le Comité du Codex sur les contaminants dans les aliments (CCCF15, 2022), lors de sa quinzième session, est convenu² de limites maximales (LM) pour les aflatoxines totales dans le maïs en grains, destiné à une transformation ultérieure; la farine, la semoule et les flocons dérivés du maïs; le riz décortiqué; le riz poli; le sorgho en grains, destiné à une transformation ultérieure et les aliments à base de céréales pour les nourrissons et les enfants en bas âge. Le Comité a également décidé de rétablir le groupe de travail électronique (GTE) présidé par le Brésil et coprésidé par l'Inde, en vue de poursuivre le développement du plan d'échantillonnage en prenant en compte la possibilité d'harmoniser les plans d'échantillonnage pour le maïs en grains, la farine, la semoule et les flocons avec le plan d'échantillonnage pour le déoxynivalénol (DON) et les fumonisines; et le plan d'échantillonnage pour les aliments à base de céréales pour les nourrissons et les enfants en bas âge avec le plan d'échantillonnage pour le DON.

PROCÉDÉ DE TRAVAIL

2. Le présent document a été initialement élaboré en tenant compte des informations reçues en réponse à la lettre circulaire CL 2022/46-CF sur les taux d'aflatoxines AFB1, AFB2, AFG1 et AFG2 dans le grain de maïs, les produits à base de maïs, le riz décortiqué, le riz poli, le sorgho en grains et les aliments à base de céréales pour les nourrissons et les enfants en bas âge (voir appendice III). Dans le premier avant-projet, les pays ont été invités à commenter les méthodes relatives aux critères de performance préparés en tenant compte d'une proportion 50:50 d'AFB1: AFB2 + AFG1 + AFG2. Différents scénarios (1, 5, 10 et 30 Kg pour le poids de l'échantillon de laboratoire et 25 et 50 g pour la taille de la prise d'essai par rapport au maïs en grains) ont également été testés, en utilisant l'Outil d'échantillonnage de la FAO pour les mycotoxines).
3. Après la diffusion du document, les commentaires reçus des pays ont suggéré que différentes proportions d'AFB1: AFB2 + AFG1 + AFG2, telles que 80:20 et 90:10, devraient également être testées.
4. Pour le dernier tour de commentaires, les membres du GTE ont été invités à réfléchir à la possibilité éventuelle de supposer que les plans d'échantillonnage pour le DON et les fumonisines dans la farine et la semoule de maïs pourraient s'appliquer à la contamination par l'AF de la farine de maïs, la semoule et les flocons dérivés du maïs,

¹ Page web du Codex/Lettres circulaires:
<https://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/resources/circular-letters/fr/>.

Page web du Codex/CCCF/Lettres circulaires:
<https://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/committees/committee-detail/related-circular-letters/fr/?committee=CCCF>

² REP22/CF15, paragr. 154

du sorgho, du riz décortiqué et du riz poli. Cette approche a été suggérée, car les données sur la variabilité associée à l'échantillonnage, à la préparation des échantillons et à l'analyse n'étaient pas disponibles lors du premier tour.

5. Le document final a été élaboré en tenant compte des commentaires reçus en réponse à la lettre circulaire CL 2022/46-CF et des membres du GTE, ainsi que des informations complémentaires obtenues grâce à l'Outil d'échantillonnage de la FAO pour les mycotoxines, telles que la variabilité associée à l'échantillonnage, à la préparation de l'échantillon, à l'analyse, la variabilité totale par rapport à la LM du Codex/« Limite réglementaire », la probabilité qu'un lot soit considéré à tort comme « conforme » à la LM et l'erreur totale par rapport à la LM du Codex/« Limite réglementaire ».
6. Des recommandations finales ont été préparées afin d'envisager les différents points de vue présentés lors des discussions du GTE.

RÉSUMÉ DE LA DISCUSSION AU SEIN DU GTE

7. Le GTE a observé que parmi les produits alimentaires examinés, l'Outil d'échantillonnage de la FAO pour les mycotoxines ne contient des informations sur la variabilité associée à l'échantillonnage, à la préparation et à l'analyse que pour le maïs en grains. La lettre circulaire CL 2022/46-CF demandait des commentaires sur les plans d'échantillonnage des aflatoxines totales pour les céréales et les aliments à base de céréales, y compris les aliments pour les nourrissons et les enfants en bas âge, en demandant des données sur la proportion type des quatre aflatoxines dans les échantillons naturellement contaminés des céréales pour lesquelles des LM ont été établies, et sur la variabilité associée à l'échantillonnage, à la préparation de l'échantillonnage et à l'analyse pour le riz décortiqué, le riz poli et le sorgho. L'Arabie saoudite, le Brésil, le Canada, le Chili, les États-Unis d'Amérique (USA), l'Iran, le Japon, la République de Corée et l'Union européenne (UE) ont fourni des informations en réponse à la CL 2022/46-CF. Leurs commentaires sont inclus dans l'appendice III pour information.

PRINCIPAUX POINTS DE DISCUSSION

Manque d'information concernant la proportion d'AFB1: AFB2 + AFG1 + AFG2.

8. Un pays a demandé s'il ne serait pas possible d'utiliser les données de GEMS/Aliments pour obtenir la proportion d'aflatoxines (AFB1: AFB2 + AFG1 + AFG2) présente dans chaque type d'échantillon examiné dans ce document. Pour les aflatoxines, les données soumises à GEMS/Aliments comprenaient des informations sur les aflatoxines individuelles (AFB1, AFB2, AFG1, AFG2), la somme d'AFB1 plus AFB2 et les aflatoxines totales, ce qui pouvait générer jusqu'à 6 entrées par échantillon. Cependant, aucun schéma ne s'est dessiné au niveau de la soumission des données, la plupart des pays n'ayant soumis que les aflatoxines totales (somme des AFB1, AFB2, AFG1 et AFG2) ou des valeurs individuelles pour l'aflatoxine B1. D'autre part, lorsque des données individuelles étaient soumises, il n'était possible de rassembler les informations d'un échantillon que si le « numéro de série » était fourni, ce qui n'était pas toujours le cas. Lors du CCCF14, une approche visant à estimer la proportion d'aflatoxines dans les échantillons soumis à la GEMS/Aliments a été présentée, en utilisant uniquement les données dans lesquelles il était possible de disposer des valeurs individuelles d'occurrence des aflatoxines. Toutefois, les valeurs présentées n'ont pas été bien acceptées par le Comité à l'époque, car elles ne couvraient pas toutes les céréales et tous les produits à base de céréales examinés, et que la proportion peut varier d'un produit à l'autre³.
9. Par conséquent, pour cette version, des informations ont été demandées directement aux pays dans l'intention d'obtenir des informations plus détaillées sur les échantillons soumis à GEMS/Aliments. Tous les pays ont signalé que la fréquence des AFB1 était supérieure à 50 % des AFT, mais tous n'ont pas soumis de données pour étayer les différents scénarios de proportion 80:20 et 90:10. Si le scénario 50:50 était adopté pour la même LM, une LOQ de $\leq 3,0 \mu\text{g}/\text{kg}$ pour la méthode devrait pouvoir être obtenue pour l'AFB1. Le critère de performance méthodologique serait alors très restrictif si AFB2 + AFG1 + AFG2 était inférieur à 50 %. L'avantage résultant de l'adoption de ces critères pour des congénères moins toxiques doit être évalué.

Besoin de directives sur la somme des composants

10. Certains membres ont identifié le besoin de directives lorsque la concentration d'une aflatoxine est inférieure à la LOQ et sur la façon d'additionner les composants. Cette question est abordée dans le cadre des travaux visant à établir une « Orientation sur l'analyse des données pour le développement de limites maximales et pour l'amélioration de la collecte des données » (en cours d'examen au sein du CCCF).

En supposant que les plans d'échantillonnage pour le DON et les fumonisines dans la farine et la semoule de maïs puissent s'appliquer à la contamination par l'AF de la farine de maïs, la semoule et les flocons dérivés du maïs, du sorgho, du riz décortiqué et du riz poli.

11. Farine, semoule et flocons dérivés du maïs et aliments à base de céréales pour les nourrissons et les enfants en

³ CX/CF 21/14/10-Part II, paragr. 2 et 7

bas âge: Les participants se sont accordés à dire que puisque le broyage du grain se produit pendant la transformation de la farine, de la semoule et des flocons dérivés du maïs et des aliments à base de céréales pour les nourrissons et les enfants en bas âge, cela réduit l'hétérogénéité des matériaux en ce qui concerne les AF. Ce fait soutient l'alignement des plans d'échantillonnage pour le DON et les fumonisines dans la farine de maïs, la semoule de maïs et les aliments à base de céréales pour les nourrissons et les enfants en bas âge sur les plans d'échantillonnage pour les aflatoxines dans les mêmes produits.

12. Sorgho, riz décortiqué et poli: Un pays a souligné que l'Outil d'échantillonnage de la FAO pour les mycotoxines ne dispose pas de données relatives aux mycotoxines dans le sorgho, le riz décortiqué ou le riz poli, de sorte que l'Outil ne peut pas être utilisé pour simuler les courbes de variabilité ou d'OC pour différents scénarios d'échantillonnage pour ces céréales. En outre, en considérant i) l'impact du poids de l'échantillon et de la taille de la prise d'essai sur la variabilité totale dans les scénarios modélisés pour chaque aflatoxine, DON et fumonisine dans le maïs en grains, et; ii) que le sorgho, le riz décortiqué et le riz poli ne sont pas broyés pendant le traitement (le broyage réduit l'hétérogénéité), l'alignement du plan d'échantillonnage pour le DON et les fumonisines dans la farine et la semoule de maïs n'a pas été soutenu par un pays et, par conséquent, une approche plus conservatrice a été proposée pour aligner le plan d'échantillonnage sur celui proposé pour les aflatoxines dans le maïs en grains.

Alignement du plan d'échantillonnage pour les AFT dans le maïs en grains sur ceux pour le DON et les fumonisines

13. Certains pays n'ont pas accepté d'aligner le plan d'échantillonnage pour les AFT dans le maïs en grains avec ceux pour le DON et les fumonisines, car il est question d'une plus grande hétérogénéité, comme le montre l'Outil d'échantillonnage de la FAO pour les mycotoxines. Un pays a signalé que, d'après son expérience, l'utilisation d'un poids d'échantillon de laboratoire plus élevé et d'une taille de prise d'essai plus importante réduirait la probabilité de mal classer un lot de maïs.
14. La plupart des pays ont soutenu l'idée de retenir 5 kg comme poids d'échantillon de laboratoire et 25 g comme taille de prise d'essai, et de ne pas retenir les plans d'échantillonnage pour le DON et les fumonisines (1 kg et 25 g) pour le maïs en grains, et un seul pays n'a pas soutenu cette option. Selon lui, l'aspect pratique de l'augmentation de l'échantillon de laboratoire de 5 à 10 kg devrait être examiné par les membres du CCCF. De plus amples informations sont présentées à l'appendice II, paragraphes 19 et 20.

CONCLUSIONS

15. Les propositions visant à répondre aux préoccupations exprimées par diverses délégations concernant les méthodes d'analyse et les plans d'échantillonnage sont détaillées à l'appendice II, qui comprend également une analyse technique détaillée de ces propositions.
16. L'Outil d'échantillonnage de la FAO pour les mycotoxines ne dispose pas de données relatives aux mycotoxines dans le sorgho, le riz décortiqué ou le riz poli, de sorte que l'Outil ne peut pas être utilisé pour simuler les courbes de variabilité ou d'OC pour différents scénarios d'échantillonnage pour ces céréales.
17. Étant donné que le sorgho, le riz décortiqué et le riz poli ne sont pas broyés au cours de leur transformation (le broyage réduit l'hétérogénéité), il a été jugé inopportun d'aligner le plan d'échantillonnage des aflatoxines pour ces céréales sur ceux pour le DON et les fumonisines dans la farine de maïs et la semoule de maïs. Le grain de maïs étant plus gros que le sorgho et le riz, et comme l'augmentation du grain de céréale devrait générer une plus grande hétérogénéité, le plan d'échantillonnage proposé pour les aflatoxines dans le maïs en grains devrait également s'appliquer au sorgho et au riz. Par conséquent, il est proposé d'aligner les plans d'échantillonnage pour les aflatoxines dans le sorgho, le riz décortiqué et le riz poli sur le plan d'échantillonnage proposé pour les aflatoxines dans le maïs en grains.
18. Le broyage du grain se produit lors de la transformation de la farine, de la semoule, des flocons dérivés du maïs et des aliments à base de céréales destinés aux nourrissons et aux enfants en bas âge, ce qui réduit l'hétérogénéité des matériaux en ce qui concerne les AF. Ce fait soutient l'alignement des plans d'échantillonnage pour les aflatoxines dans la farine et la semoule de maïs et dans les aliments à base de céréales pour les nourrissons et les enfants en bas âge sur les plans d'échantillonnage pour le DON et les fumonisines dans le maïs, la farine et la semoule de maïs et pour le DON dans les aliments à base de céréales pour nourrissons et enfants en bas âge.

RECOMMANDATIONS

19. Sur la base de la discussion précédente et en tenant compte de l'applicabilité et du coût de l'analyse, le GTE recommande au CCCF d'envisager:
 - (i) l'adoption d'une taille d'échantillon de laboratoire de 5 kg et d'une taille de prise d'essai de 25 g pour le maïs en grains destiné à une transformation ultérieure.
 - (ii) l'alignement des plans d'échantillonnage pour le sorgho, le riz décortiqué et le riz poli sur le plan

d'échantillonnage proposé pour les aflatoxines dans le maïs en grains.

- (iii) l'alignement des plans d'échantillonnage pour la farine, la semoule et les flocons dérivés du maïs et les aliments à base de céréales destinés aux nourrissons et aux enfants en bas âge sur les plans d'échantillonnage pour le DON et les fumonisines.
- (iv) les plans d'échantillonnage proposés pour les catégories d'aliments sélectionnées figurant à l'appendice I sur la base des conclusions fournies aux paragraphes 15-18 et des données/informations fournies à l'appendice II, y compris leur préparation en vue de leur adoption finale par la Commission du Codex Alimentarius (CAC46, 2023).

APPENDICE I

**PLAN 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
(Pour commentaires)**

Plans d'échantillonnage pour les aflatoxines (AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2) dans le maïs en grains destiné à une transformation ultérieure.

Limite maximale	15 µg/kg AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2
Prélèvements	Prélèvements de 100 g, selon la masse du lot (≥ 0,5 tonne)
Préparation de l'échantillon	broyage à sec avec un broyeur adéquat (particules inférieures à 0,85 mm – mailles de 20)
Taille de l'échantillon de laboratoire	5 kg
Nombre d'échantillons de laboratoire	1
Prise d'essai	25 g
Méthode	Sélectionnés selon les critères de performance établis
Règle de décision	Si la somme des résultats de l'analyse des AFB1, AFB2, AFG1 et AFG2 dans l'échantillon de laboratoire est égale ou inférieure à 15 µg/kg, accepter le lot. Sinon, il faut rejeter le lot.

Plans d'échantillonnage et critères de performance pour les aflatoxines (AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2) dans la farine, la semoule et les flocons dérivés du maïs

Limite maximale	10 µg/kg AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2
Prélèvements	10 x 100 g
Préparation de l'échantillon	broyage à sec avec un broyeur adéquat (particules inférieures à 0,85 mm – mailles de 20), si nécessaire pour les échantillons grossiers
Taille de l'échantillon de laboratoire	1 kg
Nombre d'échantillons de laboratoire	1
Prise d'essai	Prise d'essai de 25 g
Méthode	Sélectionnés selon les critères de performance établis
Règle de décision	Si la somme des résultats de l'analyse des AFB1, AFB2, AFG1 et AFG2 dans l'échantillon de laboratoire est égale ou inférieure à 15 µg/kg, accepter le lot. Sinon, rejeter le lot.

Plans d'échantillonnage et critères de performance pour les aflatoxines (AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2) dans le riz décortiqué

Limite maximale	20 µg/kg AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2
Prélèvements	Prélèvements de 100 g, selon la masse du lot (≥ 0,5 tonne)
Préparation de l'échantillon	broyage à sec avec un broyeur adéquat (particules inférieures à 0,85 mm – mailles de 20)
Taille de l'échantillon de laboratoire	5 kg
Nombre d'échantillons de laboratoire	1
Prise d'essai	25 g
Méthode	Sélectionnés selon les critères de performance établis
Règle de décision	Si la somme des résultats de l'analyse des AFB1, AFB2, AFG1 et AFG2 dans l'échantillon de laboratoire est égale ou inférieure à 15 µg/kg, accepter le lot. Sinon, rejeter le lot.

Plans d'échantillonnage et critères de performance pour les aflatoxines (AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2) dans le riz poli

Limite maximale	5 µg/kg AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2
Prélèvements	Prélèvements de 100 g, selon la masse du lot (≥ 0,5 tonne)
Préparation de l'échantillon	broyage à sec avec un broyeur adéquat (particules inférieures à 0,85 mm – mailles de 20)
Taille de l'échantillon de laboratoire	5 kg
Nombre d'échantillons de laboratoire	1
Prise d'essai	25 g
Méthode	Sélectionnés selon les critères de performance établis
Règle de décision	Si la somme des résultats de l'analyse des AFB1, AFB2, AFG1 et AFG2 dans l'échantillon de laboratoire est égale ou inférieure à 15 µg/kg, accepter le lot. Sinon, rejeter le lot.

Plans d'échantillonnage et critères de performance pour les aflatoxines (AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2) dans le sorgho

Limite maximale	10 µg/kg AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2
Prélèvements	Prélèvements de 100 g, selon le poids du lot (≥ 0,5 tonne)
Préparation de l'échantillon	broyage à sec avec un broyeur adéquat (particules inférieures à 0,85 mm – mailles de 20)
Taille de l'échantillon de laboratoire	5 kg
Nombre d'échantillons de laboratoire	1
Prise d'essai	25 g
Méthode	Sélectionnés selon les critères de performance établis
Règle de décision	Si la somme des résultats de l'analyse des AFB1, AFB2, AFG1 et AFG2 dans l'échantillon de laboratoire est égale ou inférieure à 15 µg/kg, accepter le lot. Sinon, rejeter le lot.

Plans d'échantillonnage et critères de performance pour les aflatoxines (AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2) dans les aliments à base de céréales pour les nourrissons et les enfants en bas âge

Limite maximale	5 µg/kg AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2
Prélèvements	10 x 100 g
Préparation de l'échantillon	broyage à sec avec un broyeur adéquat (particules inférieures à 0,85 mm – mailles de 20), si nécessaire pour les échantillons grossiers
Taille de l'échantillon de laboratoire	1 kg
Nombre d'échantillons de laboratoire	1
Prise d'essai	25 g
Méthode	Sélectionnés selon les critères de performance établis
Règle de décision	Si la somme des résultats de l'analyse des AFB1, AFB2, AFG1 et AFG2 dans l'échantillon de laboratoire est égale ou inférieure à 15 µg/kg, accepter le lot. Sinon, rejeter le lot.

Plans d'échantillonnage et critères de performance pour les aflatoxines (AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2) dans les aliments à base de céréales pour les nourrissons et les enfants en bas âge, destinés à des programmes d'aide alimentaire

Limite maximale	10 µg/kg AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2
Prélèvements	10 x 100 g
Préparation de l'échantillon	broyage à sec avec un broyeur adéquat (particules inférieures à 0,85 mm – mailles de 20), si nécessaire pour les échantillons grossiers
Taille de l'échantillon de laboratoire	1 kg
Nombre d'échantillons de laboratoire	1
Prise d'essai	25 g
Méthode	Sélectionnés selon les critères de performance établis
Règle de décision	Si la somme des résultats de l'analyse des AFB1, AFB2, AFG1 et AFG2 dans l'échantillon de laboratoire est égale ou inférieure à 15 µg/kg, accepter le lot. Sinon, 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'établissement d'emballage ou les marques.
Sous-lot	Partie d'un plus grand lot à laquelle doit s'appliquer la méthode de prélèvement d'échantillons et désignée à cet effet. Chaque sous-lot doit être physiquement séparé et identifiable.
Plan d'échantillonnage	Il est défini par une procédure d'essai d'aflatoxines et une limite d'acceptation/rejet. Cette procédure comprend trois étapes: sélection de l'échantillon, préparation de l'échantillon et analyse de quantification des aflatoxines. Le niveau d'acceptation/rejet est un seuil de tolérance habituellement égal à la limite maximale Codex (LM).
Échantillon élémentaire	Quantité de matière prélevée en un seul point aléatoire du lot ou du sous-lot.
Échantillon global	Agrégation de tous les échantillons élémentaires prélevés sur 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 décortiquées et de produits à base de céréales pulvérisée dans un broyeur. L'échantillon de laboratoire peut être une partie ou la totalité de l'échantillon global. Si l'échantillon global est plus gros que l'échantillon/les échantillons de laboratoire, l'échantillon/les échantillons de laboratoire devra/devront être prélevé(s) de façon aléatoire dans l'échantillon global, de manière à garantir que l'échantillon de laboratoire reste représentatif du sous-lot échantillonné.

Prise d'essai	Partie de l'échantillon de laboratoire broyé. L'échantillon de laboratoire entier doit être pulvérisé dans un broyeur. Une partie de cet échantillon est prélevée d'une manière aléatoire pour l'extraction de l'aflatoxine aux fins de l'analyse chimique.
---------------	---

INFORMATIONS SUR LE MODÈLE DU PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE**PRODUIT À ÉCHANTILLONNER**

1. Chaque lot de céréales en grains et de produits à base 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 de lots en sous-lots de céréales en grains en fonction du poids du lot – Maïs en grains, sorgho, riz poli et riz décortiqué

Poids du lot (en tonnes)	Poids maximal ou nombre minimal de sous-lots	Nombre d'échantillons élémentaires	Poids minimal de l'échantillon (Kg)
≥ 1 500	500 tonnes	100	5
> 300 et < 1 500	3 sous-lots	100	5
≥ 100 et < 300	100 tonnes	100	5
≥ 50 et < 100	2 sous-lots	100	5
< 50	-	3-100*	5

* voir tableau 3

Tableau 2. Subdivision de sous-lots de céréales en grains selon le poids du lot – farine, semoule et flocons dérivés du maïs et aliments à base de céréales pour les nourrissons et les enfants en bas âge et aliments à base de céréales pour les nourrissons et les enfants en bas âge, destinés à des programmes d'aide alimentaire

Poids du lot (en tonnes)	Poids maximal ou nombre minimal de sous-lots	Nombre d'échantillons élémentaires	Poids minimal de l'échantillon (Kg)
≥ 1 500	500 tonnes	100	1
> 300 et < 1 500	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 4

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 de 20 % au maximum.

ÉCHANTILLON ÉLÉMENTAIRE

3. Le poids minimal proposé pour l'échantillon élémentaire de céréales en grains et de produits à base de céréales devrait être de 100 grammes pour les lots ≥ 0,5 tonne.
4. Pour des lots inférieurs à 50 tonnes de céréales en grains et de produits à base de céréales, 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 tonne) 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 3. Nombre d'échantillons élémentaires de céréales en grains à prélever selon le poids du lot – Maïs en grains, sorgho, riz poli et riz décortiqué

Poids du lot (en tonnes)	Nombre d'échantillons élémentaires	Poids minimal de l'échantillon de laboratoire (kg)
≤ 0,05	3	5
> 0,05 – ≤ 0,5	5	5
> 0,5 – ≤ 1	10	5
> 1 – ≤ 3	20	5
> 3 – ≤ 10	40	5
> 10 – ≤ 20	60	5
> 20 – < 50	100	5

Tableau 4. Nombre d'échantillons élémentaires de céréales en grains à prélever selon le poids du lot – farine, semoule et flocons dérivés du maïs et aliments à base de céréales pour les nourrissons et les enfants en bas âge et aliments à base de céréales pour les nourrissons et les enfants en bas âge, destinés à des programmes d'aide alimentaire

Poids du lot (en tonnes)	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 en grains et de produits à base de céréales 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 en grains et les produits à base de céréales étant immobiles au moment du prélèvement de l'échantillon. Le prélèvement d'un échantillon réellement aléatoire dans un lot statique peut s'avérer difficile, car il est possible que tous les conteneurs du lot ou du sous-lot ne soient pas accessibles.
- Prélever des échantillons élémentaires dans un lot statique exige habituellement l'emploi de sondes permettant de 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 échantillons élémentaires du 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:

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

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 kilogrammes.

LOTS DYNAMIQUES

9. Les échantillons globaux représentatifs peuvent être obtenus plus facilement en collectant des échantillons progressifs à partir d'un flux continu de céréales en grains et de produits à base de céréales lorsque le lot est transféré d'un endroit à un autre. Pour prélever des échantillons dans un flux continu, prendre de petits échantillons élémentaires du produit tout le long du passage du flux; réunir les échantillons élémentaires pour obtenir un échantillon global; si l'échantillon global est plus important que l'échantillon/les échantillons de laboratoire requis, mélanger et subdiviser l'échantillon global pour obtenir un(des) échantillon(s) de laboratoire du poids désiré.
10. 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 flux continu de céréales au point d'échantillonnage.
11. 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 environ deux à trois fois supérieure aux dimensions les plus grandes des éléments du lot.
12. Le poids de l'échantillon global (S) en kg, prélevé dans un lot par un échantillonneur transversal est le suivant:
- $$S = (D \times LT) / (T \times V),$$
- D étant la largeur de l'ouverture du bec déflecteur (en cm), LT le poids du lot (en kg), T l'intervalle ou le temps qui s'écoule entre les prélèvements dans le flux (en secondes) et V la vitesse (en cm/sec) du bec.
13. Si le débit massique du flux 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 tant que 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 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.

FERMETURE ET ÉTIQUETAGE DES ÉCHANTILLONS

15. 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.

PRÉCAUTIONS PENDANT LA PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON

16. La lumière du jour est autant que possible à éviter pendant la préparation des échantillons, car les aflatoxines 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 d'aflatoxines.

HOMOGENÉISATION – BROYAGE

17. Comme la répartition des aflatoxines 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.

18. 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 (annexe I) est proche de zéro. Après broyage, le broyeur doit être nettoyé pour prévenir toute contamination croisée par les aflatoxines.
19. L'utilisation de concasseurs à couteaux verticaux de type broyeur mélangeur qui mélangent et hachent l'échantillon de laboratoire en pâte représente un compromis en termes du coût et de la finesse du hachis ou de la réduction de la taille des particules. Une meilleure homogénéisation (hachis plus fin), comme une bouillie liquide, peut être obtenue au moyen de matériel plus sophistiqué et fournira la variabilité associée à la préparation des échantillons la plus faible.

PRISE D'ESSAI

20. La masse suggérée pour la prise d'essai prélevée dans l'échantillon broyé de laboratoire sera approximativement de 25 g. Si l'échantillon de laboratoire est préparé en utilisant une bouillie liquide, la bouillie doit contenir 25 g de masse de l'échantillon.
21. Les procédures de prélèvement de la prise d'essai de 25 g dans l'échantillon de laboratoire pulvérisé doivent être appliquées de façon aléatoire. Si le mélange a eu lieu pendant ou après le processus de pulvérisation, la prise d'essai de 25 g peut être prélevée dans n'importe quelle partie de l'échantillon de laboratoire. Sinon, la prise d'essai de 25 g doit être obtenue par accumulation de plusieurs petites portions prélevées dans l'ensemble de l'échantillon de laboratoire.

MÉTHODES ANALYTIQUES

22. Il conviendra d'utiliser une approche fondée sur des 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 5. En utilisant cette approche, les laboratoires seraient libres d'utiliser la méthode analytique la plus appropriée à leurs installations.

Tableau 5. Critères relatifs à la méthode pour les aflatoxines totales dans les céréales, en tenant compte d'une proportion 50:50 d'AFB1: AFB2 + AFG1 + AFG2.

Produit de base	Analyte	LM (µg/kg)	LOD (µg/kg)	LOQ (µg/kg)	Précision (%)	Fourchette minimale applicable (µg/kg)	Récupération (%)
Maïs en grains	AF B1 + B2 + G1 + G2	15	≤ 3	≤ 6	≤44	8,4 – 21,6	60-115
	AFB1	-	≤1,5	≤3,0	≤44	4,2 – 10,8	60-115
	AFB2	-	≤0,5	≤ 1	≤44	1,4 – 3,6	40-120
	AFG1	-	≤0,5	≤ 1	≤44	1,4 – 3,6	40-120
	AFG2	-	≤0,5	≤ 1	≤44	1,4 – 3,6	40-120
Farine, semoule et flocons dérivés du maïs; sorgho en grains; aliments à base de céréales pour les nourrissons et les enfants en bas âge, destinés à des programmes d'aide alimentaire	AF B1 + B2 + G1 + G2	≤ 10	≤ 2	≤ 4	≤44	5,6 – 14,4	60-115
	AFB1	-	≤1,0	≤2,0	≤44	2,8 – 7,2	60-115
	AFB2	-	≤0,33	≤0,67	≤44	0,9 – 2,4	40-120
	AFG1	-	≤0,33	≤0,67	≤44	0,9 – 2,4	40-120
	AFG2	-	≤0,33	≤0,67	≤44	0,9 – 2,4	40-120
Riz décortiqué	AF B1 + B2 + G1 + G2	20	≤ 4	≤ 8	≤44	11,2 – 28,8	60-115
	AFB1	-	≤2,0	≤4,0	≤44	5,6 – 14,4	60-115
	AFB2	-	≤0,67	≤1,33	≤44	1,9 – 4,8	60-115
	AFG1	-	≤0,67	≤1,33	≤44	1,9 – 4,8	60-115
	AFG2	-	≤0,67	≤1,33	≤44	1,9 – 4,8	60-115
Riz poli; Aliments à base de céréales pour les nourrissons et les enfants en bas âge	AF B1 + B2 + G1 + G2	5	≤ 1	≤ 2	≤44	2,8 – 7,2	40-120

	AFB1	-	$\leq 0,5$	≤ 1	≤ 44	1,4 – 3,6	40-120
	AFB2	-	$\leq 0,17$	$\leq 0,33$	≤ 44	0,5 – 1,2	40-120
	AFG1	-	$\leq 0,17$	$\leq 0,33$	≤ 44	0,5 – 1,2	40-120
	AFG2	-	$\leq 0,17$	$\leq 0,33$	≤ 44	0,5 – 1,2	40-120

APPENDICE II
RÉSUMÉ DE LA DISCUSSION AU SEIN DU GTE ET
ANALYSE DES DONNÉES/INFORMATIONS FOURNIES EN RÉPONSE À LA LETTRE CIRCULAIRE CL 2022/46-CF
(Pour information)

1. En raison des différences importantes entre les limites de détection (LOD) et de quantification entre les méthodes disponibles pour déterminer la teneur totale en aflatoxines (AFT), la détermination des proportions d'AF B1, B2, G1 et G2 dans les céréales et les produits dérivés des céréales est difficile, notamment lorsqu'il s'agit de comparer les résultats de différentes études et d'essayer de combiner des données pour des aliments similaires.
2. La limite supérieure des niveaux maximums de concentration (UB) a été prise en compte, en supposant que toutes les valeurs des différents congénères signalées à des concentrations inférieures à la limite de quantification soient égales à la limite de quantification (LOQ).
3. En général, les proportions d'AFB1: AFB2: AFG1: AFG2 rapportées par les différents pays et pour les différents produits alimentaires sont très diverses. Cependant, tous les pays ont indiqué une proportion de 50 % ou plus d'AFB1: AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2. Le tableau 1 fournit des informations sur la réponse à la lettre circulaire CL 2022/46-CF concernant les proportions d'AF en prenant en compte trois scénarios différents: 50 %, 80 % et 90 % d'AFB1: AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2.
4. Le Brésil a communiqué des données provenant de 353 échantillons dans lesquels l'AFB1 a été quantifié (LOQ = 0,06 µg/kg), à savoir: riz poli (72 échantillons), riz décortiqué (4), maïs en grains (276) et farine de maïs (1). Le pourcentage de B1 était compris entre 18,4 % et 99,8 %, avec une moyenne de 88,5 % et un écart-type de 13,3 %. Le pourcentage d'échantillons dans lesquels la concentration d'AFB1 était supérieure à 50 % d'AFB1: AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2 était respectivement de 95,8 %, 100 %, 96,4 % et 100 % pour les denrées alimentaires énumérées ci-dessus. Le pourcentage d'échantillons dans lesquels la concentration d'AFB1 était supérieure à 80 % d'AFB1: AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2 était respectivement de 88,9 %, 100 %, 83,7 % et 100 % pour les denrées alimentaires énumérées ci-dessus. La valeur LOQ a été utilisée pour tout congénère dont la quantité n'était pas quantifiable pour la somme de la valeur AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2 .
5. Le Canada a indiqué que dans les études canadiennes sur les aflatoxines dans le maïs en grains, la farine de maïs, la semoule de maïs, le riz (brun) décortiqué, le riz poli (blanc), le sorgho en grains et les céréales pour nourrissons à base de grains, l'AFB1 était l'aflatoxine la plus fréquemment détectée. En revanche, l'AFB2 et l'AFG1 n'étaient détectées qu'occasionnellement, mais lorsqu'elles l'étaient, c'était habituellement en combinaison avec l'AFB1. Alors que de nombreux échantillons ne contenaient que de l'AFB1, les échantillons contenant plusieurs aflatoxines présentaient généralement des concentrations d'aflatoxines totales comprenant plus de 80 % d'AFB1, le reste étant constitué d'AFB2 ou d'une combinaison d'AFB2 et d'AFG1. L'AFG2 n'a pas été détecté.
6. Le Chili a indiqué que sur les centaines d'échantillons analysés, la plupart des résultats qu'ils avaient obtenus étaient inférieurs à la LOQ et qu'il n'était donc pas possible de dégager une tendance concernant la proportion d'AF dans leurs données de surveillance.
7. L'UE a indiqué que seul un nombre limité de données était disponible, dans lesquelles les quatre aflatoxines avaient été quantifiées séparément et où au moins une des quatre aflatoxines avait été quantifiée dans les céréales et les produits céréaliers concernés (280 échantillons). Les données ont été présentées en quatre groupes: maïs en grains (19 échantillons), farine, semoule et flocons dérivés du maïs (46 échantillons), riz décortiqué et riz poli (214 échantillons) et sorgho (1 échantillon). Aucun échantillon d'aliments à base de céréales destinés aux nourrissons et aux enfants en bas âge, dans lequel les quatre aflatoxines avaient été quantifiées séparément, n'était disponible. Le pourcentage d'échantillons dans lesquels la concentration d'AFB1 était supérieure à 50 % d'AFB1: AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2 était respectivement de 63,1 %, 100 %, 96,7 % et 100 % pour ces groupes.
8. Le Japon a indiqué que les données envoyées ont été obtenues à partir des denrées alimentaires importées enfreignant la LM pour les AFT au Japon (33 échantillons de maïs et 7 échantillons de farine/semoule de maïs). Pour ces échantillons, les AFT ont été calculées selon deux méthodes: l'une considérant que $\text{LOQ}=0$ et l'autre que $\text{LOQ}=\text{LOQ}$. Lorsque l'on considère que $\text{LOQ}=\text{LOQ}$ pour les calculs, les AFT peuvent être supérieures à 10 µg/kg. Le pourcentage d'échantillons dans lesquels la concentration d'AFB1 était supérieure à 50 % de l'AFB1: AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2 était respectivement de 90,9 % et 100 %. Si l'on considère que l'AFB1 représente >80 % des AFT, le pourcentage d'échantillons sera respectivement de 60,6 et 71,4 %.
9. La République de Corée a indiqué que, pour le riz poli et le riz brun, seules les aflatoxines AFB1 et AFB2 ont été détectées, soit 100 % ou (>90 %) d'AFB1 et (<10 %) d'AFB2. Pour le maïs, la proportion était AFB1: AFG1 (50 %:50 %). Pour le sorgho les proportions ont été calculées avec la moyenne des échantillons; il semble que l'AFG1 soit dominante quelles que soient les conditions de stockage. Toutefois, il est difficile de trouver une proportion type d'aflatoxines dans le sorgho.

10. L'Arabie saoudite a signalé que le pourcentage d'AFB1 était de 50 % dans le maïs en grains, 60 % dans la semoule et les flocons dérivés du maïs, et de 65,4 % dans le riz décortiqué et le riz poli. Les pourcentages totaux respectifs d'AFB2 étaient de 50, 40 et 35 %. Les pourcentages totaux de G1 et G2 étaient égaux à zéro. Ces informations ont été soumises par la délégation de l'Arabie saoudite, mais les données brutes n'ont pas été communiquées, de sorte que les informations figurant dans le tableau 1 ne sont pas décrites.
11. Les États-Unis d'Amérique (USA) ont fourni des informations sur deux ensembles de données. Pour un ensemble de 10 échantillons de produits alimentaires destinés à la consommation humaine (maïs en grains et produits de maïs moulu) naturellement contaminés et contenant des aflatoxines totales ≥ 10 ppb, la proportion d'AFB1:AFB2:AFG1:AFG2 était de 15,5:1:0,349:0,158. Le pourcentage de B1 était compris entre 84,7 % et 95 %, avec une moyenne de 90,7 % et un écart-type de 2,95 %. Pour un ensemble de 155 échantillons de maïs en grains naturellement contaminés, la proportion d'AFB1:AFB2:AFG1:AFG2 était de 16:1:0,013:0,044. Le pourcentage de B1 était compris entre 84,1 % et 100 %, avec une moyenne de 93,8 % et un écart-type de 2,84 %. Des contributions de 90 % ou plus d'AFB1 ont été signalées pour 93 % et 70 %, respectivement, du maïs en grains et des produits à base de maïs moulu.
12. Les données reçues montrent que l'AFB1 est l'aflatoxine la plus fréquemment présente dans les échantillons contaminés et, selon le rapport du JECFA¹, la plupart des données toxicologiques disponibles se rapportent à l'AFB1, la puissance relative attribuée à ces congénères étant: AFB1 > AFG1 >> (AFB2, AFG2). Les données soumises par les pays sont résumées dans le tableau 1.

Tableau 1: Pourcentage d'échantillons présentant des concentrations d'AFB1 supérieures à 50 %, 80 % et 90 % d'AFB1: AFB2 + AFG1 + AFG2 (concentration d'AFB1 > % AFT).

Pays Produit de base (n)	Concentration d'AFB1 > 50 % des AFT % Échantillons (n)	Concentration d'AFB1 > 80 % des AFT % Échantillons (n)	Concentration d'AFB1 > 90 % des AFT % Échantillons (n)
Japon			
Maïs en grains (33)	90,9 (30)	60,6 (20)	3,0 (1)
Farine/semoule de maïs (7)	100 (7)	71,4 (5)	14,3 (1)
Brésil			
Riz poli (72)	95,8 (69)	88,9 (64)	56,9 (41)
Riz décortiqué (4)	100 (4)	100 (4)	75,0 (3)
Maïs en grains (276)	96,4 (266)	83,7 (231)	68,5 (189)
Produits à base de maïs (1)	100 (1)	100 (1)	100 (1)
États-Unis			
Maïs en grains et produits à base de maïs (10)	100 (10)	100 (10)	*(*)
Maïs en grains (155)	100 (155)	100 (155)	*(*)
Arabie saoudite			
Maïs en grains (*)	100 (*)	*(*)	*(*)
Produits à base de maïs (*)	100 (*)	*(*)	*(*)
Riz, poli/décortiqué (*)	100 (*)	*(*)	*(*)
République de Corée			
Riz poli (*)	100 (*)	*(*)	*(*)
Riz décortiqué (*)	100 (*)	*(*)	*(*)
Maïs (*)	100 (*)	*(*)	*(*)
UE			
Maïs en grains (19)	63 (12)	*(*)	*(*)
Farine/semoule de maïs (45)	100 (45)	*(*)	*(*)

¹ Série « Additifs alimentaires » de l'OMS, n° 74; Monographies FAO JECFA 19 bis Évaluation de certains contaminants alimentaires: préparée par la quatre-vingt-troisième réunion du Comité mixte FAO/OMS d'experts des additifs alimentaires (JEFA). ISBN 978-92-4-166074-7

Riz, poli/décortiqué (213)	97 (206)	*(*)	*(*)
Sorgho (1)	100 (1)		

(*) non communiqué

13. Les données fournies par plusieurs délégations ont montré que l'AFB1 est l'aflatoxine la plus fréquente dans les céréales et les produits à base de céréales. Différents scénarios d'occurrence de la proportion d'AFB1 ont été présentés afin de trouver la meilleure façon de proposer les critères de performance des méthodes, compte tenu du fait que les limites maximales ont été établies pour les aflatoxines totales. Par exemple, si le scénario de la proportion 90:10 a été sélectionnée pour une LM de 15 µg/kg, les critères de performance de la méthode devraient atteindre une LOQ de ≤ 5,4 µg/kg pour l'AFB1. D'autre part, si le scénario 50:50 était adopté pour la même LM, une LOQ de ≤ 3,0 µg/kg pour la méthode devrait pouvoir être obtenue pour l'AFB1. Compte tenu de ces informations et de la toxicité élevée de l'AFB1, il semble judicieux d'adopter des proportions plus faibles de la proportion d'AFB1 par rapport à la somme des AFT. En outre, un taux de proportion inférieur, tel que 50:50, rendrait les méthodes d'analyse réalisables, puisqu'elles ne pousseraient pas les LOQ de l'AFB2, de l'AFG1 et de l'AFG2 à un niveau irréalisable pour la plupart des pays.
14. Vous trouverez ci-dessous trois scénarios différents²: proportion 50:50, 80:20 et 90:10 d'AFB1: AFB2 + AFG1 + AFG2. Compte tenu de la discussion sur le paragraphe 16, le CCCF est invité à examiner le scénario 1.

a) Maïs en grains:

Scénario 1: Proportion 50:50 d'AFB1: AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2

Analyte	LM (µg/kg)	LOD (µg/kg)	LOQ (µg/kg)	Précision (%)	Fourchette minimale applicable (µg/kg)	Récupération (%)
AF B1 + B2 + G1 + G2	15	≤ 3	≤ 6	≤44	8,4 – 21,6	60-115
AFB1	-	≤1,5	≤3,0	≤44	4,2 – 10,8	60-115
AFB2	-	≤0,5	≤ 1	≤44	1,4 – 3,6	40-120
AFG1	-	≤0,5	≤ 1	≤44	1,4 – 3,6	40-120
AFG2	-	≤0,5	≤ 1	≤44	1,4 – 3,6	40-120

Scénario 2: Proportion 80:20 d'AFB1: AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2

Analyte	LM (µg/kg)	LOD (µg/kg)	LOQ (µg/kg)	Précision (%)	Fourchette minimale applicable (µg/kg)	Récupération (%)
AF B1 + B2 + G1 + G2	15	≤ 3	≤ 6	≤44	8,4 – 21,6	60-115
AFB1	-	≤2,4	≤4,8	≤44	4,2 – 10,8	60-115
AFB2	-	≤0,2	≤0,4	≤44	1,4 – 3,6	40-120
AFG1	-	≤0,2	≤0,4	≤44	1,4 – 3,6	40-120
AFG2	-	≤0,2	≤0,4	≤44	1,4 – 3,6	40-120

Scénario 3: Proportion 90:10 d'AFB1: AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2

Analyte	LM (µg/kg)	LOD (µg/kg)	LOQ (µg/kg)	Précision (%)	Fourchette minimale applicable (µg/kg)	Récupération (%)
AF B1 + B2 + G1 + G2	15	≤ 3	≤ 6	≤44	8,4 – 21,6	60-115
AFB1	-	≤2,7	≤5,4	≤44	4,2 – 10,8	60-115
AFB2	-	≤ 0,1	≤0,2	≤44	1,4 – 3,6	40-120
AFG1	-	≤ 0,1	≤0,2	≤44	1,4 – 3,6	40-120

² Les LM sont déjà approuvées par le CCCF, en tenant compte des Lignes directrices pour l'établissement de valeurs numériques pour les critères de performance des méthodes décrites dans le Manuel de procédure de la Commission du Codex Alimentarius.

AFG2	-	≤ 0,1	≤ 0,2	≤ 44	1,4 – 3,6	40-120
------	---	-------	-------	------	-----------	--------

- b) Farine, semoule et flocons dérivés du maïs; sorgho en grains; aliments à base de céréales pour les nourrissons et les enfants en bas âge, destinés à des programmes d'aide alimentaire

Scénario 1: Proportion 50:50 d'AFB1: AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2

Analyte	LM (µg/kg)	LOD (µg/kg)	LOQ (µg/kg)	Précision (%)	Fourchette minimale applicable (µg/kg)	Récupération (%)
AF B1 + B2 + G1 + G2	≤ 10	≤ 2	≤ 4	≤ 44	5,6 – 14,4	60-115
AFB1	-	≤ 1,0	≤ 2,0	≤ 44	2,8 – 7,2	60-115
AFB2	-	≤ 0,33	≤ 0,67	≤ 44	0,9 – 2,4	40-120
AFG1	-	≤ 0,33	≤ 0,67	≤ 44	0,9 – 2,4	40-120
AFG2	-	≤ 0,33	≤ 0,67	≤ 44	0,9 – 2,4	40-120

Scénario 2: Proportion 80:20 d'AFB1: AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2

Analyte	LM (µg/kg)	LOD (µg/kg)	LOQ (µg/kg)	Précision (%)	Fourchette minimale applicable (µg/kg)	Récupération (%)
AF B1 + B2 + G1 + G2	10	≤ 2	≤ 4	≤ 44	5,6 – 14,4	60-115
AFB1	-	≤ 1,6	≤ 3,2	≤ 44	2,8 – 7,2	40-120
AFB2	-	≤ 0,13	≤ 0,27	≤ 44	0,9 – 2,4	40-120
AFG1	-	≤ 0,13	≤ 0,27	≤ 44	0,9 – 2,4	40-120
AFG2	-	≤ 0,13	≤ 0,27	≤ 44	0,9 – 2,4	40-120

Scénario 3: Proportion 90:10 d'AFB1: AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2

Analyte	LM (µg/kg)	LOD (µg/kg)	LOQ (µg/kg)	Précision (%)	Fourchette minimale applicable (µg/kg)	Récupération (%)
AF B1 + B2 + G1 + G2	10	≤ 2	≤ 4	≤ 44	5,6 – 14,4	60-115
AFB1	-	≤ 1,8	≤ 3,6	≤ 44	2,8 – 7,2	40-120
AFB2	-	≤ 0,07	≤ 0,13	≤ 44	0,9 – 2,4	40-120
AFG1	-	≤ 0,07	≤ 0,13	≤ 44	0,9 – 2,4	40-120
AFG2	-	≤ 0,07	≤ 0,13	≤ 44	0,9 – 2,4	40-120

- c) Riz décortiqué

Scénario 1: Proportion 50:50 d'AFB1: AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2

Analyte	LM (µg/kg)	LOD (µg/kg)	LOQ (µg/kg)	Précision (%)	Fourchette minimale applicable (µg/kg)	Récupération (%)
AF B1 + B2 + G1 + G2	20	≤ 4	≤ 8	≤ 44	11,2 – 28,8	60-115
AFB1	-	≤ 2,0	≤ 4,0	≤ 44	5,6 – 14,4	60-115
AFB2	-	≤ 0,67	≤ 1,33	≤ 44	1,9 – 4,8	60-115
AFG1	-	≤ 0,67	≤ 1,33	≤ 44	1,9 – 4,8	60-115
AFG2	-	≤ 0,67	≤ 1,33	≤ 44	1,9 – 4,8	60-115

Scénario 2: Proportion 80:20 d'AFB1: AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2

Analyte	LM (µg/kg)	LOD (µg/kg)	LOQ (µg/kg)	Précision (%)	Fourchette minimale applicable (µg/kg)	Récupération (%)
---------	------------	-------------	-------------	---------------	--	------------------

						(%)
AF B1 + B2 + G1 + G2	20	≤ 4	≤ 8	≤44	11,2 – 28,8	60-115
AFB1	-	≤3,2	≤6,4	≤44	5,6 – 14,4	60-115
AFB2	-	≤0,27	≤0,53	≤44	1,9 – 4,8	60-115
AFG1	-	≤0,27	≤0,53	≤44	1,9 – 4,8	60-115
AFG2	-	≤0,27	≤0,53	≤44	1,9 – 4,8	60-115

Scénario 3: Proportion 90:10 d'AFB1: AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2

Analyte	LM (µg/kg)	LOD (µg/kg)	LOQ (µg/kg)	Précision (%)	Fourchette minimale applicable (µg/kg)	Récupération (%)
AF B1 + B2 + G1 + G2	20	≤ 4	≤ 8	≤44	11,2 – 28,8	60-115
AFB1	-	≤3,6	≤7,2	≤44	5,6 – 14,4	60-115
AFB2	-	≤0,13	≤0,27	≤44	1,9 – 4,8	60-115
AFG1	-	≤0,13	≤0,27	≤44	1,9 – 4,8	60-115
AFG2	-	≤0,13	≤0,27	≤44	1,9 – 4,8	60-115

d) Riz poli et aliments à base de céréales pour les nourrissons et les enfants en bas âge

Scénario 1: Proportion 50:50 d'AFB1: AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2

Analyte	LM (µg/kg)	LOD (µg/kg)	LOQ (µg/kg)	Précision (%)	Fourchette minimale applicable (µg/kg)	Récupération (%)
AF B1 + B2 + G1 + G2	5	≤ 1	≤ 2	≤44	2,8 – 7,2	40-120
AFB1	-	≤0,5	≤ 1	≤44	1,4 – 3,6	40-120
AFB2	-	≤0,17	≤0,33	≤44	0,5 – 1,2	40-120
AFG1	-	≤0,17	≤0,33	≤44	0,5 – 1,2	40-120
AFG2	-	≤0,17	≤0,33	≤44	0,5 – 1,2	40-120

Scénario 2: Proportion 80:20 d'AFB1: AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2

Analyte	LM (µg/kg)	LOD (µg/kg)	LOQ (µg/kg)	Précision (%)	Fourchette minimale applicable (µg/kg)	Récupération (%)
AF B1 + B2 + G1 + G2	5	≤ 1	≤ 2	≤44	2,8 – 7,2	40-120
AFB1	-	≤0,8	≤1,6	≤44	1,4 – 3,6	40-120
AFB2	-	≤0,07	≤0,13	≤44	0,5 – 1,2	40-120
AFG1	-	≤0,07	≤0,13	≤44	0,5 – 1,2	40-120
AFG2	-	≤0,07	≤0,13	≤44	0,5 – 1,2	40-120

Scénario 3: Proportion 90:10 d'AFB1: AFB1 + AFB2 + AFG1 + AFG2

Analyte	LM (µg/kg)	LOD (µg/kg)	LOQ (µg/kg)	Précision (%)	Fourchette minimale applicable (µg/kg)	Récupération (%)
AF B1 + B2 + G1 + G2	5	≤1	≤2	≤44	2,8 – 7,2	40-120
AFB1	-	≤0,9	≤1,8	≤44	1,4 – 3,6	40-120
AFB2	-	≤0,03	≤0,07	≤44	0,5 – 1,2	40-120
AFG1	-	≤0,03	≤0,07	≤44	0,5 – 1,2	40-120
AFG2	-	≤0,03	≤0,07	≤ 44	0,5 – 1,2	40-120

PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE

15. Il n'a pas été jugé opportun d'aligner directement les plans d'échantillonnage pour les aflatoxines dans les céréales et les produits à base de céréales sur ceux pour le DON et les fumonisines. La répartition des aflatoxines dans les céréales et les produits à base de céréales peut entraîner une plus grande hétérogénéité et donc une erreur de mesure par rapport à ces autres mycotoxines. Sur la base des scénarios modélisés à partir de l'Outil d'échantillonnage de la FAO pour les mycotoxines³, la variabilité totale par rapport aux LM applicables du Codex est nettement plus importante pour les aflatoxines que pour le DON et les fumonisines. Le tableau 2 présente une comparaison entre différents scénarios de plans d'échantillonnage pour le DON, les fumonisines et les aflatoxines dans le maïs en grains, en fonction de la teneur maximale établie à l'aide de l'Outil d'échantillonnage de la FAO pour les mycotoxines.

³ <http://tools.fstools.org/mycotoxins/> - version 1.1.

Tableau 2: Paramètres d'entrée de l'Outil d'échantillonnage de la FAO pour les mycotoxines et données de sortie générées en utilisant différentes tailles d'échantillons de laboratoire pour le DON, les fumonisines et les aflatoxines dans le maïs/« maïs décortiqué ».

Paramètres du plan d'échantillonnage ¹	DON					Fumonisines					Aflatoxines				
LM du Codex/« Limite réglementaire »	2 mg/kg					4 mg/kg					15 µg/kg				
Taille de l'échantillon de laboratoire (Kg)	1	5	5	10	10	1	5	5	10	10	1	5	5	10	10
Taille de la prise d'essai (g)	25	25	50	25	50	25	25	50	25	50	25	25	50	25	50
Résultat de l'Outil d'échantillonnage de la FAO pour les mycotoxines²															
Variabilité associée à l'échantillonnage	0,77	0,15	0,15	0,08	0,08	0,42	0,08	0,08	0,04	0,04	182	36	36	18	18
Variabilité associée à la préparation de l'échantillon	0,09	0,09	0,04	0,09	0,04	0,10	0,10	0,05	0,10	0,05	78	78	39	78	39
Variabilité associée à l'analyse	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,21	0,21	0,21	0,21	0,21	6,6	6,6	6,6	6,6	6,6
Variabilité totale par rapport à la LM du Codex/« Limite réglementaire »	0,88	0,26	0,21	0,19	0,14	0,73	0,39	0,34	0,35	0,30	267	121	82	103	64
Probabilité de déclarer à tort un lot « conforme » à la LM ³	59	55	55	54	54	54	53	53	53	53	64	60	58	59	57
Autres paramètres															
Erreur totale ⁴ au niveau de la LM du Codex/« Limite réglementaire »	0,94	0,51	0,46	0,44	0,37	0,85	0,62	0,58	0,59	0,55	16	11	9,1	10	8,0

¹Parmi les paramètres couramment introduits dans [l'Outil d'échantillonnage de la FAO pour les mycotoxines](#), on trouve: nombre de grains de 3000 par kg; type de variabilité analytique « entre laboratoires »; nombre d'échantillons de laboratoire de 1, nombre d'aliquotes de 1.

²La variabilité associée à l'échantillonnage, la variabilité associée à la préparation de l'échantillon, la variabilité associée à l'analyse et la variabilité totale (la somme des variabilités dues à l'échantillonnage, à la préparation de l'échantillon et à l'analyse) sont générées par l'Outil d'échantillonnage de la FAO pour les mycotoxines et peuvent être visualisées sous l'onglet « Résultats du tableau ». La variabilité totale fait référence à la variabilité relative à la « limite réglementaire » introduite par l'utilisateur dans l'Outil.

La probabilité de considérer à tort qu'un lot est « conforme » à une LM consiste à accepter « à tort » un lot/une expédition/une cargaison de maïs dont la concentration réelle est supérieure à la LM du Codex/la « limite réglementaire » introduite par l'utilisateur dans l'Outil; cela peut constituer un risque potentiel pour la santé dans le cas de LM basées sur la santé. La probabilité de rejeter « à tort » une expédition/un lot/une cargaison présentant une réelle concentration, qui est inférieure « Limite réglementaire » introduite par l'utilisateur dans l'Outil peut être calculée (100-Probabilité d'accepter un lot « à tort »); cela peut constituer un risque économique.

⁴Une erreur totale est la racine carrée de la variabilité totale par rapport à la LM du Codex/« Limite réglementaire ».

16. Il est possible d'observer que la variabilité totale du DON et des fumonisines est beaucoup plus faible que celle des aflatoxines. Cela peut s'expliquer en partie par le fait que leur LM est beaucoup plus élevée que celle des aflatoxines (1000 x plus élevée). En outre, il est important de souligner que les aflatoxines ne sont pas réparties de manière homogène dans les lots, ce qui fait du processus d'échantillonnage une source importante de variabilité.
17. En observant les données du tableau 2, on constate que les différences de variabilité entre les aflatoxines, les fumonisines et le DON sont considérables. Cette même différence n'est pas observée lors de l'évaluation de la possibilité de rejeter un lot. La possibilité d'une mauvaise classification des lots suivant différents scénarios varie de 57 à 60 % pour les aflatoxines, de 53 à 54 % pour les fumonisines et de 54 à 59 % pour le DON.
18. En utilisant l'Outil d'échantillonnage de la FAO pour les mycotoxines, différents scénarios ont été simulés avec des tailles d'échantillons de laboratoire de 1, 5, 10 et 30 kg et des tailles de prises d'essai de 25 et 50 g pour tester le plan d'échantillonnage du maïs en grains, comme le montre la figure 1.

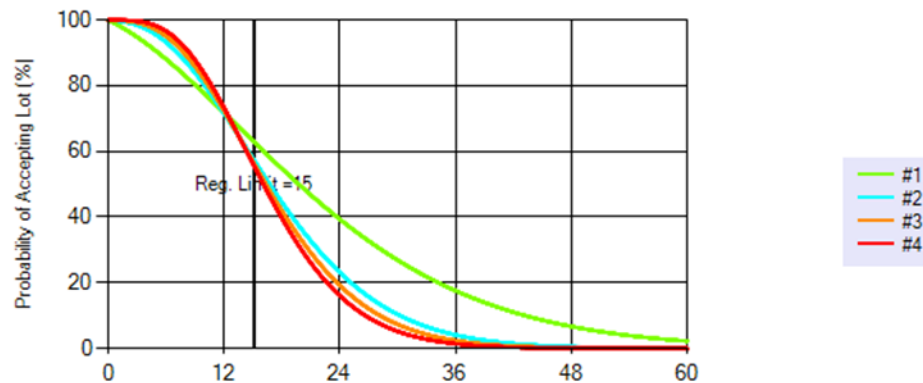


Figure 1: Probabilité d'accepter un lot de maïs décortiqué (%) pour différentes masses d'échantillons de laboratoire, avec une prise d'essai de 50 g et une limite d'acceptation/de rejet de 15 µg/kg.* Taille de l'échantillon de laboratoire: #1 = 1kg, #2 = 5 kg, #3 = 10 kg et #4 = 30 kg

19. Il a été observé qu'en utilisant 1 kg comme échantillon de laboratoire, le comportement était très différent de celui des autres tailles d'échantillon. Il a également été observé qu'en utilisant 30 kg comme échantillon de laboratoire, le comportement était très similaire de celui d'un échantillon de 10 kg. Pour ces raisons, ces options n'ont pas été considérées comme adéquates. Une autre simulation a été effectuée en tenant compte de différentes tailles de prises d'essai de 25 g et 50 g, comme le montre la figure 2.

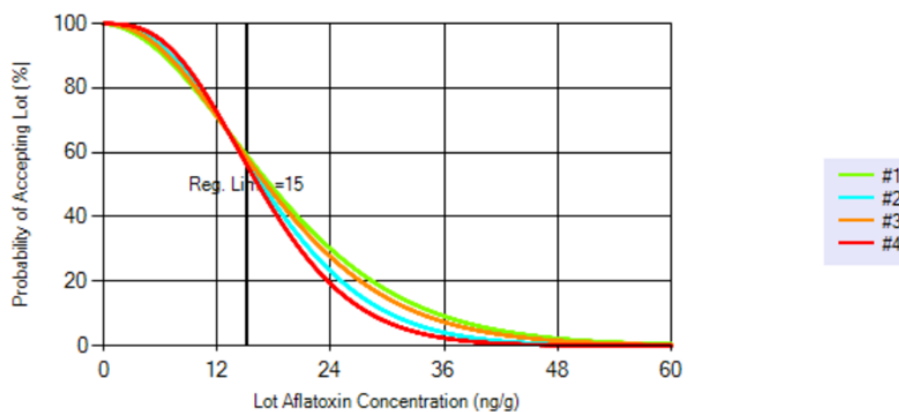


Figure 2: Probabilité d'accepter un lot de maïs décortiqué (%) en prenant en compte des masses d'échantillons de laboratoire de 5 et 10 kg, et des prises d'essai de 25 g ou 50 g. Limite d'acceptation/de rejet de 15 µg/kg. * Taille de l'échantillon de laboratoire: #1 = 5 kg, #2 = 5 kg, #3 = 10 kg et #4 = 10 kg; Prise d'essai: #1 = 25 g, #2 = 50 g, #3 = 25 g et #4 = 50 g.

20. La figure 2 montre que pour les niveaux de contamination inférieurs à la LM établie par le CCCF et supérieurs à 48 µg/kg, les plans d'échantillonnage ont donné des résultats similaires. Dans le cas contraire, pour les lots dont les niveaux de contamination se situent entre 15 et 48 µg/kg, l'OC #4 (10 kg pour le poids de l'échantillon de laboratoire et 50 g pour la prise d'essai) est celui qui présente la plus faible probabilité de classification erronée du lot. Compte

tenu de l'applicabilité et du coût de l'analyse, il semble judicieux d'accepter l'OC # 1 (5 kg pour le poids de l'échantillon de laboratoire et 25 g pour le poids de la prise d'essai).

APPENDIX III
Comments received in reply to CL 2022/46-CF
(For information)
Original Language Only

GENERAL AND SPECIFIC COMMENTS**MEMBER/OBSERVER - COMMENT****Canada**

Canada considered surveys of aflatoxins in corn (maize) grain, corn flour, corn meal, husked (brown) rice, polished (white) rice, sorghum grain and grain-based infant cereals conducted by a variety of Canadian government departments and agencies in an effort to provide information on the ratios of aflatoxin (AF) B1, B2, G1 and G2 in these commodities. Both within (i.e. for the four AFs) and between these Canadian surveys, varying analytical limits of detection (LODs) and quantification (LOQs) are reported. For example, the LODs (or LOQs in cases where no LODs were available) within some surveys differ by 10-fold (e.g. 0.01 to 1.0 ng/g) and between surveys by up to 1000-fold (i.e. 0.002 to 4.0 ng/g). These differences make determining the ratios of AF B1, B2, G1 and G2 in cereals and cereal-derived products challenging, particularly when comparisons are made between studies and when attempting to combine data for similar foods from several studies.

In general, in the various Canadian surveys for the food commodities noted above, AFB1 was the most often detected, while AFB2 and AFG1 were only occasionally detected but when they were, they usually co-occurred with AFB1. However, the positive detection rate of AFB1 depended on the LOD of the specific survey, ranging from 0.2% in surveys with higher LODs to 58% in surveys with the lowest LODs. While there were many samples in which AFB1 only was detected, those samples containing several aflatoxins typically had total aflatoxin concentrations comprised of over 80% AFB1 with the remainder being AFB2 or a combination of AFB2 and AFG1. AFG2 was not detected in the Canadian data described above, but this may be a result of the higher relative LOD reported for AFG2 compared to the other three AFs in some of these surveys.

Canada has submitted data from Canadian surveys conducted within the past 10 years to the Global Environmental Monitoring System (GEMS/Food) database, as per the instructions in past Codex Calls for Data. The LODs (and LOQs when LODs were not available) of these Canadian surveys range from 0.06 ng/g to 4.0 ng/g depending on the survey, year and analyte. Canada notes that surveys with higher LODs (or LOQs) may be of limited use in establishing quantitative ratios between the four aflatoxins. It may therefore be helpful for the EWG to decide upon a maximum LOD (or LOQ, as required) above which data would not be included in the determination of aflatoxin ratios in the cereal grains under consideration. If additional guidance is provided by the electronic working group (EWG) in this regard, Canada could, upon request, support the EWG Chair in determining the AF ratios based on Canadian monitoring data.

In addition to the Canadian data in the GEMS/Food database, Canada has two somewhat older surveys of cereal-based foods which may provide useful information. While these surveys fall outside the period of the past 10 years typically requested in the Codex Calls for Data, they employed an LOD of 0.002 ng/g and thus may be of greater use in establishing aflatoxin ratios. The first survey measured AF B1, B2, G1 and G2 in cereal-based foods for infants and young children (Tam et al. 2006), while the second includes measurements of aflatoxins B1 and B2 in a variety of types of rice, including both husked and polished rice (Health Canada, unpublished data). If these data are of interest to the EWG Chair, Canada could provide the raw data from these surveys or a summary of aflatoxin ratios in the relevant foods to the EWG Chair, upon request.

Canadian Government References (raw data available upon request to the Canadian delegation to CCCF)

Tam J, Mankotia M, Mably M, Pantazopoulos P, Neil RJ, Calway P and Scott PM. 2006. Survey of breakfast and infant cereals for aflatoxins B1, B2, G1 and G2. Food Additives and Contaminants 23(7): 693-699.

MEMBER/OBSERVER - COMMENT

Other references that may provide information in aflatoxin distribution in cereal grains

Bullerman, LB and Bianchini, A. 2007. Stability of mycotoxins during food processing. *International J. Food Microbiology*. 119: 140-146.

Castells M, Ramos A, Sanchis V and Marin S. 2007. Distribution of total aflatoxins in milled fractions of hulled rice. *J. Agric. Food Chem.* 55: 2760-2764.

Schaarschmidt, S and Fauhl-Hassek, C. 2019. Mycotoxins during the Processes of Nixtamalization and Tortilla Production. *Toxins*. 11.

The pre-CCCF15 virtual working group (VWG) recommended to CCCF15 (CF15/CRD9 and REP22/15CF, para. 153) to “consider harmonizing the sampling plans for maize grain and flour, meal, semolina and flakes derived from maize with the sampling plan for DON and fumonisins and the sampling plan for cereal-based food for infants and young children with the sampling plan for DON in cereal-based foods for infants and young children, when appropriate.”

Canada does not consider it appropriate to directly align sampling plans for aflatoxins in cereals and cereal-derived products with those for DON and fumonisins. DON and fumonisins are predominantly formed in the field during plant development, whereas aflatoxin is produced during plant development and storage. Canada supports the points noted in REP22/15CF, para. 152, that sampling plans for total aflatoxins should be adjusted, as needed, in order to take into consideration the unique quality of aflatoxins to be produced both in the field and during storage, which results in a higher degree of heterogeneity and therefore measurement error relative to the other mycotoxins.

Using the online FAO Mycotoxin Sampling Tool (<http://tools.fstools.org/mycotoxins/> - version 1.1.) ('the Tool'), Canada has demonstrated the impacts on the variance and likelihood of misclassifying consignments of maize in relation to the Codex ML for each DON, fumonisins and aflatoxins when different input values are used for the masses of the laboratory sample (1 to 10 kg) and test portion (25 to 50 g) relative to the values of these parameters in the existing sampling plan for DON in maize and other cereal grains (≥ 1 kg and 25 g, respectively) (GSCTFF, 2019; page 34). This type of analysis is possible as sampling and other experimentally-derived variance data for fumonisins, DON and aflatoxins in shelled maize are incorporated into the Tool.

The information generated by the Tool indicates that it is not appropriate to harmonize the sampling plans for maize grain and maize-derived products with the sampling plan for DON and fumonisins. The output from the FAO Mycotoxin Sampling Tool includes tables and figures that Canada has emailed to the Codex Secretariat. This information shows that for all three sets of modelled scenarios, the total variance and total error in relation to the applicable Codex ML is notably greater for aflatoxins compared to DON and fumonisins. The total error at the respective MLs ranged from 53-109% for aflatoxins, 19-41% for DON, and 14-21% for fumonisins.

Furthermore, the variance estimates produced by the Tool also indicate the relative contributions of sampling, sample preparation, and the analytical test methods on the total variance of the mycotoxin test procedure. The results demonstrate that the most efficient way to minimize variance and the likelihood of misclassifying compliance with the ML for aflatoxins in maize is to increase the size of the laboratory sample relative to those recommended in the existing sampling plans for DON and fumonisins. Additional improvements can be made by increasing the test portion size. This approach:

- i) focuses on the parameters, that is sampling and sample preparation, that contribute most significantly to the total variance (Whitaker and Dickens, 1979; Whitaker et al., 2010;
- ii) is less resource intensive than increasing the number of laboratory samples; and
- iii) has been used for other mycotoxin-food commodity combinations (Broggi et al., 2007; Kumphanda et al., 2019; Pitt et al., 2018; Tittlemier et al., 2013; United States Department of Agriculture, 2022).

It should be noted that increasing the degree of comminution of the laboratory sample also reduces variance, but the degree of comminution is not incorporated into the Tool as a user-defined parameter.

MEMBER/OBSERVER - COMMENT

Canada recommends that CCCF determine the acceptable degree of total error and target likelihood of misclassifying a consignment relative to an existing Codex ML and consider targeting the same values in each Codex sampling plan for mycotoxins in cereal grains and cereal-derived foods. If CCCF agreed that XX% total error is acceptable, then the recommended laboratory sample size would be expected to vary between sampling plans for different mycotoxin-cereal grain (or cereal grain-based foods) combinations.

References Cited:

Broggi, L.E., Pacin, A.M., Gasparovic, A., Sacchi, C., Rothermel, A., Gallay, A. and Resnik, S., 2007. Natural occurrence of aflatoxins, deoxynivalenol, fumonisins and zearalenone in maize from Entre Rios Province, Argentina. *Mycotoxin Research* 23: 59-64.

Kumphanda, J., Matumba, L., Whitaker, T.B., Kasapila, W. and Sandahl, J., 2019. Maize meal slurry mixing: an economical recipe for precise aflatoxin quantitation. *World Mycotoxin Journal* 12: 203-212.

Pitt, J.I., Boesch, C., Whitaker, T.B. and Clarke, R., 2018. A systematic approach to monitoring high preharvest aflatoxin levels in maize and peanuts in Africa and Asia. *World Mycotoxin Journal* 11: 485-491.

Tittlemier, S.A., Gaba, D. and Chan, J.M., 2013. Monitoring of *Fusarium Trichothecenes* in Canadian Cereal Grain Shipments from 2010 to 2012. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 61: 7412-7418.

United States Department of Agriculture, 2022. Mycotoxin Test Kit Evaluation. Available at: <https://www.ams.usda.gov/services/fgis/standardization/tke> Accessed June 27, 2022.

Whitaker, T.B. and Dickens, J.W., 1979. Variability associated with testing corn for aflatoxin. *Journal of the American Oil Chemists' Society* 56: 789-794.

Whitaker, T.B., Slate, A.B., Doko, M.B., Maestroni, B.M. and Cannavan, A., 2010. *Sampling Procedures to Detect Mycotoxins in Agricultural Commodities*. Springer.

Chile

Chile agradece la oportunidad de presentar observaciones sobre los planes de muestreo para el total de aflatoxinas en cereales y productos a base de cereales, incluidos alimentos para lactantes y niños pequeños.

Al respecto, Chile quisiera comentar lo siguiente:

- Chile ha realizado varios cientos de análisis para determinar la presencia de aflatoxinas totales en alimentos como los considerados en esta carta circular a lo largo de una década, no obstante lo anterior, la mayor parte de nuestros resultados arrojan resultados inferiores al límite de cuantificación del método usado, por lo que no nos es posible construir una tendencia en relación al ratio entre las aflatoxinas, a partir de nuestra vigilancia.
- Dicho lo anterior, quisiéramos compartir lo indicado por el artículo de Sulyok et.al. "Uncommon occurrence ratios of aflatoxin B1, B2, G1 and G2 in maize and groundnuts from Malawi", publicado en *Mycotoxin Research* en septiembre del 2014, donde se indica que, se han reportado a modo general diferentes ratios de ocurrencia de las cuatro aflatoxinas, y que todos coinciden en que la concentración de AFB1 por lo general, supera la mitad de la suma de las aflatoxinas y que AFB2 y AFG2 se encuentran en las concentraciones más bajas.
- El artículo citado también indica que, la proporción de las concentraciones de aflatoxinas B y G estarían muy influenciadas por los ciclos de temperatura, lo que podría implicar que los ratio de concentración de AFB y AFG pudieran ser dependientes de la región, no obstante no dispone de datos de ocurrencia en este aspecto.

MEMBER/OBSERVER - COMMENT**European Union*****European Union Competence - European Union Vote***

The European Union (EU) wishes to provide following information and comments in reply to the CL 2022/46-CF

A) Information /data on the typical ratio of the four aflatoxins in naturally contaminated samples of maize grain; flour, meal, semolina and flakes derived from maize, husked rice, polished rice and sorghum grain and cereal-based foods for infants and young children.

The EU has only limited data available in which all four aflatoxins have been quantified separately and where at least one of the four aflatoxins has been quantified in relevant cereals and cereal products (280 samples). The data are presented in four groups: maize grain (19 samples), flour, meal, semolina and flakes derived from maize (46 samples), husked rice and polished rice (214 samples) and sorghum (1sample). No samples of cereal based for infants and young children are available in which all four aflatoxins were quantified separately.

Table 1: maize grain (19 samples)

	No of samples > LOQ	Range of ratio sum/AFsingle	Comments (details on the range of ratio)
AFB1	19	1.0 – 4.0	5 with ratio 1.0, 3 with ratio 1.1, 1 with ratio 1.2, 3 with ratio 1.7, 2 with ratio 2.8, 2 with ratio 3.0, and 1 with ratio 4.0
AFB2	12	2.5 - 21	3 with ratio 2.5, 1 with ratio 4.0, 2 with ratio 4.5, 2 with ratio 4.6, 1 with ratio 6.3, 1 with ratio 8.1, 1 with ration 18.0 and 1 with ratio 21.0
AFG1	5	4.0 - 4.6	1 with ratio 4.0, 2 with ratio 4.5, 2 with ratio 4.6
AFG2	5	4.0 - 4.6	1 with ratio 4.0, 2 with ratio 4.5, 2 with ratio 4.6

Table 2: flour, meal, semolina and flakes derived from maize (46 samples)

	No of samples > LOQ	Range of ratio sum/AFsingle	Comments (details on the range of ratio)
AFB1	45	1.0 – 2.0	37 with ratio 1.0, 5 with ratio 1.1, 1 with ratio 1.2, 1 with ratio 1.3 and 1 with ratio 2.0
AFB2	6	8.4 – 19.0	1 with ratio 8.4, 1 with ratio 13.7, 1 with ratio 14.0, 1 with ratio 14.6, 1 with ratio 15.2 and 1 with ratio 19.0
AFG1	6	1.0 – 35.1	1 with ratio 1.0, 1 with ratio 2.3, 1 with ratio 9.8, 1 with ratio 13.7, 1 with ratio 19.7 and 1 with ratio 35.1
AFG2	0	--	

MEMBER/OBSERVER - COMMENT**Table 3: husked rice and polished rice (214 samples)**

	No of samples > LOQ	Range of ratio sum/AFsingle	Comments (details on the range of ratio)
AFB1	213	1.0 – 4.0	120 with ratio 1.0, 59 with ratio 1.1, 2 with ratio 1.2, 3 with ratio 1.3, 2 with ratio 1.4, 3 with ratio 1.5, 2 with ratio 1.6, 1 with ratio 1.7, 14 with ratio 2.0, 1 with ratio 2.2, 1 with ratio 2.5, 1 with ratio 3.8 and 4 with ratio 4.0
AFB2	85	2.0 – 17.7	14 with ratio 2.0, 5 with a ratio between 2 - 3, 4 with a ratio 4.0, 14 with a ratio between 4.5 - 10, 40 with a ratio between 10 - 15 and 8 with a ration between 15 and 17.7
AFG1	9	1.4 – 43.7	1 with ratio 1.4, 1 with ratio 1.7, 4 with ratio 4.0, 1 with ratio 5.5, 1 with ratio 8.3 and 1 with ratio 43.7
AFG2	11	1.0 -5.5	1 with ratio 1.0, 1 with ratio 2.7, 1 with ratio 3.3, 1 with ratio 3.7, 5 with ratio 4.0, 1 with ratio 4.3 and 1 with ratio 5.5

Table 4: sorghum (1 sample)

	No of samples > LOQ	Range of ratio sum/AFsingle	Comments (details on the range of ratio)
AFB1	1	1.6	
AFB2	1	11.0	
AFG1	1	3.7	
AFG2	0	--	

B) Information on the variation in sampling, sampling preparation and analysis for husked rice, polished rice and sorghum grain.

In a technical report of the European Normalisation Committee, a comparison of the level of homogenisation between dry milling of a sample versus the slurry method was performed. (CEN/TR 15298:2006 - Foodstuffs - Sample comminution for mycotoxins analysis - Comparison between dry milling and slurry mixing). The matrices however used for this comparison were not husked rice, polished rice and sorghum grain and also not other cereals or cereal based products (but peanuts and tree nuts). It was concluded that slurries contain smaller particles than dry milled samples and thus generate the lowest possible coefficients of variation (CV) values which in turn leads to better sample homogenisation.

As regards the performance criteria to be applied in case the maximum level applies to a sum of different components, the EU is of the opinion that in this case the same performance criteria apply to both the sum and the individual components of the sum.

MEMBER/OBSERVER - COMMENT**C) Comments on sampling plans for AFT for maize grain and flour, meal, semolina, and flakes derived from maize, as well as for cereal-based foods for infants and young children.**

The EU is of the opinion that the sampling plan and decision rule as already established in CXS 193-1995 for the control of Codex MLs for deoxynivalenol (for cereal grains (wheat, maize and barley) destined for further processing; for flour, meal, semolina and flakes derived from wheat, maize or barley; for cereal-based foods for infants and young children) and for fumonisins (B1 + B2) (maize grain, maize flour and maize meal). are also applicable for the control of aflatoxins in maize grain and flour, meal, semolina and flakes derived from maize as well for the control of aflatoxins in cereal-based foods for infants and young children.

The sampling provisions for the control of deoxynivalenol in cereal grains (wheat, maize and barley) are also applicable for the control of aflatoxins in husked rice, polished rice and sorghum grain.

From an enforcement point of view it is important that the sampling procedures for the control of mycotoxins in cereals and cereal based products are aligned so that the same representative sample of the lot can be used for the control of compliance with maximum levels for several mycotoxins at the same time as there are multi-mycotoxin methods of analysis available that enable to analyse reliably several mycotoxins at sufficient level of sensitivity and compliant with the analytical performance criteria established for the individual mycotoxins.

In that context, it is appropriate to consider this sampling procedure also for the control of the Codex MLs for ochratoxin A in wheat barley and rye.

Japan

We submit following information concerning imported foods.

oExplanation about the submitted Data

<https://docs.google.com/document/d/1fjbSg0Qa39zmlIUbpK3rLn1L7-ZY6t5T/edit?usp=sharing&oid=116692258879162744514&rtpof=true&sd=true>

oData on aflatoxins ratio in maiz

https://docs.google.com/spreadsheets/d/167CmwZEgm5YSWhH7vThAzbzVeoOnD_zZ/edit?usp=sharing&oid=116692258879162744514&rtpof=true&sd=true

Republic of Korea

We submit following information for the request a : information/data on the typical ratio of the four aflatoxins in naturally contaminated samples of maize grain; flour, meal, semolina and flakes derived from maize, husked rice, polished rice, sorghum grain and cereal-based foods for infants and young children.

- Polished and brown rice: only aflatoxin B1 & B2 were detected. Generally, either 100% of AFB1 or AFB1 (>90%) and AFB2 (<10%).
- Maize: the trend was AFB1:AFG1=50%:50%.
- Sorghum: the ratios calculated with the mean of the samples appear that AFG1 was dominant regardless of storage conditions. However, there were many individual samples which ratios did not match with each mean under the condition (refer to the reference). It would be difficult to find a typical ratio of aflatoxins in sorghum.

MEMBER/OBSERVER - COMMENT**Saudi Arabia**

Knowledge of the aflatoxins ratio and distribution in food may affect the choice of suitable aflatoxin quantitation methods and appropriate regulations in food. Although there has been some discrepancy in the reported prevalence rates of the four aflatoxins, all sources agree that B1 concentration typically surpasses 50% of the total aflatoxins and that B2 and G2 occur at the lowest concentrations. The results of many experiments suggest that temperature cycling and population ratios of different fungal strains on various matrices have a significant impact on the ratio of aflatoxins concentrations that are produced. These findings show that the concentration ratios of aflatoxins B1,B2,G1, and G2 could be depending on geographic location; nevertheless, there are very little occurrence data on this particular .

In the table (1) data on the typical ratio of the four aflatoxins in naturally contaminated samples of maize grain, semolina and flakes derived from maize and rice ,husked rice, polished rice. Saudi Arabia would like to add information related to products such as maize grain, semolina and flakes derived from maize, and Rice ,husked rice, polished rice that have total aflatoxin100%. However, B1 (%) of maize grain is 50%, and semolina and flakes derived from maize is 60%, and 65.4% of Rice ,husked rice, polished rice. B2 (%) of maize grain is 50% and 40% of semolina and flakes derived from maize, and 34.5% of Rice ,husked rice, polished rice. The total percentages of G1 and G2 are zero.

United States of America

The United States appreciates the opportunity to provide comments in response to CL 2022/46-CF, which requests comments on a) information/data on the typical ratio of the four aflatoxins in naturally contaminated samples of maize grain; flour, meal, semolina and flakes derived from maize, husked rice, polished rice, sorghum grain and cereal-based foods for infants and young children, and b) information on the variation in sampling, sampling preparation and analysis for husked rice, polished rice and sorghum grain.

Information on the observed aflatoxin isomer ratios (B1:B2:G1:G2) in maize and maize products is provided below based on samples analyzed by the US Food and Drug Administration and USDA Federal Grain Inspection Service (FGIS):

- Maize and milled maize product samples: 15.5:1:0.349:0.158
 - o This ratio is based on analysis by FDA of 10 naturally contaminated maize and milled maize product samples (with total aflatoxins \geq 10 ppb) that were analyzed using an HPLC/Fluorescence method based on AOAC 991.31 with limits of quantitation (LOQ) of 0.48-6.2 ppb B1, 0.16-1.05 ppb B2, 0.2-0.72 ppb G1, and 0.06-0.32 ppb G2.
 - o The percentage of B1 ranged from 84.7% to 95% with a mean of 90.7% and standard deviation of 2.95%.
 - o The percentage of B2 ranged from 3.7% to 8.5% with a mean of 6.4% and a standard deviation of 1.88%.
 - o The LOQ value was utilized for any isomer without a quantifiable amount.
- Maize samples: 16:1:0.013:0.044
 - o This ratio is based on analysis by FGIS of 155 naturally contaminated maize samples that were analyzed using an HPLC/Fluorescence method based on AOAC 994.08 with limits of detection (LOD) of 0.15 ppb B1, 0.045 ppb B2, 0.30 ppb G1, and 0.060 ppb G2.
 - o The percentage of B1 ranged from 84.1% to 100% with a mean of 93.8% and standard deviation of 2.84%.
 - o The percentage of B2 ranged from 0% to 15.9% with a mean of 5.9% and a standard deviation of 2.73%.
 - o The LOD value was utilized for any isomer without quantifiable amount.

We do not currently have data on aflatoxin isomer ratios for husked rice, polished rice, sorghum grain and cereal-based foods for infants and young children.

APPENDICE IV**Liste des participants****PRÉSIDENTE**

Brésil

Mme Larissa Bertollo Gomes Pôrto
 Experte en réglementation sanitaire
 Brazilian Health Regulatory Agency

CO-PRÉSIDENTE:

Inde

Dr Lalitha R Gowda

Scientifique en chef (Rtd)

CSIR – Central Food Technological Research Institute, Mysuru, Inde

<mailto:lrgowda2k11@gmail.com>**BRÉSIL**

Mme Ligia Lindner Schreiner
 Experte en réglementation sanitaire
 Brazilian Health Regulatory Agency

Deise Helena Baggio Ribeiro
 Professeur
 Universidad Federal de Río de Janeiro

Patricia Diniz Andrade
 Professeur
 Universidad Federal de Río de Janeiro
 Brasília

Carolina Araujo Vieira
 Experte en réglementation sanitaire
 Brazilian Health Regulatory Agency – ANVISA

CANADA

Ian Richard
 Évaluateur scientifique, Division des contaminants
 alimentaires
 Bureau of Chemical Safety, Health Canada
 E-mail: ian.richard@hc-sc.gc.ca

Elizabeth Elliott
 Évaluatrice scientifique, Division des contaminants
 alimentaires
 Bureau d'innocuité des produits chimiques

CHILI

Mme Lorena Delgado
 Coordinatrice nationale du Comité du CCCF.

CHINE

M. Yongning WU
 Professeur, scientifique en chef
 China National Center of Food Safety Risk Assessment
 (CFSA)
 Directeur du laboratoire clé d'évaluation des risques
 pour la sécurité des aliments, Commission nationale
 de la santé et du planning familial

Mme Shuang ZHOU
 Professeure
 China National Center for Food Safety Risk Assessment
 (CFSA)
 Professeure – Laboratoire clé d'évaluation des risques
 pour la sécurité des aliments, Commission nationale
 de la santé et du planning familial

Mme Yi SHAO
 Professeure associée
 Division II of Food Safety Standards
 China National Center of Food Safety Risk Assessment
 (CFSA)

M. Di WU
 Docteur
 Yangtze Delta Region Institute of Tsinghua
 University, Zhejiang

ÉGYPTE

Noha Mohammed Atyia
 Egyptian Organization for Standardization & Quality
 (EOS)
 Ministry of Trade and Industry
 Spécialiste des normes alimentaires

EL SALVADOR

Claudia Guzmán
 Chef du Point de contact du Codex Alimentarius
 OSARTEC

Daniel Torres
 Spécialiste du Codex Alimentarius
 OSARTEC

UNION EUROPÉENNE

M. Frans VERSTRAETE
 Commission européenne
 Direction générale de la santé et de la sécurité
 alimentaire
 Bruxelles – Belgique

IRAN

Mansooreh Mazaheri
 Docteur en biophysique
 Directeur en Recherches & Technologies appliquées
 Secrétariat iranien du CCCF & CCGP
 Standard Research Institute

JAPON

M. Naofumi IIZUKA (représentant officiel)
 Directeur adjoint
 Food Safety Standards and Evaluation Division
 Pharmaceutical Safety and Environmental Health
 Bureau
 Ministry of Health, Labour and Welfare

M. Tetsuo URUSHIYAMA
 Directeur associé
 Food Safety Policy Division,
 Food Safety and Consumer Affairs Bureau,
 Ministry of Agriculture, Forestry and Fisheries (MAFF)

M. Tomoaki MIURA
 Directeur associé
 Plant Products Safety Division,
 Food Safety and Consumer Affairs Bureau,
 Ministry of Agriculture, Forestry and Fisheries (MAFF)

KENYA

Evans N. Muthuma
 Directeur adjoint des Services vétérinaires
 Directorate of Veterinary Services

Anima Sirma
 Vétérinaire en chef adjoint
 Directorate of Veterinary Services

Maryann Kindiki
 Directrice Point de Contact national du Codex
 Kenya Bureau of Standards

Lawrence Aloo
 Biochimiste en chef
 National Public Health Laboratories

Dr George Abong
 Maître de conférences de premier rang
 University of Nairobi

MALAISIE

Shazlina Mohd Zaini
 Directrice adjointe principale
 Ministry of Health, Malaisie

Mme Nor Azmina Mamat
 Directrice adjointe
 Ministry of Health, Malaisie

NOUVELLE-ZÉLANDE

Sarah Guy
 Conseillère en chimie
 New Zealand Food Safety
 Ministry for Primary Industries
 Nouvelle-Zélande

Jeane Nicolas
 Conseillère principale en toxicologie
 New Zealand Food Safety
 Ministry for Primary Industries

NIGÉRIA

Dr Mme Margaret Eshiett
 NIFST

RÉPUBLIQUE DE CORÉE

Yeon Ju Kim
 Chercheur du Codex
 Ministry of Food and Drug Safety(MFDS), République
 de Corée

Miok Eom
Spécialiste scientifique principal
Residues and Contaminants Standard Division,
Ministry of Food and Drug Safety (MFDS), République
de Corée

Lee Geun Pil
Chercheur
Ministry of Agriculture, Food and Rural
Development(MAFRA), République de Corée

RWANDA

Dr KIZITO NISHIMWE
Maître de conférences au Department of Food Science
and Technology
University of Rwanda

SINGAPOUR

Dr Shen Ping
Chef de division (chimie organique)
Singapore Food Agency

Joachim Chua
Chef d'équipe spécialisé (Toxines d'origine alimentaire
et naturelle)
Singapore Food Agency

THAÏLANDE

Mme Chutiwan Jatupornpong
Agent des normes, Office of Standard Development,
National Bureau of Agricultural Commodity and Food
Standards, Thaïlande

Mme Nisachol Pluemjai
Agent des normes, Office of Standard Development,
National Bureau of Agricultural Commodity and Food
Standards, Thaïlande

PAYS-BAS

Nikki Emmerik
Chargé de mission principal
Ministry of Health, Welfare and Sport – Nutrition,
Health Protection and Prevention Department, Pays-
Bas

ROYAUME-UNI

Craig Jones
Conseiller politique principal

ÉTATS-UNIS D'AMÉRIQUE

Lauren Robin
Chef de branche/déléguée des États-Unis
FDA

Anthony Adeuya
Chimiste
FDA

TURQUIE

M. Ahmet GÜNGÖR
The Ministry of Agriculture and Forestry, Turquie

INSTITUTE OF FOOD TECHNOLOGISTS (IFT)

Dojin Ryu
Professeur – Sciences de l'alimentation
University of Idaho, USA

Martin Slayne
Vice-président des Affaires réglementaires
Ingredion

INTERNATIONAL SPECIAL DIETARY FOODS INDUSTRIES (ISDI)

Marian Brestovansky
Responsable des affaires réglementaires

MSF (MÉDECINS SANS FRONTIÈRES / DOCTORS WITHOUT BORDER)

Odile Caron

UNITED NATIONS WORLD FOOD PROGRAM

Peijie Yang
Technologiste certifié en alimentation