

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 - Fax: (+39) 06 5705 4593 - E-mail: codex@fao.org - www.codexalimentarius.net

Point 7 de l'ordre du jour

CX/CF 12/6/10

Janvier 2012

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

Sixième session
Maastricht, Les Pays-Bas, 26 – 30 mars 2012

AVANT-PROJET DE LIMITES MAXIMALES POUR LES AFLATOXINES TOTALES DANS LES FIGES SECHES Y COMPRIS LES PLANS D'ECHANTILLONNAGE

(A L'ETAPE 3)

Les membres et observateurs du Codex souhaitant soumettre des observations à l'étape 3 sur l'avant-projet de limites maximales pour les aflatoxines totales et les plans d'échantillonnage *affiliés*, y compris les possibles implications pour leurs intérêts économiques *devraient être en conformité avec la procédure uniforme pour l'élaboration des normes Codex et textes affiliés* (Manuel de procédure de la Commission du Codex Alimentarius) avant le **29 février 2012**. Les observations devraient être adressées:

à:

Mrs Tanja Åkesson
Codex Contact Point
Ministry of Agriculture, Nature and Food Quality
P.O. Box 20401
2500 EK The Hague
The Netherlands
Fax.: +31 70 378 6134
E-mail: info@codexalimentarius.nl - *de préférence -*

Avec une copie à

Secretariat, Codex Alimentarius Commission,
Joint FAO/WHO Food Standards Programme,
Viale delle Terme di Caracalla,
00153 Rome, Italy
Fax: +39 (06) 5705 4593
E-mail: codex@fao.org – *de préférence -*

HISTORIQUE

1. La délégation de la Turquie en tant que présidente du groupe de travail électronique sur les figes sèches, a introduit le document en soulignant les objectifs principaux associés à l'établissement du niveau maximal proposé (NM) de 10 µg/kg comme indiqué dans le document de travail CX/CF 11/43/7 lors de la 5^{ème} session du Comité du Codex sur les contaminants dans l'alimentation (CCCCF), qui s'est tenue du 21 mars au 25 mars, 2011 à la Haye. En particulier, la délégation a informé le Comité que les NM proposés assurent la protection de la santé des consommateurs tout en assurant des pratiques de commerce équitables étant donné que la consommation des figes sèches en tant que telles ou comme ingrédients était plus basse que les autres produits commercialisés tels que les fruits à coque pour lesquels le même niveau a été établi.
2. Le Comité a noté qu'il existait un large support pour le NM proposé de 10 µg/kg; Toutefois certaines délégations ont affirmé qu'il n'était pas possible de souscrire au NM proposé sans avoir une limpidité complète sur le plan d'échantillonnage. D'autres délégations ont également souligné l'importance des plans d'échantillonnage en vue de la distribution hétérogène des aflatoxines dans les figes sèches. Ceci autorisera en retour une application correcte du NM. Il a été noté que le NM proposé représentait une bonne balance entre les coûts bénéfiques de la production de figes sèches et la protection de la santé humaine.
3. La délégation de la Turquie a souligné que le plan d'échantillonnage auquel il est fait référence dans CX/CF 11/5/7 était déjà utilisé pendant de nombreuses années dans les pays européens. Eu égard au besoin d'accompagner les plans d'échantillonnage la délégation a expliqué que les plans d'échantillonnage étaient étroitement liés au NM et par conséquent ils devraient d'abord être en accord avec le NM proposé avant de poursuivre le développement des plans d'échantillonnage bien qu'il ait été fait référence dans le document de travail aux plans d'échantillonnage. La délégation est convenue que les plans d'échantillonnage seraient décrits et justifiés ensemble avec le niveau proposé pour examen lors de la 6^{ème} session du Comité.

4. Le Comité est convenu de retourner l'avant-projet de niveau maximal pour les figues sèches à l'étape 2/3 de sorte que les plans d'échantillonnage conformément au NM proposé de 10 µg/kg puissent être développés pour examen par la 6^{ème} session du Comité¹.
5. Ce document a été préparé par la Turquie avec la contribution de l'Algérie, l'Argentine, le Brésil, la Chine, le Costa Rica, la Croatie, la République dominicaine, l'Égypte, l'Union européenne, le Ghana, l'Inde, l'Iran, le Japon, le Kenya, le Mali, Mexico, le Maroc, L'Espagne, La République arabe syrienne, la Thaïlande, la Tunisie, le Royaume-Uni, Les États-Unis d'Amérique, le Zambie, l'OMS, la FAO, et l'INC.
6. L'avant-projet de niveau maximal pour les aflatoxines totales dans les figues sèches est présenté dans l'Annexe I. L'information de soutien pour l'avant-projet du NM qui a conduit la 5^{ème} session du Comité à conclure au développement des plans d'échantillonnage associés à un avant-projet de NM de 10 µg/kg d'aflatoxines totales dans les figues sèches n'est pas reproduit dans ce document mais est disponible pour consultation dans CX/CF 11/5/7². L'avant-projet des plans d'échantillonnage associés est présenté dans l'Annexe II. Un report détaillé sur la logique pour les plans d'échantillonnage proposés est indiqué dans l'Annexe III. La liste des participants se trouve dans l'Annexe IV.

REQUETE POUR OBSERVATIONS

7. Les membres du Codex ainsi que les observateurs sont invités amicalement à envoyer leurs observations sur l'avant-projet de niveau maximal pour les aflatoxines totales (Annexe I) et l'avant-projet des plans d'échantillonnage associés (Annexe II) pour examen par la 6^{ème} session du Comité du Codex sur les contaminants dans les aliments.

¹ REP11/CF, paragraphes 44 – 50.

² Ce document de travail est disponible pour le téléchargement à : http://ftp.fao.org/codex/meetings/cccf/cccf5/cf05_07e.pdf

ANNEXE I**AVANT-PROJET DE NIVEAU MAXIMAL POUR LES AFLATOXINES DANS LES FIGUES SECHES**

(A l'étape 3)

Figues prêtes à consommer	Niveau maximal pour les aflatoxines totales 10 µg/kg
--------------------------------------	---

ANNEXE II**AVANT-PROJET DU PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE POUR LA CONTAMINATION PAR L'AFLATOXINE DANS LES FIGES SÈCHES****(A l'étape 3)**

Le développement de l'avant-projet du plan d'échantillonnage pour la contamination par l'aflatoxine dans les figes sèches suit étroitement la structure utilisée par le CCCF pour développer un plan d'échantillonnage pour la contamination par l'aflatoxine des fruits à coque (amandes, pistaches, noisettes et noix du Brésil). L'évaluation de la performance de l'avant-projet de plan d'échantillonnage pour l'aflatoxine dans les figes sèches est basée sur les résultats issus d'une étude d'échantillonnage conduite conjointement par le conseil d'administration provincial sous la direction du centre de recherche TUBITAK Marmara en Turquie. Une copie détaillée du rapport décrivant les résultats de l'étude d'échantillonnage est fournie en Annexe IV.

DEFINITION

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 déterminée d'un gros lot 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 d'aflatoxines et une limite d'acceptation/rejet. Cette procédure comprend trois étapes: collecte de l'échantillon, préparation de l'échantillon et quantification des aflatoxines. La limite d'acceptation/rejet est le seuil de tolérance habituellement égal à la limite maximale Codex

Échantillon supplémentaire – quantité de matériel prélevé en n'importe quel point du lot ou du sous-lot.

Échantillon global - Total de tous les échantillons supplémentaires provenant du lot ou du 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 figes pulvérisées dans un broyeur. L'échantillon de laboratoire peut être une partie de l'échantillon global entier. Si l'échantillon global dépasse les échantillons de laboratoire, les échantillons de laboratoire devraient être retirés d'une manière aléatoire de l'échantillon total.

Figes prêtes à consommer sèches – Figes sèches, qui ne sont pas destinées de subir une transformation additionnelle/traitement qui ont prouvé de réduire les niveaux d'aflatoxine.

Courbe d'efficacité caractéristique (OC) – un terrain de probabilité d'acceptation a lot versus lot concentration lors de l'utilisation d'un modèle du plan d'échantillonnage spécifique La courbe d'efficacité caractéristique procure aussi une estimation des bons lots rejetés (risqué d'exportateur) et des mauvais lots acceptés (risqué d'importateur) par un modèle de plan d'échantillonnage spécifique.

CONSIDERATIONS DU PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE

1. Les importateurs catégorisent commercialement les figes sèches comme "prêtes à consommer" En conséquence, les niveaux maximaux et les plans d'échantillonnage sont proposés pour seulement les figes sèches prêtes à consommer.
2. La performance de l'avant-projet du plan d'échantillonnage était calculée en utilisant la variabilité et la distribution de l'aflatoxine parmi les échantillons de laboratoire des figes sèches pris des lots contaminés (Annexe IV). Par ce que le total de la fige sèche par kg est différent pour les différentes variétés de figes sèches, la taille de l'échantillon de laboratoire est exprimée dans un nombre de figes sèches pour les objectifs statistiques. Toutefois la fige sèche totale par kg pour chaque variété de figes sèches peut être utilisée pour convertir la taille de l'échantillon de laboratoire d'un certain nombre de figes sèches en masse et vice versa.
3. Des évaluations d'incertitude (variances) associées avec l'échantillonnage, la préparation de l'échantillon et d'analyse et la distribution négative binomiale³ sont utilisées pour calculer les courbes d'efficacité caractéristique (OC) qui décrivent la performance des plans proposés de l'échantillonnage pour les figes sèches.
4. La variance analytique mesurée dans l'étude d'échantillonnage reflète la variance de laboratoire et a été remplacée par une évaluation de variance analytique qui reflète une déviation standard de reproductibilité relative de 22%, qui est suggérée par Thompson et est basée sur l'évaluation des données⁴ de prestations en matière d'analyse des produits alimentaires (FAPAS). Une déviation standard relative de 22% est considérée par le FAPAS comme une mesure appropriée du meilleur accord qui peut être obtenu de manière fiable entre laboratoires. Une incertitude analytique de 22% est plus large que la variation de laboratoire mesurée dans les études d'échantillonnage pour les figes sèches. L'incertitude analytique de laboratoire pour les figes sèches peut être trouvée dans les résultats d'étude décrits dans l'Annexe III.

³ Whitaker, T., Dickens, J., Monroe, R., and Wiser, E. 1972. Comparison of the negative binomial distribution of aflatoxin in shelled peanuts to the negative binomial distribution. J. American Oil Chemists' Society, 49:590-593.

⁴ Thompson, M. 2000. Recent trends in inter-laboratory precision at ppb and sub-ppb concentrations in relation to fitness for purpose criteria in proficiency testing. J. Royal Society of Chemistry, 125:385-386.

5. L'objectif de la correction du résultat du test analytique pour rétablissement n'est pas abordé dans ce document. Toutefois le tableau 2 indique différents critères de performance pour les méthodes analytiques y compris des suggestions pour la gamme de taux acceptable de rétablissement.

PROCEDURE D'ESSAI DE L'AFLATOXINE ET LES NIVEAUX MAXIMAUX

6. Un plan d'échantillonnage de l'aflatoxine est défini par une procédure d'essai de l'aflatoxine et un niveau maximal. Une valeur pour le niveau maximal proposé et la procédure d'essai de l'aflatoxine sont indiquées ci-dessous dans cette section.
7. Le niveau maximal pour les figes sèches "prêtes à consommer" est de 10 ng/g d'aflatoxines totales.
8. Le choix du nombre et de la taille des échantillons de laboratoire constitue un compromis entre les risques réduits au maximum (faussement positifs et faussement négatifs) et les frais relatés à l'échantillonnage et au commerce restrictif. Pour plus de simplicité il est recommandé que le plan proposé d'échantillonnage de l'aflatoxine utilise 10 kg d'échantillons totaux des figes sèches.
9. Le plan d'échantillonnage RTE a été façonné pour l'application et les contrôles concernant les aflatoxines totales en expédition en vrac (lots) des figes sèches commercialisées dans le marché de l'exportation.

Niveau maximal – 10 ng/g Aflatoxines totales

Nombre d'échantillons de laboratoire – 2

Taille de l'échantillon de laboratoire – 10 kg

Préparation de l'échantillon – préformage par bain broyage et prise d'essai qui représente 55 g de la masse des figes sèches

Méthode analytique – basée sur la performance (voir tableau 2)

Règle de décision – Si le résultat de test de l'aflatoxine est moindre ou égal à 10 ng/g d'aflatoxines totales pour à la fois des échantillons de laboratoire de 10 kg alors accepter le lot. Sinon rejetez le lot.

La courbe d'efficacité décrivant la performance du plan d'échantillonnage pour les figes sèches prêtes à consommer est indiquée dans la section 47 à la fin de cette annexe.

10. Afin d'assister les pays membres implantez le plan d'échantillonnage Codex ci-dessus, les méthodes de sélection d'échantillonnage, les méthodes de préparation de l'échantillonnage et les méthodes analytiques requises pour quantifier l'aflatoxine dans les échantillons de laboratoire prélevés à partir des lots en vrac de figes sèches sont décrites dans les sections suivantes.

SÉLECTION DES ÉCHANTILLONS

Matériau à échantillonner

11. Chaque lot qui a besoin d'être examiné pour les aflatoxines, doit être échantillonné séparément. Les lots supérieurs à 15 tonnes doivent être sous divisés en sous-lots afin d'être échantillonnés séparément. Si un lot est supérieur à 15 tonnes, le nombre de sous-lots est égal au poids du lot en tonnes divisé par 25 tonnes. Il est recommandé qu'un lot ou un sous-lot ne dépasse pas 25 tonnes. Le poids minimum d'un lot doit être de 500 g.
12. Compte tenu que le poids du lot n'est pas toujours un multiple exact de 15 tonnes, le poids du sous-lot peut dépasser le poids mentionné de 25% au maximum.
13. Les échantillons doivent être prélevés dans le même lot, c'est-à-dire qu'ils doivent avoir le même code de lot ou au moins la même date limite de consommation. Tout changement qui affecterait la teneur en mycotoxine, la détermination analytique ou rendrait les échantillons globaux collectés non représentatifs doit être évité. Par exemple, il convient de ne pas ouvrir un emballage dans des conditions climatiques néfastes ou ne pas exposer les échantillons à une moisissure excessive ou à la lumière du jour. Éviter la contamination croisée provenant d'autres cargaisons potentiellement contaminées environnantes
14. Dans la plupart des cas, tout camion ou conteneur doit être déchargé afin de permettre la réalisation d'un échantillonnage représentatif.

Sélection des échantillons progressifs

15. Les procédures utilisées pour prélever les échantillons progressifs dans un lot de fige sèche sont extrêmement importantes. Chaque fruit individuel dans le lot doit avoir les mêmes chances d'être sélectionné. Des tendances seront créées par les méthodes de sélection des échantillons si le matériel et les procédures utilisés pour sélectionner les échantillons progressifs entravent ou réduisent les chances d'un fruit d'être choisi dans un lot.
16. Comme il n'y a aucun moyen de savoir si les noyaux des fruits à coque contaminés sont uniformément répartis dans le lot, il est essentiel que l'échantillon global soit constitué par l'accumulation de nombreux échantillons progressifs du produit prélevé dans des endroits différents de l'ensemble du lot. Si l'échantillon global est plus important que prévu, il faudra le mélanger et le subdiviser jusqu'à obtention de la taille désirée pour l'échantillon de laboratoire.

17. Étant donné que le nombre et la taille de (des) échantillon(s) de laboratoire ne varieront pas avec la taille des lots (sous-lots) au-dessus de 0,5 tonnes (tableau 1), le nombre et la taille de (des) échantillon(s) progressif(s) varieront avec la taille du lot (sous-lot) afin de conserver un échantillon de taille constante totale de 20 kg.

Nombre et taille des échantillons progressifs pour les lots de poids divers

18. Le nombre et la taille de (des) échantillon(s) de laboratoire pris d'un lot (sous lot) dépend du poids du lot. Le tableau 1 sera utilisé pour déterminer le nombre et la taille des échantillons progressifs à choisir dans des lots ou des sous lots de tailles différentes. Le nombre d'échantillons progressifs varie de 30 à 100 pour les tailles de lot de 0.5 à 15 tonnes, respectivement. Le nombre et la taille des échantillons de laboratoire pour des poids de lots en-dessous de 0.5 tonnes est indiqué dans le tableau 1.

Tableau 1. Nombre et taille des échantillons progressifs composés pour un échantillon global de 20 kg^a en tant que fonction du poids du lot (ou sous-lot).

Poids du lot ou sous-lot (T en Tonnes)	Nombre minimal d' d'échantillons progressifs	Taille minimale de De l'échantillon global (g)	Taille minimale de L'échantillon global (kg)	Laboratoire (KG)	Nombre d' échantillons de laboratoire
$15,0 \geq T > 10,0$	100	200	20	10	2
$10,0 \geq T > 5,0$	80	250	20	10	2
$5,0 \geq T > 2,0$	60	334	20	10	2
$2,0 \geq T > 1,0$	40	500	20	10	2
$1,0 \geq T > 0,5$	30	667	20	10	2
$0,5 \geq T > 0,2$	20	500	10	10	1
$0,2 \geq T > 0,1$	15	400	6	6	1
$0,1 \geq T$	10	300	3	3	1

a/ Taille minimale de l'échantillon global = taille de l'échantillon de laboratoire de 20 kg = taille de l'échantillon de laboratoire de 20 kg pour les lots au-dessus de 0.5 tonnes

b/ 1 Tonne = 1.000 kg

c/ Taille minimale de l'échantillon progressif = taille de l'échantillon de laboratoire (20 kg)/nombre minimal d'échantillons progressifs, soit pour $0,5 < T < 1$ tonne, $2.000 \text{ g} = 20.000/10$

19. Le poids minimum suggéré de l'échantillon progressif pour les lots (sous lots) au-dessus de 0.5 tonnes varie de 200 grammes pour un lot de 15 tonnes à 667 grammes pour un lot de 0.5 tonne. Le poids minimal suggéré de l'échantillon progressif pour les lots (sous lots) en dessous de 0.5 tonnes est montré dans le tableau 1.

Lot statiques

20. On entend par lot statique une grande masse de figues sèches contenue soit dans un seul grand conteneur comme un chariot, un camion ou un wagon, ou dans de nombreux petits conteneurs tels que des sacs ou des boîtes, les figues sèches étant statiques au moment où l'échantillon est collecté. 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.
21. Prélever un échantillon global 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.
22. Pour les lots commercialisés sous emballages individuels, la fréquence d'échantillonnage (SF), ou le nombre de paquets dans lesquels les échantillons progressifs sont prélevés, est fonction du poids du lot (LT), du poids de l'échantillon progressif (IS), du poids de l'échantillon global (AS) et du poids d'un paquet individuel (IP), comme suit:

$$\text{Équation 1: } SF = (LT \times IS) / (AS \times IP).$$

23. 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

24. Les échantillons globaux représentatifs peuvent être obtenus plus facilement en sélectionnant des échantillons progressifs à partir d'un flux continu de figues sèches lorsque le lot est transféré 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 progressifs 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
25. 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 progressifs. Que l'on utilise des méthodes automatiques ou des méthodes manuelles, les échantillons progressifs doivent être prélevés et mélangés à intervalles fréquents et réguliers tout au long du passage du flux des fruits à coque au point d'échantillonnage.
26. 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
27. La taille de l'échantillon global (S) en kg, prélevé dans un lot par un échantillonneur transversal est la suivante:

$$\text{Équation 2: } S = (D \times LT) / (T \times V),$$

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.

28. Si le débit massique du flux, MR (kg/sec), est connu, alors la fréquence de l'échantillonnage (SF), ou le nombre de prélèvements effectués par le dispositif d'échantillonnage automatique peut être calculé à partir de l'équation 3 en tant que fonction de S, V, D, et MR.

$$\text{Équation 3: } SF = (S \times V) / (D \times MR).$$

29. On peut aussi utiliser les équations 2 et 3 pour calculer d'autres éléments intéressants, tels que le temps qui s'écoule entre les prélèvements (T). Par exemple, le temps requis (T) entre les prélèvements pour obtenir un échantillon global de 20 kg sur un lot de 20.000 kg, si la largeur de l'ouverture du bec déflecteur est de 5,0 cm et la vitesse du bec déflecteur dans le flux de 30 cm/sec. Calcul de T dans l'équation 2.

$$T = (5,0 \text{ cm} \times 20.000 \text{ kg}) / (20 \text{ kg} \times 20 \text{ cm/sec}) = 250 \text{ sec.}$$

30. Si le lot se déplace à raison de 500 kg par minute, le lot entier traversera l'échantillonneur en 40 minutes (2.400 sec) et seulement 9,6 prélèvements (neuf échantillons progressifs) seront effectués par le bec dans le lot (équation 3). Cela pourrait ne pas suffire, en ce sens qu'une trop grande quantité de produit (2.083,3 kg) traverse l'échantillonneur entre chaque prélèvement effectué par le bec à travers le flux.

Emballage et transport des échantillons

31. 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.

Plombage et étiquetage des échantillons

32. 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 DES ÉCHANTILLONS

Précautions

33. 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 des aflatoxines.

Homogénéisation - broyage

34. 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.
35. 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.
36. 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 particules⁵. Une meilleure homogénéisation (hachis plus fin), comme une bouillie liquide, peut être obtenue au moyen de matériel plus sophistiqué et fournira la variance⁶ liée à la préparation des échantillons la plus faible.

Prise d'essai

37. La taille recommandée de la prise d'essai obtenue à partir de l'échantillon de laboratoire broyé doit être approximativement de 50 g. Si l'échantillon de laboratoire est utilisé en utilisant une bouillie liquide, la bouillie doit contenir 50 g de masse de fruits.
38. Les procédures de sélection de la prise d'essai de 50 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 50 g peut être prélevée dans n'importe quelle partie de l'échantillon de laboratoire. Sinon, la prise d'essai de 50 g doit être obtenue par accumulation de plusieurs petites portions prélevées dans l'ensemble de l'échantillon de laboratoire.
39. 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

Généralités

40. 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. Les critères d'efficacité établis pour les différentes méthodes devront inclure tous les paramètres à respecter par chaque laboratoire, tels que le seuil de détection, le coefficient de variation de la répétabilité (au sein du laboratoire), le coefficient de variation de la reproductibilité (entre les laboratoires) et le taux de récupération nécessaire pour diverses restrictions statutaires. Les méthodes d'analyse qui sont acceptées par les chimistes à l'échelle internationale (par exemple, les méthodes AOAC) peuvent être utilisées. Ces méthodes font régulièrement l'objet d'un suivi et d'une mise à jour en fonction des progrès technologiques.

Critères d'efficacité pour les méthodes d'analyse

41. Une liste de critères et de niveaux de performance est indiquée dans le tableau 2. En utilisant cette approche, les laboratoires seraient libres d'utiliser la méthode analytique la plus appropriée à leurs installations.

Tableau 2: Critères spécifiques auxquels doivent se conformer les méthodes d'analyse

Critères	Marge de concentration (ng/g)	Valeur recommandée	Valeur maximale autorisée
Blancs	Tout	Négligeable	n/a
Recouvrement	1 à 15	70 à 110%	n/a
	>15	80 à 110%	n/a
Fidélité ou déviation relative standard RSD _R (reproductibilité)	1 à 120	Équation 4 de Thompson	2 x valeur obtenue de l'équation 4
	>120	Équation 5 de Horwitz	2 x valeur obtenue de l'équation 5
Fidélité ou déviation relative standard RSD _r (répétitivité)	1 à 120	Calculé en tant que 0,66 fois fidélité RSD _R	n/a
	>120	Calculé en tant que 0,66 fois fidélité RSD _r	n/a

⁵ Ozay, G., Seyhan, F., Yilmaz, A., Whitaker, T., Slate, A., and Giesbrecht, F. 2006. Sampling hazelnuts for aflatoxin: Uncertainty associated with sampling, sample preparation, and analysis. J. Association Official Analytical Chemists, Int., 89:1004-1011.

⁶ Spanjer, M., Scholten, J., Kastrup, S., Jorissen, U., Schatzki, T., Toyofuku, N. 2006. Sample comminution for mycotoxin analysis: Dry milling or slurry mixing?, Food Additives and Contaminants, 23:73-83.

n/a = non applicable

42. Les seuils de détection des méthodes utilisées ne sont pas fixes. Seules les valeurs de fidélité sont données pour les concentrations souhaitées. Les valeurs de fidélité sont calculées suivant les équations 4 et 5 développées respectivement par Thompson³ et Horwitz et Albert⁷, respectivement.

Équation 4: $RSDR = 22,0$ (pour $C \leq 120 \mu\text{g/kg}$ ou $c \leq 120 \times 10^{-9}$)

Équation 5: $RSDR = 2(1-0,5\log c)$ (pour $C > 120 \mu\text{g/kg}$ ou $c > 120 \times 10^{-9}$)

où:

- ☐ $RSDR$ = est l'écart type relatif calculé à partir des résultats donnés dans des conditions de reproductibilité
- ☐ $RSDr$ = est l'écart type relatif calculé à partir des résultats donnés dans des conditions de répétitivité = $0,66RSDR$
- ☐ c = est le taux de concentration d'aflatoxines (c'est-à-dire $1 = 100 \text{ g}/100 \text{ g}$, $0,001 = 1.000 \text{ mg/kg}$)
- ☐ C = concentration d'aflatoxines ou masse d'aflatoxines par rapport à la masse des fruits à coque (c'est-à-dire $\mu\text{g/g}$)

43. Les équations 4 et 5 sont des équations de fidélité généralisée qui sont indépendantes de la substance à analyser et de la matrice et qui ne dépendent que de la concentration pour les méthodes d'analyse les plus répandues.

44. Les résultats doivent porter sur la portion comestible de l'échantillon.

n/a = pas applicable

L'INCERTITUDE, TELLE QUE MESUREE PAR LA VARIANCE, ASSOCIEE A L'ECHANTILLONNAGE, LA PREPARATION DE L'ECHANTILLON ET LES ETAPES ANALYTIQUES DE LA PRISE D'ESSAI POUR LES AFLATOXINES UTILISES POUR EVALUER LES AFLATOXINES DANS LES FIGUES SECHES

45. A partir de l'étude d'échantillonnage décrite dans l'annexe IV, l'échantillonnage, la préparation d'échantillonnage et les variances analytiques associées à la procédure d'essai de l'aflatoxine pour les figues sèches sont montrées dans le tableau 3.

Table 3. Variances^a associées à la prise d'essai pour les aflatoxines pour chaque figue sèche

Prise d'essai	Variances pour les figues sèches
Echantillonnage ^{b,c}	$S^2_s = (590/ns)2,219C^{1,433}$
Préparation de l'échantillon ^d	$S^2_{sp} = (55/nss)0,01170C^{1,465}$
Analytique ^e	$S^2_a = (1/na)0,0484C^{2,0}$
Total	$S^2_t = S^2_s + S^2_{sp} + S^2_a$

a/ Variance = S^2 (t, s, sp, et l'échantillonnage, la préparation de l'échantillon, et les étapes analytiques respectivement de la prise d'essai des aflatoxines)

b/ ns Taille de l'échantillon de laboratoire en nombre de fruits décortiqués, nss = taille de la prise d'essai en grammes, na = nombre d'aliqotes quantifiées par CLHP, et C = concentration d'aflatoxines en $\mu\text{g/kg}$ d'aflatoxines totales

c/ Total /kg pour les figues sèches pour une moyenne de 59/kg.

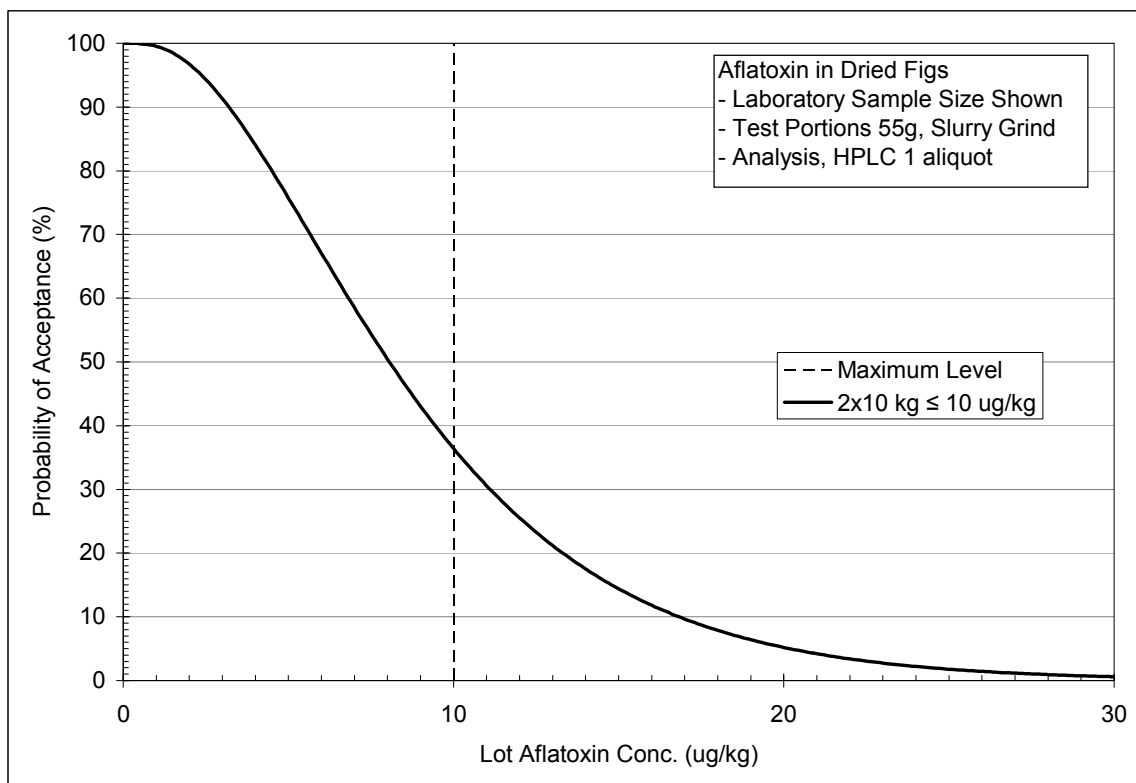
d/ La variance d'une préparation d'échantillonnage reflète une méthode de préformage par bain et une prise d'essai qui reflète 55 g masse de figues.

e/ Les variances analytiques reflètent la recommandation FAPAS pour la limite supérieure de l'incertitude de reproductibilité analytique. Un écart-type relatif de 22% est considéré par Thompson² (sur la base des données de FAPAS) comme une mesure appropriée du meilleur accord qui peut être obtenu entre les laboratoires. Une incertitude analytique de 22% est plus grande que la variation au sein du laboratoire mesurée dans les études d'échantillonnage pour les quatre fruits à coque.

COURBES D'EFFICACITE DECRIVANT LA PERFORMANCE DU PROJET DES PLANS D'ECHANTILLONNAGE POUR LES AFLATOXINES DANS LES FIGUES PRETES A CONSOMMER

46. La courbe caractéristique d'efficacité décrit la performance du projet des plans d'échantillonnage pour les aflatoxines dans les figues prêtes à consommer dans la figure 1.
47. Les courbes caractéristique d'efficacité pour différents plan d'échantillonnage reflètent diverses tailles d'échantillons de laboratoire, divers nombres d'échantillons de laboratoire et divers niveaux maximaux sur la performance (Courbe d'efficacité OC) des modèles de plans d'échantillonnage sot fournies dan l'Annexe IV.

⁷ Horwitz, W. and Albert, R. 2006. The Horwitz ratio (HorRat): A useful index of method performance with respect to precision. J. Association of Official Analytical Chemists, Int., 89:1095-1109.



Probability of acceptance (%): probabilité d'acceptation (%)

Lot aflotoxine Conc.: concentration du lot d'aflatoxine

Aflotoxine in dried figs: aflatoxine dans les figues sèches

Laboratory sample size shown: taille de l'échantillon de laboratoire montré

Test portions 55g, Slurry Grind: Prise d'essai 55 g suspension broyage

Analysis, HPLC, 1 aliquot: Analyse HPCL, 1 aliquote

Maximum level: niveau maximal

Figure 1. La courbe caractéristique d'efficacité décrit la performance du plan d'échantillonnage pour les figues sèches dans les figues prêtes à consommer en utilisant deux échantillons de laboratoire de 10 kg chacun et un niveau maximal de 10 ug/kg d'aflatoxines totales, méthode de broyage de préformage par bain, prise d'essai qui reflète 55 g masse de figue et quantification des aflatoxines dans la prise d'essai par CLHP.

ANNEXE III**INFORMATION SUR L'HISTORIQUE EN SOUTIEN DES PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE ASSOCIÉS****Vue d'ensemble générale**

Le développement d'une méthode pour évaluer la performance d'un plan d'échantillonnage d'aflatoxines est une partie essentielle de la conception des plans d'échantillonnage et pour l'établissement d'un niveau maximal pour les figes sèches. La concentration d'aflatoxines d'un lot en vrac est évaluée en mesurant l'aflatoxine dans les échantillons pris du lot. A cause de la variabilité associée à la procédure de la prise d'essai d'aflatoxines (échantillonnage, préparation de l'échantillon et analyse) la vraie concentration d'aflatoxines d'un lot en vrac ne peut pas être déterminée avec 100% de certitude. En conséquence, certains bons lots (concentration du lot au-dessous du niveau maximal) seront rejetés par un plan d'échantillonnage (risque du vendeur) et certains mauvais lots (concentration du lot plus grande que le niveau maximal) sera acceptée par un plan d'échantillonnage (risque du vendeur). L'évaluation de la performance d'un plan d'échantillonnage d'aflatoxine requiert la connaissance de la variabilité et de la distribution parmi les résultats de test d'échantillonnage prélevés d'un lot contaminé.

Les objectifs de l'étude d'échantillonnage étaient de développer une méthode afin de prévoir la performance des modèles du plan d'échantillonnage de l'aflatoxine qui requiert une connaissance de la variabilité et de la distribution parmi les résultats de test d'échantillonnage pour les figes sèches et prévoit la performance de divers modèles de plan d'échantillonnage d'aflatoxine

Tous les échantillons ont été collectés, préparés et analysés pour l'aflatoxine sous la direction de Dr Hayrettin Ozer avec le centre de recherche Marmara TUBITAK en Turquie. L'analyse statistique des résultats de test d'aflatoxines a été conduite avec l'assistance de Dr. Thomas Whitaker et M. Andrew Slate (USDA/ARS retraité). La procédure expérimentale et l'analyse statistique en résultant sont très similaires à celles utilisées par le CCCF pour développer des niveaux maximaux et des plans d'échantillonnage pour les fruits à coque (amandes, pistaches, noisettes et noix du Brésil).

Les objectifs de l'étude ainsi que les résultats ont été reportés en trois phases

Phase 1 – La variabilité associée à une procédure d'essai de l'aflatoxine qui utilisait 10 kg d'échantillons, le broyage de la méthode de préformage par bain, des prises d'essai avec 55 g de masse de figes et une méthode analytique HPLC a été déterminée pour chacun des 20 lots. La variance totale de la procédure d'essai de l'aflatoxine était divisée en échantillonnage, préparation de l'échantillonnage et composants de la variance analytique. Ces trois équations de variance sont indiquées dans l'ANNEXE II. A partir de ces résultats de variance, on peut déterminer combien chaque étape de la procédure d'essai d'aflatoxine contribue à la variabilité totale. Cette connaissance aidera à déterminer la meilleure façon de réduire la variabilité totale de la procédure d'essai d'aflatoxine et d'obtenir des évaluations plus précises de la vraie concentration dans un lot en vrac de figes sèches.

Phase 2 – Pour chaque lot, la distribution observée d'aflatoxine parmi les résultats de test de 16 échantillons a été comparée à la distribution binomiale négative, le composé gamma, la distribution log-normale et normale. En utilisant un test d'ajustement, la distribution négative binomiale a été choisie pour simuler la distribution d'aflatoxine observée parmi les résultats d'échantillon. La distribution binomiale négative a été utilisée pour prédire la distribution parmi les résultats de test d'aflatoxine pour les procédures d'essai autres que celles utilisées dans la conception expérimentale.

Phase 3 – En utilisant les informations sur la variance et la distribution (Phase 1 et 2), un modèle informatique a été développé pour prévoir la probabilité de l'acceptation ou de rejet des lots de figes sèches en utilisant un concept d'un plan d'échantillonnage spécifique. Un plan d'échantillonnage est défini par un niveau d'acceptation/de rejet et une procédure d'essai d'aflatoxines. La procédure d'essai de l'aflatoxine est définie par le nombre et la taille des échantillons, la méthode de préparation des échantillons (type broyeur et taille de la portion d'essai), la procédure analytique et nombre d'aliquotes quantifié. Les probabilités acceptées sont utilisées pour calculer la courbe d'efficacité du test en un modèle de plan d'échantillonnage. La courbe d'efficacité OC est utilisée pour prévoir les bons lots rejetés (risque du vendeur ou de l'exportateur) et des mauvais lots acceptés (risque de l'acheteur ou de l'importateur).

A cause de l'incertitude associée à la procédure d'essai de l'aflatoxine (les variances développées dans la phase 1), deux types d'erreurs peuvent être effectuées lors de l'utilisation d'un plan d'échantillonnage d'aflatoxine pour catégoriser les lots en tant que bons (concentration du lot en dessous d'un niveau maximal) ou mauvais (concentration du lot au dessus d'un niveau maximal). Parfois les bons lots seront testés comme "mauvais" par le plan d'échantillonnage et rejetés. Les bons lots rejetés sont souvent appelés faussement positifs ou au risque du vendeur. Parfois de mauvais lots seront testés comme "bons" par le plan d'échantillonnage et acceptés. Les mauvais lots acceptés sont souvent appelés faussement négatifs ou au risque du vendeur. La définition du vendeur ou de l'acheteur dépend de l'endroit dans le système de marché où le lot a été testé. Si les lots sont testés sur le marché de l'export, l'acheteur et le vendeur sont des importateurs et des exportateurs respectivement. Les risques de l'acheteur et du vendeur associés avec un plan d'échantillon d'aflatoxine peuvent être prévu avec l'aide d'une courbe d'efficacité (OC).

Une courbe d'efficacité généralisée est montrée dans la **Figure 2.1**. Une courbe OC indique les chances d'acceptation d'un lot à une concentration donnée par un modèle de plan d'échantillonnage spécifique. Les chances de lots rejetés peuvent aussi être déterminées en soustrayant le pourcentage de lots acceptés de 100%. Les lots avec des niveaux d'aflatoxines en dessous du niveau maximal qui sont rejetés par un plan d'échantillonnage représentent le risque du vendeur de bons lots rejetés par le modèle d'un plan d'échantillonnage. Les lots avec des niveaux d'aflatoxine au-dessus du niveau maximal qui sont acceptés par un plan d'échantillonnage représentent le risque du vendeur de mauvais lots acceptés par un modèle de plan d'échantillonnage. Le risque du vendeur (bons lots rejetés) est représenté par la zone au-dessus de la courbe OC et en-dessous du niveau maximal. Le risque de l'acheteur (mauvais lots acceptés) est représenté par la zone en dessous de la courbe OC et à gauche du niveau maximal. Un bon plan d'échantillonnage devrait essayer de minimiser les risques du vendeur et de l'acheteur pour les ressources disponibles.

Un exemple d'une courbe d'efficacité OC pour la procédure d'essai d'aflatoxine utilisée dans l'étude expérimentale (10 kg échantillon, une prise d'essai qui représente 55 g masse de figes (où l'échantillon est moulu en utilisant une méthode de préformage par bain), 1 aliquote (là où l'aflatoxine est quantifiée en utilisant des méthodes HPLC) et un niveau d'acceptation/de rejet de 10 ug/kg) est montré graphiquement dans la **Figure 2.2**. Si un échantillon de 10 kg est prélevé dans un lot avec une concentration inconnue d'aflatoxine, l'échantillon est moulu en utilisant une méthode de préformage par bain, l'aflatoxine est extraite d'une prise d'essai qui représente 55 g de figes totale et la valeur de l'aflatoxine dans une aliquote quantifiée en utilisant HPLC est inférieure ou égale à 10 ug/kg (niveau accepté/rejeté), le lot est accepté, sinon le lot est rejeté. Le pourcentage de lots acceptés par le modèle de plan d'échantillonnage avec différents lots de concentrations d'aflatoxines est décrit par la courbe OC dans la **Figure 2.2**. Par exemple, environ 87% des lots avec une vraie concentration de 5 ug/kg sera accepté (13% rejeté) par le plan d'échantillonnage décrit ci-dessus. D'autres points le long de la courbe OC peuvent être vus dans la **Figure 2.1**. Par exemple, environ 60, 23, et 8% des lots avec des concentrations à 10, 20, et 30 ug/kg seront acceptés par le modèle de plan d'échantillonnage ci-dessus respectivement. La plupart des lots avec des concentrations au-dessus de 40 ug/kg sont rejetés par le plan d'échantillonnage.

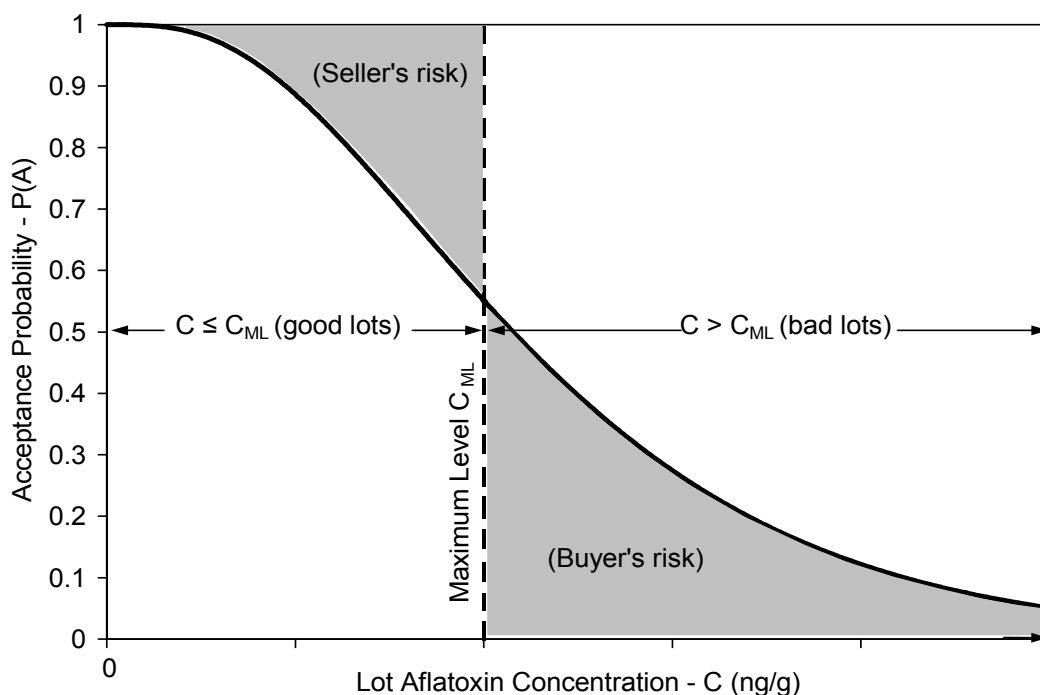
La réduction de la variabilité associée à la procédure d'essai de l'aflatoxine réduira à la fois le risque du vendeur et le risque de l'acheteur associé à un modèle de plan d'échantillonnage. La variabilité de la procédure d'essai de l'aflatoxine peut être réduite en augmentant la taille de l'échantillon (ou nombre d'échantillons d'une taille donnée), broyant l'échantillon en de plus petites particules, en augmentant la taille de la prise d'essai, en augmentant le nombre d'aliquotes quantifiées pour l'aflatoxine et en utilisant une méthode analytique plus précise (c'est-à-dire., HPLC versus TLC). La **Figure 2.3** montre trois courbes OC reflétant 5, 10, et 20 kg de tailles d'échantillons de laboratoire. L'ensemble des trois plans d'échantillonnage utilisent un niveau d'acceptation/de rejet de 10 ug/kg. Comme la taille de l'échantillon augmente, les courbes d'efficacité OC deviennent plus abruptes autour du niveau maximal de 10 ug/kg. En conséquence, les zones représentant le risque du vendeur et le risque de l'acheteur deviennent plus petites en indiquant qu'à la fois les risques diminuent tandis que la taille de l'échantillon augmente. L'augmentation de la taille de l'échantillon est souvent la première approche entreprise afin de réduire l'incertitude et les risques parce qu'ainsi que cela est indiqué dans la phase 1 de l'étude, l'étape de l'échantillonnage de la procédure d'essai de l'aflatoxine pour les figes sèches justifie la plus grande partie de la variabilité totale (99% à 10 ug/kg).

Modification du niveau accepté/rejeté d'un modèle de plan d'échantillonnage relatif au niveau maximal peut aussi être utilisé afin de réduire soit le risque du vendeur ou le risque de l'acheteur mais pas les deux risques en même temps. La **Figure 2.4** montre trois courbes d'efficacité OC pour des limites d'acceptation/de rejet de 5, 10, et 15 ug/kg. On est parti du principe que le niveau maximal est constant à 10 ug/kg. Lorsque le niveau d'acceptation/de rejet est égal au niveau maximal (10 ug/kg), à la fois le vendeur et l'acheteur partagent les risques associés au plan d'échantillonnage. Si le niveau d'acceptation/de rejet est réduit à une valeur en dessous du niveau réglementaire (5 versus 10 ug/kg), la courbe OC représentant 5 ug/kg présente un glissement vers la gauche. Lorsque comparé à la courbe OC pour un niveau d'acceptation/de rejet de 10 ug/kg, la zone représentant le risque du vendeur augmente et la zone représentant le risque de l'acheteur diminue. La réduction du niveau d'acceptation/de rejet à une valeur en dessous du niveau maximal réduit le risque du vendeur mais augmente le risque du vendeur. Souvent les importateurs souscriront à un produit là où ils spécifient que les lots d'exportations doivent répondre à un niveau d'acceptation/de rejet en dessous de leur niveau maximal parce que cela réduit le risque de l'importateur mais cela force l'exportateur à prendre la part la plus large de risques.

Si le niveau d'acceptation/de rejet est augmenté à une valeur au-dessus du niveau maximal (15 versus 10 ug/kg), la courbe OC représentant 15 ug/kg présente un glissement vers la droite. Lorsque comparé à la courbe d'efficacité OC pour un niveau d'acceptation/de rejet de 10 ug/kg, la zone représentant le risque du vendeur diminue et la zone représentant le risque de l'acheteur augmente. Ainsi l'augmentation du niveau de rejet/d'acceptation au dessus du niveau maximal augmente le risque de l'acheteur mais réduit le risque du vendeur. L'utilisation d'un niveau d'acceptation/de rejet plus grand que le niveau maximal n'est pas utilisé souvent mais est utilisé parfois tôt dans le système du marché lorsqu'un fabricant peut nettoyer ou réduire la contamination en transformant le produit et en réduisant la contamination. Le fabricant sait que l'utilisation des méthodes de transformation telles que le classement des colorants réduira la contamination et augmentera les chances que le lot passe l'inspection plus tard dans le système de marché.

Les échantillons multiples peuvent également être utilisés pour réduire le risque de l'acheteur. La **Figure 2.5** montre que les trois courbes d'efficacité OC représentant l'emploi de 1, 2, ou 3 dizaines de kg d'échantillons (1x10 kg, 2x10 kg, et 3x10 kg) où tous les échantillons doivent tester moins ou de façon égale le niveau d'acceptation/de rejet de 10 ug/kg d'aflatoxines totale (même que le niveau maximal) afin que le lot soit accepté. La courbe d'efficacité OC indique un glissement vers la gauche puisque davantage d'échantillons sont requis pour tous les tests moins que le niveau d'acceptation/de rejet. Si un des multiples échantillons a un meilleur test que le niveau d'acceptation/de rejet, le lot est rejeté (même si la moyenne des multiples valeurs d'échantillons est moindre ou égale au niveau d'acceptation/de rejet). L'effet qui consiste à exiger des échantillons multiples qui obtiennent tous des résultats moindres ou égaux au niveau d'acceptation/de rejet est similaire en utilisant le niveau d'acceptation/de rejet qui est moindre que le niveau maximal avec un échantillon unique (**Figure 2.4**). Ce modèle de plan d'échantillonnage est souvent utilisé tardivement dans le système de marché pour les produits prêts à consommer afin de réduire les chances d'acceptation du produit avec des concentrations au-dessus du niveau maximal. Toutefois le risque du vendeur de rejet de bons lots augmente alors que le nombre d'échantillons testés augmente.

Les exemples ci-dessus montrent comment les courbes d'efficacité OC peuvent être utilisées pour évaluer la performance des modèles de plan d'échantillonnage et la façon de modifier les éléments de modèle afin de réduire les risques associés au plan d'échantillonnage. Le vendeur en discussion avec l'acheteur des figes sèches doit établir les niveaux de risque que chacun tolère. Lorsqu'il y a un accord, l'industrie de la fige sèche peut évaluer divers modèles de plans d'échantillonnage dans un effort pour trouver un modèle qui réponde aux objectifs stipulés à la fois par le vendeur et l'acheteur.



Seller's risk: Risque du vendeur

Good lots: bons lots

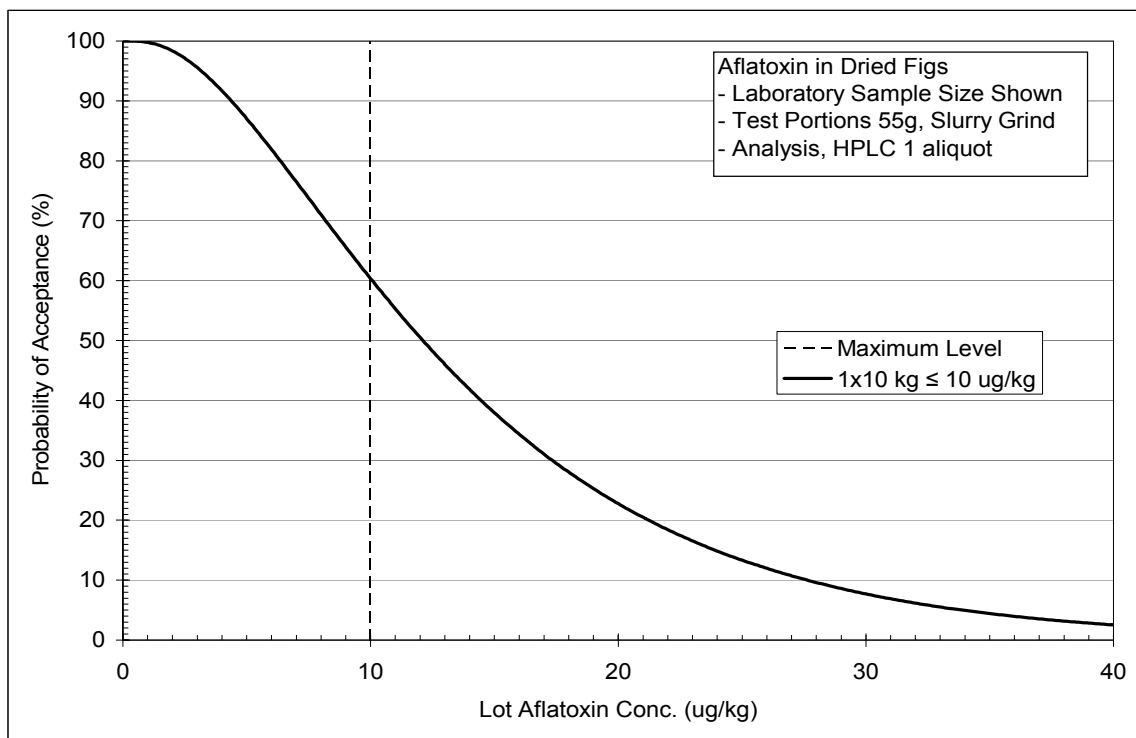
Bad lots: mauvais lots

Buyer's risk: risque de l'acheteur

Acceptance probability: Acceptation de la probabilité

Lot aflatoxin concentration: concentration du lot d'aflatoxine

Figure 2.1. Une forme typique d'une courbe d'efficacité caractéristique utilisée pour évaluer le risqué du vendeur (lots négatifs mauvais ou lots mauvais acceptés) et risqué du vendeur (lots faussement positifs ou bons lots rejetés) associé avec un plan d'échantillonnage.



Probability of acceptance (%): probabilité d'acceptation (%)

Lot aflotoxine Conc.: concentration du lot d'aflatoxine

Aflotoxine in dried figs: aflatoxine dans les figues sèches

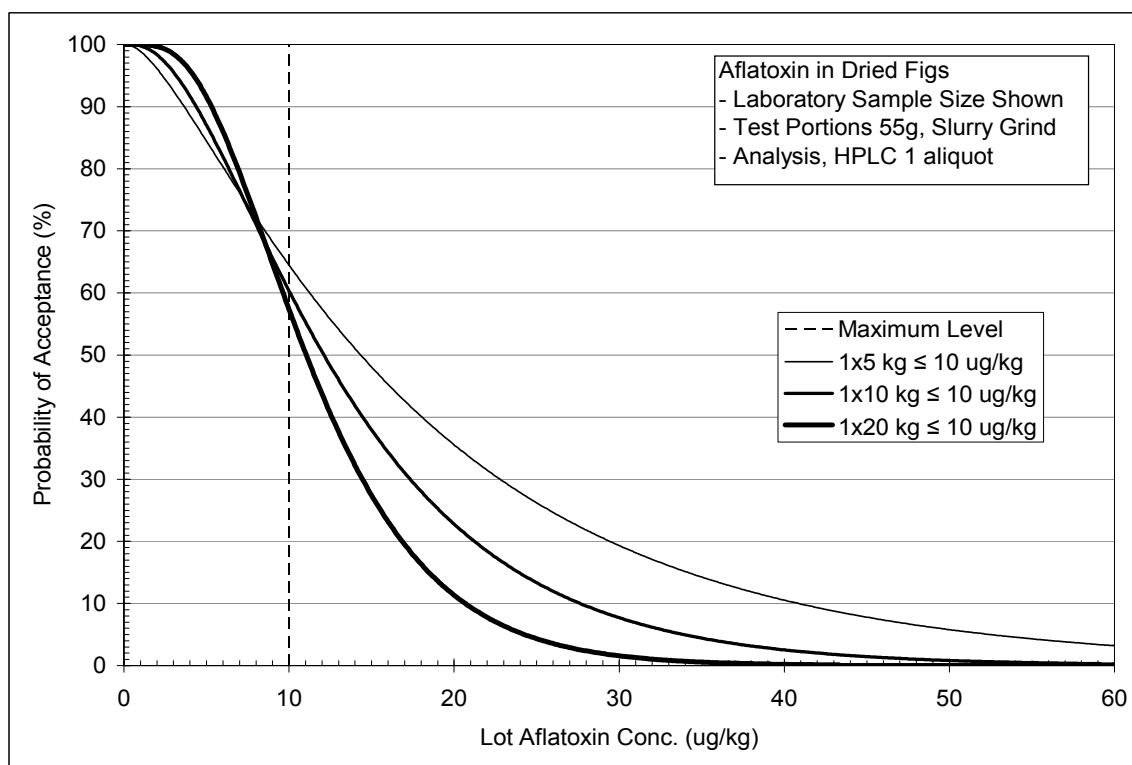
Laboratory sample size shown: taille de l'échantillon de laboratoire montré

Test portions 55 g, Slurry Grind: Prise d'essai 55 g suspension broyage

Analysis, HPLC, 1 aliquot: Analyse HPCL, 1 aliquote

Maximum level: niveau maximal

Figure 2.2. Courbe d'efficacité caractéristique décrivant la performance du plan d'échantillonnage d'aflatoxine qui utilise un échantillon unique de 10 kg, dilacération par préformage de bain, 1 prise d'essai avec 55 g totale figues, quantifies l'aflatoxine dans 1 aliquote utilisant des méthodes CLHP et un niveau accepté/rejeté de 10 ug/kg d'aflatoxines totales.



Probability of acceptance (%): probabilité d'acceptation (%)

Lot aflatoxine Conc.: concentration du lot d'aflatoxine

Aflatoxine in dried figs: aflatoxine dans les figues sèches

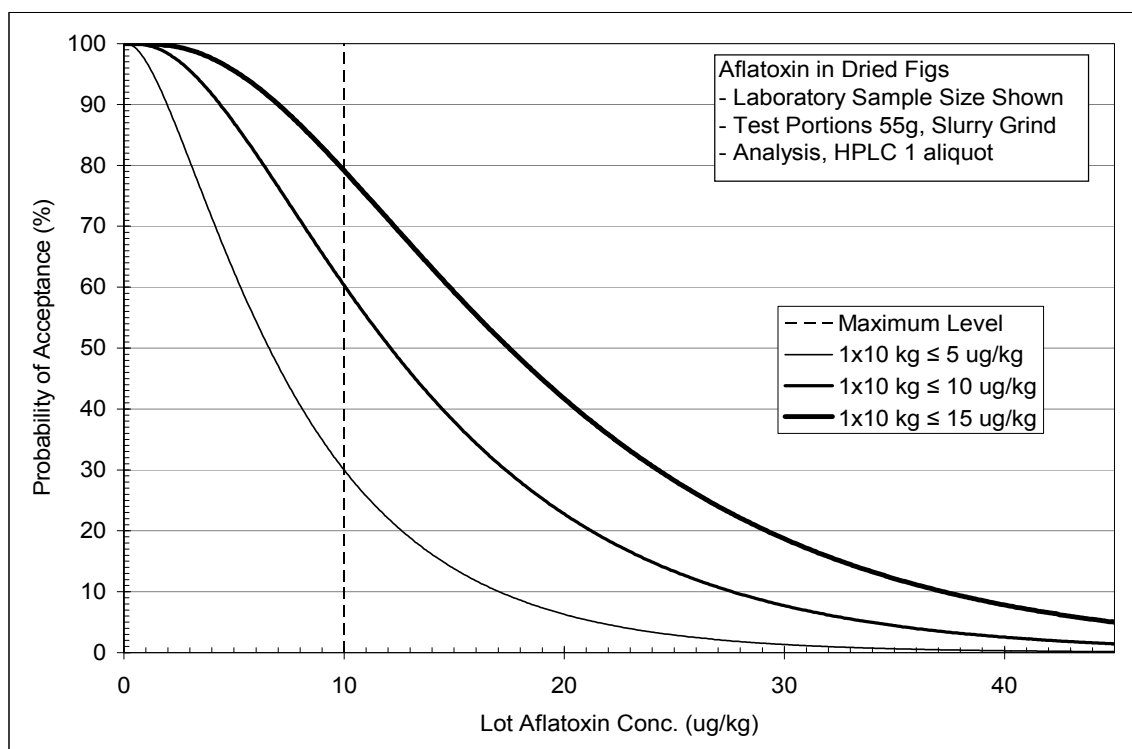
Laboratory sample size shown: taille de l'échantillon de laboratoire montré

Test portions 55 g, Slurry Grind: Prise d'essai 55 g suspension broyage

Analysis, HPLC, 1 aliquot: Analyse HPCL, 1 aliquote

Maximum level: niveau maximal

Figure 2.3. Trois courbes d'efficacité (OC) décrivant la performance de trois plans d'échantillonnage d'aflatoxines pour les figues sèches utilisant soit un échantillon de 5, 10 et 20 kg, dilacération par préformage de bain, 1 prise d'essai avec 55 g totale figues, 1 aliquote, CLHP et limite acceptée/rejetée = 10 d'aflatoxines totales.



Probability of acceptance (%): probabilité d'acceptation (%)

Lot aflotoxine Conc.: concentration du lot d'aflotoxine

Aflotoxine in dried figs: aflotoxine dans les figues sèches

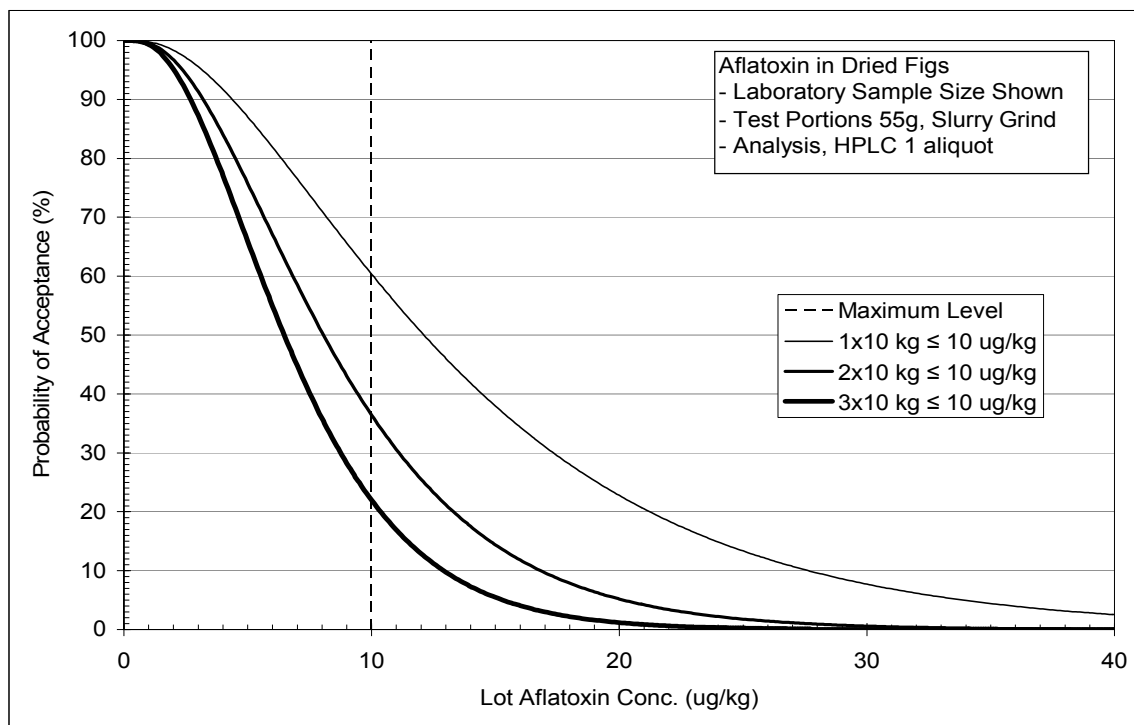
Laboratory sample size shown: taille de l'échantillon de laboratoire montré

Test portions 55 g, Slurry Grind: Prise d'essai 55 g suspension broyage

Analysis, HPLC, 1 aliquot: Analyse HPCL, 1 aliquote

Maximum level: niveau maximal

Figure 2.4. Trois courbes d'efficacité (OC) décrivant la performance de trois plans d'échantillonnage d'aflatoxines pour les figues sèches utilisant un échantillon 10 kg, dilacération par préformage de bain, 1 prise d'essai avec 55 g totale figues, 1 aliquote, CLHP et trois limites acceptées/rejetées de 5, 10 et 15 ug/kg d'aflatoxines totales.



Probability of acceptance (%): probabilité d'acceptation (%)

Lot aflatoxine Conc.: concentration du lot d'aflatoxine

Aflatoxine in dried figs: aflatoxine dans les figues sèches

Laboratory sample size shown: taille de l'échantillon de laboratoire montré

Test portions 55 g, Slurry Grind: Prise d'essai 55 g suspension broyage

Analysis, HPLC, 1 aliquot: Analyse HPCL, 1 aliquote

Maximum level: niveau maximal

Figure 2.5. Trois courbes d'efficacité (OC) décrivant la performance de trois plans d'échantillonnage d'aflatoxines pour les figues sèches utilisant 1x10 kg, 2x10 kg et 3x10 kg d'échantillons multiples, broyage de préformage par bain, 1 prise d'essai avec 55 g fig totale, 1 aliquote, CLHP et un niveau accepté/rejeté de 10 ug/kg. Tous les échantillons doivent être testés \leq 10 ug/kg d'aflatoxines totales pour un lot pour être accepté.

ANNEX IV

**LIST OF PARTICIPANTS
LISTE DES PARTICIPANTS
LISTA DE PARTICIPANTES**

CHAIRPERSON/PRESIDENT/PRESIDENTE**Selman AYAZ**

Head of Food Establishments and Codex Department
Ministry of Food, Agriculture and Livestock
Eskişehir Yolu 9. Km Lodumlu Ankara TURKEY
Tel: +90 312 2587704
Fax: +90 312 2587760
E-mail: selman.ayaz@tarim.gov.tr

Ms Betül VAZGEÇER, PhD

Engineer
Ministry of Food, Agriculture and Livestock
Eskişehir Yolu 9. Km Lodumlu Ankara TURKEY
Tel: +90 312 2587754
Fax: +90 312 2587760
E-mail: betul.vazgecer@tarim.gov.tr

Mr Hayrettin ÖZER, PhD

Tubitak Marmara Research Center
Baris Mah. Dr Zeki Acar Cad. No. 1 P.K. 21
Gebze 41470 Kocaeli TURKEY
E-mail: hayrettin.ozer@mam.gov.tr

Ms Uygun AKSOY

Professor
Ege University Faculty of Agriculture
Bornova 35100, Izmir TURKEY
Tel.: + 902323884000 ext 2742
Fax.: + 90232 388186 5
E-mail: uygun.aksoy@ege.edu.tr

MEMBER COUNTRIES**ALGERIA****Mr. Ainouche AKLI**

Division Chief Technical in the Algeria
Center of Quality Control and Packaging.
E mail: ainouche_dz@yahoo.fr

ARGENTINA – ARGENTINE

Punto Focal del Codex Alimentarius Argentina
Ministerio de Agricultura, Ganadería y Pesca
Av. Paseo Colón 922 Oficina 29
Tel.: (+54 11) 4349-2549
Fax.: (+54 11) 4349-2244
E-mail: codex@minagri.gob.ar

Daniela Rodríguez Ierace

Instituto Nacional de Tecnología Industrial
Depto.de Metrología Científica e Industrial
Teléfono (54 11) 4724 6200/300/400
Interno 6590/6323
Fax (54 11) 4713 5311
E mail: dierace@inti.gob.ar

BRAZIL**Ms Ligia LINDNER SCHREINER**

Specialist on Regulation and Health Surveillance
Agency National Health Surveillance General Office of Food SIA
Trecho 5 Setor Especial 57, Bloco D, 2 Andar 71205-050 Brasília
Tel: +556134625399
Fax: +556134625313
E-mail: ligia.schreiner@anvisa.gov.br

CHINA

Yongning WU, Ph D, MD Professor and Director
China CDC Key Lab of Chemical Safety and Health& WHO
Collaborating Center for Food Contamination Monitoring (China)
National Institute of Nutrition and Food Safety, Chinese Center for
Disease Control and Prevention 29 Nanwei Raod, Beijing 10050
Tel 86-10-83132933 67776790
Fax 86-10-67776790
E mail: china_cdc@yahoo.cn wuyncdc@yahoo.com.cn

COSTA RICA**Ms Maria Elena AGUILAR SOLANO**

Regulador de la Salud Ministerio de Salud
Direccion Regulacion de la Salud, Unidad de
Normalizacion Apto. 10123-1000 San Jose
Tel: +50622336922
Fax: +50622554512
E-mail: maguilar141@gmail.com

CROATIA**Ms. Ivana PRSKALO**

Public Health Institute "dr. Andrija Stampar
Laboratory of Food Quality and Safety
Mirogojska 16, Croatia, 10000 Zagreb
Phone: +38514696237
Mobile: +38598696864
E-mail: ivana.prskalo@stampar.hr
ivana1809@gmail.com

DOMINICAN REPUBLIC**Matilde Vasquez**

PCC-Dominican Republic
Email: codexsespas@yahoo.com
Tel: +1 - 809-541-0382

EGYPT - ÉGYPTTE - EGIPTO**Ms Amal Moustafa AHMED**

Head of Toxicology and Pathology
Regional Center for Food and Feed Agriculture Research Center 9
El Gama St Cairo EGYPT
Tel: +0106048656
E-mail: ciff@intouch.com

Ms Essam OSMAN FAYED

Department of Permanent Representative of
Egypt to V.N. Agencies Embassy of Arab Republic of Egypt
Agriculture Office Via Salaria 267 00199 Rome ITALY
Tel: +39068548956
Fax: +39068542603
E-mail: egypt@agrioffegypt.it

EUROPEAN UNION**Mr Frans VERSTRAETE**

Administrator/European Commission
DG Health and Consumers
Rue Froissart 101 1040 Brussels BELGIUM
Tel: +3222956359
Fax: +3222991856
E-mail: frans.verstraete@ec.europa.eu
codex@ec.europa.eu

GHANA**Dr. Kafui KPODO**

Head of Food Chemistry Division
Food Research Institute Council for Scientific & Industrial Research
P.O. Box M 20Accra
E-mail: kafui@kpodo.net

Mr. Ebenezer Kofi ESSEL

Ag. Head Food Inspectorate Department
Food and Drugs Board Food Division
P.O. Box CT 2783 Cantonments Accra
E-mail: kooduntu@yahoo.co.uk

Dr. Samuel LOWOR

Ag Head, Biochemistry Division Cocoa Research Institute of Ghana
P. O. Box 8 New Tafo – Akim
E-mail: slowor2@yahoo.co.uk

Ms. Genevieve BAAH

Head, Food and Beverage Laboratory Ghana Standards
BoardAccra P.O. Box MB 245 Accra
E-mail: obaah@yahoo.com

Ms. Joyce OKOREE

Codex Contact Point
Ghana Standards Board P. O. Box MB 245 Accra
Email: codex@qsb.gov.gh

INDIA**Mr Suresh NARAYAN SINHA**

Scientist-D National Institute of Nutrition
Hyderabad 500 007 INDIA
Tel: +0919502140146
E-mail: nin@ap.nic.in

Mr Jasvir SINGH

Manager Scientific & Regulatory Affairs
ITC Limited/Foods Division Thapar House, 124 - Janpath Lane 110
001 New Delhi INDIA
Tel: +9958995804/+919958995804
E-mail: Jasvir.singh@itc.in

IRAN (ISLAMIC REPUBLIC OF)**Mr Mehdi ALLAHYARI**

Member of Irans CCCF
Marjankhatam Co. Food Department
No. 44, Shaghayegh St., Abdollahzadeh Ave.
Keshavarz Blvd Tehran IRAN
Tel: +989188113146
Fax: +982188966518
E-mail: alchemist202@yahoo.com

Ms Aazamosadat MESHKANI

Member of Irans CCCF
Marjankhatam Co. Food Department
No. 44, Shaghayegh St., Abdollahzadeh Ave.
Keshavarz Blvd Tehran IRAN
Tel: +989123175235/+982188982132-5
Fax: +982188966518
E-mail: ameshkani@yahoo.com

JAPAN**Mr Wataru IIZUKA**

Section Chief
Standards and Evaluation Division Department of Food Safety
Ministry of Health, Labour and Welfare 1-2-2 Kasumigaseki,
Chiyoda-ku, Tokyo 100-8916, Japan
E-mail: codexj@mhlw.go.jp

Dr Yoshiko SUGITA-KONISHI

Director
Division of Microbiology National Institute of Health Sciences 1-18-1
Kamiyoga, Setagaya-ku
Tokyo 158-8501, JAPAN
E-mail: ykonishi@nihs.go.jp

KENYA**Ms Alice Akoth OKELO ONYANGO**

Manager National Kenya Codex Contact Point
Standard Development and International Trade Division P.O. Box
5497, 00200 Nairobi KENYA
Tel: +25420605490
Fax: +25420609660
E-mail: akothe@kebs.org
info@kebs.org

Grace MUCHEMI

Pest Control Products Board in Kenya
E mail: muchemi.grace@gmail.com

MALI**Mr Mahamadou SAKO**

Directeur Général Adjoint Agence Nationale de la Sécurité Sanitaire
des Aliments Ministère de la Santé Centre Commercial, Quartier du
Fleuve Rus 305 BPE 2362 Bamako MALI
Tel: +22320220754
Fax: +22320220747
E-mail: mahamadousako@yahoo.fr

MEXICO**Mr. Alfredo Arias RUÍZ**

alfredo.arias@senasica.gob.mx

Cruz Gudelio Palma ROSAS

Centro Nacional De Referencia De Plaguicidas Y Contaminantes (Cnrpyc). Carretera Federal México-Pachuca km 37.5 Municipio de Tecamac, Estado de México C.P. 55740
Tel: (55) 59 05 1000, ext. 53034
E-mail: gudeliopalma@yahoo.com

MOROCCO**Samira ELKOUBUIYA**

E-mail: selkoubiia@gmail.com
GSM: +212 661 742 823

Khadija ARIF

Secrétariat du Comité National du Codex
E mail: cnc_ma@yahoo.fr
Tel: +212 537 676 618

Mr Nabil ABOUCHOAIB

Veterinarian
Office National de Securite Sanitaire des Produits Alimentaires Rue Cherkaoui Agdal
10000 Rabat MOROCCO
Tel: +212673997844
Fax: +212 537682049
E-mail: nabilabouchoaib@gmail.com

SPAIN**Pedro A. Burdaspal**

Head, Chemical Area National Center for Food Spanish Food Safety and Nutrition Agency 28220 Majadahonda (Madrid) Spain
Tel: 34 918223010
Fax: 34 918225097913
E-mail: pburdaspal@mspsi.es

Ana Isabel Blanch CORTÉS

E-mail: anaisabel.blanch@marm.es

Jorge Muñoz PALENCIA

E-mail: jmunozp@marm.es

Mª Luisa Aguilar ZAMBALAMBERRI

Jefe de Servicio Punto de Contacto Codex para España
Spanish Codex Contact Point C/ Alcalá 56, 280071 MADRID
Tel: 91- 3380 429
Fax: 91 33 80169
E-mail: cioa@msps.es

SYRIAN ARAB REPUBLIC**Mr Abdulrazzak ALHOMSI AJJOUR**

Director of Alimentary Department at SASMO and Secretariat of NCCP Syrian Arab Organization for Standardization and Metrology (SASMO) P.O. Box 11836 Damascus
Tel: +963114529825/+963113712214
Fax: +963 11 4528214
Email: homs55@gmail.com
codex-sy@sasmo.net

Mr Nedal ADRA

Syrian Arab Organization for Standardization and Metrology (SASMO) P.O. Box 11836 Damascus
E-mail: nedaladra@gmail.com
sasmo@net.sy

THAILAND**Mr Sakchai SRIBOONSUE**

Secretary General
National Bureau of Agricultural Commodity and Food Standards 50 Phaholyothin Rd., Ladyao, Chatuchak 10900 Bangkok THAILAND
Tel: +6625613699
Fax: +6625613697
E-mail: sakchai@acfs.go.th

Ms Jiraporn BANCHUEN

Standard Officer
Office of Commodity and System Standards
National Bureau of Agricultural Commodity and Food Standards 50 Phaholyothin Rd., Ladyao, Chatuchak 10900 Bangkok THAILAND
Tel: +6625612277 ext. 1416
Fax: +6625613373
E-mail: jiraporn@acfs.go.th

TUNISIA**Mr Hamdi MEJRI**

Ingenieur Agronome Agence Nationale de Controle Sanitaire et Environnemental des Produits Ministère de la Sante Publique 2 Rue Ibn Nadim Montplaisir 1073 TUNISIA
Tel: +21671901835
Fax: +21671909233
E-mail: mejry@yahoo.fr

Ms Zohra SOUALHIA TOUATI

Ingenieur en Chef Agence Nationale de Controle Sanitaire et Environnemental des Produits
Direction de Controle Environnemental des Produits ANCSEP, 2 Rue Lnb Nadim-Montplaisir 1073 Montplaisir TUNISIA
Tel: +0021671903942
Fax: +0021671909943
E-mail: zohra.soualhia@yahoo.fr

TURKEY**Mr Nihat PAKDİL**

General Director
Ministry of Food, Agriculture and Livestock
General Directorate of Food and Control
Eskişehir Yolu 9. Km Lodumlu Ankara TURKEY
E-mail: nihat.pakdil@tarim.gov.tr

Mr Menase GABAY

Vice-Chairman of Administrative Board of Aegean Dried Fruits Exporters' Association
Ataturk Cad. No. 382 Alsancak, 35220 Izmir TURKEY
E-mail: eib@egebirlik.org.tr

Mr Necdet KÖMÜR

Aegean Dried Fruits Exporters' Association
Ataturk Cad. No. 382 Alsancak, 35220 Izmir TURKEY
E-mail: necdet.komur@egebirlik.org.tr

Mr Tuğrul KAYMAK

Head of Mycotoxin Laboratory Division
Ministry of Agriculture and Rural Affairs,
Ankara Control Laboratory Mycotoxin Division
Gayret Mh. Sehit Cem Ersever Cd. No. 12, Yenimahalle, 06170 Ankara TURKEY
E-mail: tugrulkaymak@yahoo.com

UNITED KINGDOM**Eli AMANATIDOU**

Mycotoxins Team Food Safety: Contaminants
Food Standards Agency
E-mail: mycotoxins@foodstandards.gsi.gov.uk

UNITED STATES OF AMERICA**Mr Nega BERU**

Director, Office of Food Safety
 Center for Food Safety and Applied Nutrition
 Food and Drug Administration 5100 Paint Branch Parkway College
 Park, Maryland 20740 USA
 Tel: +13014362021
 Fax: +13014362632
 E-mail: nega.beru@fda.hhs.gov

Garnett E. Wood, Ph.D.

Office of Food Safety, HFS-317
 Center for Food Safety and Applied Nutrition
 Food and Drug Administration 5100 Paint Branch Parkway College
 Park, MD 20740
 Tel: (301)-436-1942
 E-mail: garnett.wood@fda.hhs.gov

Thomas B. Whitaker, PhD

USDA/ARS (Retired)
 Professor Emeritus
 Biological and Agricultural Engineering Dept.
 Box 7625
 N.C. State University
 Raleigh, NC 27695-7625
 Phone: (919) 515-6731
 Fax: (919) 515-7760

ZAMBIA/ZAMBIE**Dingiswayo SHAWA**

Zambia Bureau of Standards, Freedom way, Lechwe House,
 p.o box 50259, 10101 Lusaka, Zambia.
 E-mail: dshaw@zabs.org.zm
 E-mail: dngswyo@yahoo.com
 Tel: +260(211)231 385/227 075

INTERNATIONAL GOVERNMENTAL ORGANIZATIONS**FAO****Ms Annika WENNBERG**

FAO JECFA Secretary
 Food and Agriculture Organization of the United Nations
 Nutrition and Consumer Protection Division
 Viale delle Terme di Caracalla
 00153 Roma ITALY
 Tel: +390657053283
 Fax: +390657054593
 E-mail: annika.wennberg@fao.org

WHO**Ms Angelika TRITSCHER**

WHO JECFA Secretary
 Department of Food Safety, Zoonoses World Health Organization
 20, Avenue Appia
 1211 Geneva 27 SWITZERLAND
 Tel: +41227913569
 Fax: +41227914807
 E-mail: tritschera@who.int

INTERNATIONAL NON-GOVERNMENTAL ORGANIZATIONS**CIAA****Lorcan O'FLAHERTY**

Junior Manager Food Policy, Science and R&D
 Confederation of the Food and Drink Industries of the EU
 Tel: +02 5008756
 Fax: +02 5081021
 E-mail: l.oflaherty@ciaa.eu

INC**Mr. Giuseppe CALCAGNI**

Chairman
 Scientific and Government Affairs Committee
 INC International Nut and Dried Fruit Foundation
 Calle Boule 2, 43201 Reus, Spain
 Tel: +34 977 331 416
 Fax: +34 977 315 028
 E-mail: giuseppe.calcagni@besanagroup.com

Ms. Irene Gironès

Technical Projects Coordinator
 INC International Nut and Dried Fruit Foundation
 Calle Boule 2, 43201 Reus, Spain
 Tel: +34 977 331 416
 Fax: +34 977 315 028
 E-mail: irene.girones@nutfruit.org

DUTCH GOVERNMENT COMMITTEE SECRETARIAT**Mr Niek SCHELLING**

Head Technical Secretariat
 Ministry of Agriculture, Nature and Food Quality
 Department of Food, Animal Health and Welfare and Consumer
 Policy P.O. Box 20401,
 2500 EK The Hague NETHERLANDS
 Tel: +31703784426
 Fax: +31703786134
 E-mail: info@codexalimentarius.nl

TURKISH GOVERNMENT SECRETARIAT**Ms Nilufer ALTUNBAS**

Engineer
 Ministry of Food, Agriculture and Livestock
 General Directorate of Food and Control
 Eskişehir Yolu 9. Km Lodumlu Ankara TURKEY
 Tel: +90 312 4174176 ext 6210
 Fax: +90 312 4254416
 E-mail: nilufer@kkgm.gov.tr