



PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES

COMITÉ DU CODEX SUR LES CONTAMINANTS DANS LES ALIMENTS

Dix-huitième session

23-27 Juin 2025

Bangkok (Thaïlande)

PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE ET CRITÈRES DE PERFORMANCE NUMÉRIQUES POUR LES MÉTHODES D'ANALYSE

POUR LES AFLATOXINES TOTALES ET L'OCRATOXINE A DANS CERTAINES ÉPICES

(Préparées par le groupe de travail électronique présidé par l'Inde)

CONTEXTE

1. La 17^e session du Comité du Codex sur les contaminants dans les aliments (CCCF17, 2024) a reconnu la nécessité de développer des plans d'échantillonnage spécifiques et des critères de performance des méthodes pour l'analyse des aflatoxines totales et de l'ochratoxine A dans des épices sélectionnées, à savoir la noix de muscade, le piment séché et le paprika. Cette initiative répond aux risques sanitaires connus posés par ces mycotoxines et à la difficulté d'assurer un échantillonnage représentatif dans des matrices d'épices très variables. Étant donné la complexité de l'élaboration de plans d'échantillonnage adaptés, le Comité a rétabli le groupe de travail électronique (GTE), présidé par l'Inde, afin d'examiner les questions en suspens et de poursuivre l'élaboration du plan d'échantillonnage. Le plan d'échantillonnage révisé sera diffusé pour observations et examen par la 18^e session du CCCF.
2. Le mandat du GTE consistait à finaliser le plan d'échantillonnage (Appendice I), en veillant à la cohérence avec les orientations du Codex et la *Norme générale pour les contaminants et les toxines présents dans les produits de consommation humaine et animale* (CXS 193-1995), en tenant compte des considérations relatives à la valeur des produits, à l'aspect pratique de la mise en œuvre et aux critères de performance numériques pour les méthodes d'analyse.¹
3. La 17^e session du CCCF a également convenu de transmettre les plans d'échantillonnage à la 47^e session de la Commission du Codex Alimentarius (CAC47, 2024) pour adoption à l'étape 5. La CAC47 a adopté les plans d'échantillonnage à l'étape 5 tels que proposés par le Comité.²

PROCÉDÉ DE TRAVAIL

4. Le groupe de travail électronique (GTE), composé de 17 pays membres, a mené ses travaux dans le cadre de deux séries de consultations. Des commentaires sur le premier projet ont été reçus de l'Indonésie, de la Thaïlande et des États-Unis d'Amérique (USA), tandis que le deuxième projet a reçu des contributions du Brésil, de l'Indonésie et des États-Unis d'Amérique. Un résumé des commentaires soumis lors des discussions du GTE est présenté dans l'Appendice II. La liste des participants est présentée à l'Appendice III.
5. Le groupe de travail électronique (GTE) a mené ses activités virtuellement via le forum en ligne du GTE. La première version du plan d'échantillonnage a été diffusée pour observations en octobre 2024, la période de consultation s'étendant jusqu'en décembre 2024. Après examen des observations reçues, un deuxième projet a été diffusé en janvier 2025, la date limite de soumission des observations supplémentaires étant fixée à février 2025.
6. Les principaux éléments des travaux du GTE sont les suivants:
 - Examen de la littérature analytique sur les aflatoxines dans les épices.
 - Comparaison des méthodes d'échantillonnage avec celles utilisées pour les céréales, les fruits à coque et les fruits secs.
 - Évaluation de la précision analytique et des normes de récupération.

¹ REP24/CF17, par. 81-92

² REP14/CAC47, par. 68(ii), Appendice III

- Considération de l'aspect pratique pour les pays en développement et les petits exportateurs.

7. Le projet de plan d'échantillonnage révisé reflète les mises à jour basées sur les discussions et les suggestions des pays membres, notamment en ce qui concerne les poids des échantillons, la précision analytique et la structure des tableaux d'échantillonnage. Les principaux changements par rapport au projet précédent comprennent la clarification des structures des sous-lots, l'amélioration de l'alignement des tailles d'échantillons élémentaires et globaux pour tous les types de particules, et la révision des critères de performance analytique sur la base du Codex et des normes internationales.

POINTS CLÉS DE LA DISCUSSION

8. **Poids de l'échantillon pour les épices à grande taille de particules:** L'Indonésie a proposé d'augmenter le poids de l'échantillon élémentaire de 100 à 200 g afin d'améliorer la représentativité. Toutefois, la 17^e session du CCCF avait précédemment convenu d'un poids minimal compte tenu de la valeur élevée des épices. La proposition n'a pas été adoptée.
9. **Corrections syntaxiques dans les Tableaux:** Les corrections rédactionnelles visant à éviter les chevauchements de définitions dans les fourchettes de poids des lots ont été acceptées (par exemple, remplacer «>10 - ≤15» par «> 10 - < 15»).
10. **Plan d'échantillonnage pour les épices en poudre:** En raison de l'hétérogénéité et de préoccupations pratiques, plusieurs valeurs pour la taille de l'échantillon élémentaire ([40 g], [80 g]) et le poids de l'échantillon global ([0,1 - 4,0 kg]) restent à l'étude et sont placées entre [crochets].
11. **Performance de la méthode analytique:** Les modifications proposées pour la précision de la méthode (≤ 20 %) et la récupération (70-120 %) n'ont pas été adoptées en raison d'un manque d'alignement sur les fourchettes internationalement acceptées. Les valeurs actuelles (≤44 % de précision, 60-115 % de récupération) reflètent des attentes réalistes à de faibles niveaux de contamination, conformément aux réglementations de l'Union européenne (UE) et aux pratiques du Codex.
12. **Reformatage des Tableaux:** Les en-têtes des Tableaux ont été mis à jour pour plus de clarté (par exemple, en indiquant explicitement le type de produit). Les colonnes «poids ou nombre de sous-lots» ont été conservées pour préserver l'exhaustivité technique malgré certaines demandes de simplification.
13. **AFB1 en tant qu'analyte séparé:** Une limite maximale (LM) distincte de 15 µg/kg pour l'AFB1 a été ajoutée au Tableau 7, reflétant la reconnaissance de sa plus grande toxicité et l'harmonisation avec les pratiques internationales.

CONCLUSIONS

14. Le GTE a développé avec succès un plan d'échantillonnage harmonisé pour les épices de différentes tailles de particules et de différents états (entières, écrasées, en poudre). Le GTE a considérablement amélioré la structure, la clarté et la solidité scientifique du plan d'échantillonnage. Le projet mis à jour:
- Différencie les méthodes d'échantillonnage des épices en fonction de la taille des particules.
 - Comprend des tableaux détaillés pour guider l'échantillonnage élémentaire et global.
 - Fournit des critères de performance de la méthode basés sur des normes internationales.
15. Les questions non résolues liées à l'échantillonnage des épices en poudre (tailles d'échantillons élémentaires et poids des échantillons globaux) restent entre crochets pour une discussion ultérieure.
16. Il a été décidé de:
- Maintenir un poids d'échantillon élémentaire de 100 g.
 - Maintenir la précision à un niveau ≤ 44 %, conformément aux pratiques internationales établies.
 - Conserver une récupération de 60 à 115 % pour la plupart des gammes analytiques.
 - Envisager la création d'une LM distincte pour l'AFB1, sous réserve d'un consensus plus large au sein du CCCF.

RECOMMANDATIONS

17. Le CCCF est invité à prendre en compte les points suivants:

Plans d'échantillonnage

- (i) La structure du plan d'échantillonnage, la logique de subdivision et les critères de taille de l'échantillon tels que présentés à l'Appendice I, y compris les dispositions restées en suspens, indiquées entre crochets, et les critères de performance numériques en vue de leur finalisation par la 18^e session du CCCF.

- (ii) Rejeter la proposition de passer à une précision ≤ 20 % et à des échantillons élémentaires obligatoires de 200 g, car ces propositions manquent de faisabilité scientifique et opérationnelle.
- (iii) Corriger les chevauchements de notations dans les Tableaux (par exemple, « > 10- $\leq$ 15 » en « > 10-< 15 ») afin d'éviter les erreurs d'interprétation.

Critères de performance numérique pour les méthodes d'analyse

- (iv) Conserver les critères de performance de la méthode actuelle pour:
 - Précision de ≤ 44 %.
 - Récupération de 60 à 115 %.

Autres sujets

- (v) Envisager l'adoption d'une LM distincte pour l'AFB1 (15 $\mu\text{g/kg}$) dans les discussions futures, compte tenu de son importance toxicologique et de l'alignement sur les précédents internationaux.

APPENDICE I

**PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE POUR LES AFLATOXINES TOTALES ET L'OCHRATOXINE A DANS LA
NOIX DE MUSCADE, LE PIMENT SÉCHÉ ET LE PAPRIKA**

(Pour observations à l'étape 6)

A) Épices avec une grande taille de particule (noix de muscade entière, piment séché entier et paprika entier)

Dans le cas de grands lots et à condition que les sous-lots puissent être séparés physiquement, chaque lot est subdivisé en sous-lots conformément au Tableau 1. Compte tenu du fait que le poids du lot n'est pas toujours un multiple exact du poids des sous-lots, le poids du sous-lot peut dépasser le poids mentionné dans le tableau 1 de 20 % au maximum.

**Tableau 1: Subdivision des sous-lots d'épices en fonction du poids du lot
– Muscade entière, piment séché entier et paprika entier -**

Poids du lot (en tonnes)	Poids ou nombre de sous-lots	Nombre d'échantillons élémentaires	Poids de l'échantillon global (kg)
≥ 500	100 tonnes	100	10
> 125 et < 500	5 sous-lots	100	10
≥ 25 et ≤ 125	25 tonnes	100	10
< 15	—	10-100 (*)	10
(*) Selon le poids du lot — voir Tableau 2.			

Chaque sous-lot fait l'objet d'un échantillonnage séparé. Le nombre d'échantillons élémentaires de 100 g à prélever dépend du poids du lot, avec un minimum de 10 et un maximum de 100. Les chiffres du Tableau 2 ci-après sont utilisés pour déterminer le nombre d'échantillons élémentaires à prélever et la division ultérieure de l'échantillon global.

**Tableau 2: Nombre d'échantillons élémentaires à prélever en fonction du poids du lot
– Muscade entière, piment séché entier et paprika entier -**

Poids du lot (en tonnes)	Nombre d'échantillons élémentaires	Poids de l'échantillon global (kg)
≤ 0,1	10	1
> 0,1 – ≤ 0,2	15	1,5
> 0,2 – ≤ 0,5	20	2
> 0,5 – ≤ 1,0	30	3
> 1,0 – ≤ 2,0	40	4
> 2,0 – ≤ 5,0	60	6
> 5,0 – ≤ 10,0	80	8
> 10,0 – < 15,0	100	10

Le niveau d'acceptation/rejet est un seuil habituellement égal à la limite maximale Codex.

B) Épices avec une petite taille de particule (noix de muscade, piment séché et paprika concassés/cassés/brisés/en flocons)

Dans le cas de grands lots et à condition que les sous-lots puissent être séparés physiquement, chaque lot doit être subdivisé en sous-lots conformément au Tableau 3. Compte tenu du fait que le poids du lot n'est pas toujours un multiple exact du poids des sous-lots, le poids du sous-lot peut dépasser le poids mentionné dans le Tableau 3 de 20 % au maximum.

Tableau 3 Subdivision des sous-lots d'épices en fonction du poids du lot
- noix de muscade, piment séché et paprika concassés/cassés/brisés/en flocons -

Poids du lot (en tonnes)	Poids ou nombre de sous-lots	Nombre d'échantillons élémentaires	Poids de l'échantillon global (kg)
≥ 25	25 tonnes	100	10
< 25	—	5-100 (*)	0,5-10
(*) Selon le poids du lot — voir Tableau 4			

Chaque sous-lot doit faire l'objet d'un échantillonnage séparé. Le nombre d'échantillons élémentaires de 100 g à prélever dépend du poids du lot, avec un minimum de 5 et un maximum de 100, ce qui donne un échantillon global de 0,5 à 10 kg. Le Tableau 4 peut être utilisé pour déterminer le nombre d'échantillons élémentaires à prélever sur des lots de différentes tailles.

Tableau 4 Nombre d'échantillons élémentaires à prélever en fonction du poids du lot
- noix de muscade, piment séché et paprika concassés/cassés/brisés/en flocons -

Poids du lot (en tonnes)	Nombre d'échantillons élémentaires	Poids de l'échantillon global (kg)
≤ 0,01	5	0,5
> 0,01-≤ 0,1	10	1
> 0,1-≤ 0,2	15	1,5
> 0,2-≤ 0,5	20	2
> 0,5-≤ 1,0	30	3
> 1,0-≤ 2,0	40	4
> 2,0 - ≤ 5,0	60	6
> 5,0 - ≤ 10,0	80	8
> 10,0 - < 25,0	100	10

C) Épices en poudre (obtenues par broyage de noix de muscade, de piment séché et de paprika). Dans le cas de lots importants et à condition que le sous-lot puisse être séparé physiquement, chaque lot est subdivisé en sous-lots conformément au Tableau 5. Compte tenu du fait que le poids du lot n'est pas toujours un multiple exact du poids des sous-lots, le poids du sous-lot peut dépasser le poids mentionné dans le tableau 5 de 20 % au maximum.

Tableau 5 Subdivision des sous-lots d'épices en fonction du poids du lot
- Épices en poudre (noix de muscade, piment séché et paprika) -

Poids du lot (en tonnes)	Poids ou nombre de sous-lots	Nombre d'échantillons élémentaires	Poids de l'échantillon global (kg)
≥ 25	25 tonnes	50	2 [4]
< 25	—	3 – 50 (*)	0,1 – 2,0 [0,24 – 4,0]
(*) Selon le poids du lot — voir Tableau 6			

Chaque sous-lot doit faire l'objet d'un échantillonnage séparé. Le nombre d'échantillons élémentaires [40 g] [80 g] à prélever dépend du poids du lot, avec un minimum de 3 et un maximum de 50 échantillons élémentaires. Le tableau 6 peut être utilisé pour déterminer le nombre d'échantillons élémentaires à prélever sur des lots de différentes tailles.

Tableau 6 Nombre d'échantillons élémentaires d'épices en poudre à prélever en fonction du poids du lot

Poids du lot (en tonnes)	Nombre minimal d'échantillons élémentaires	Poids minimal de l'échantillon global (kg)
≤ 0,1	3	0,1 [0,24]
> 0,1 - ≤ 0,5	10	0,4 [0,8]
> 0,5 - ≤ 5,0	25	1,0 [2]
> 5,0 - ≤ 10,0	35	1,4 [2,8]
> 10,0 - ≤ 15,0	50	2,0 [4]

Critères de performance de méthode

Tableau 7: Critères de performance des méthodes d'analyse des aflatoxines totales et des ochratoxines A dans les épices

Produit de base	Analyte	LM (µg/kg)	LOD (µg/kg)	LoQ (µg/kg)	Précision (%)	Fourchette minimale applicable (µg/kg)	Récupération (%)
Piment, noix de muscade	AFT B1+B2+G1+G2	20	≤ 4	≤ 8	≤ 44	11,2-28,8	60-115
	AFB1	15	≤ 1	≤ 2	≤ 44	2,8-7,2	40-120
	AFB2	-	≤ 1	≤ 2	≤ 44	2,8-7,2	40-120
	AFG1	-	≤ 1	≤ 2	≤ 44	2,8-7,2	40-120
	AFG2	-	≤ 1	≤ 2	≤ 44	2,8-7,2	40-120
Piment, paprika, noix de muscade	OTA	20	≤ 4	≤ 8	≤ 44	11,2-28,8	60-115

APPENDICE II
Compilation des observations & justification
(Pour information)

N° s	Pays	Section	Observation	Justification selon les membres	Action/Remarques
1.	Indonésie	Section A Par. 2	L'Indonésie propose que le poids de chaque échantillon supplémentaire d'épices dont la taille des particules est plus importante soit de 200 g.	Le poids de chaque échantillon élémentaire de 100 g n'est pas représentatif du lot échantillonné. Il pourrait ne pas représenter de manière adéquate la quantité et la variabilité des échantillons à chaque point d'échantillonnage.	Sous REP24/CF17 Par. N°11 Section N° 87, il a été décidé que compte tenu de la valeur élevée des épices, un poids minimal devait être pris en considération.
2	Indonésie	Tableau 2	Le nombre d'échantillons élémentaires est de 200 g au lieu des 100 g proposés.	En accord avec le commentaire précédent.	Sous REP24/CF17 Par. N°11 Section N° 87, il a été décidé que compte tenu de la valeur élevée des épices, un poids minimal devait être pris en considération.
3	Indonésie	Tableau 2	Sous Poids du lot (tonnes) > 10,0 - ≤ 15,0, remplacer par > 10,0 - < 15,0	En tenant compte des chevauchements du Tableau 1.	Accepté.
4	Indonésie	Tableau 4	Sous Poids du lot (tonnes) > 10,0 - ≤ 15,0, remplacer par > 10,0 - < 15,0	En tenant compte des chevauchements du Tableau 1.	Accepté.
5	Indonésie	Tableau 5	Dans la colonne Poids de l'échantillon global (kg) - inclure [4] pour ≥ 15 et inclure [0,24 - 4,0] pour < 15	Taille de l'échantillon élémentaire: [40 g] [80 g] ont été mentionnés et le poids faisant l'objet d'un débat, le poids correspondant a été inclus.	Accepté.
6	Indonésie	Tableau 7	Changement de précision (≤ 20 % au lieu de ≤ 44 %)		La précision de ≤ 20 % est très stricte. Les méthodes standard telles que la HPLC-FLD, la LC-MS/MS (méthodes les plus courantes d'analyse des toxines) atteignent généralement une précision d'environ 20 % à des concentrations plus élevées (près de 20 µg/kg) MAIS à de très faibles concentrations (par exemple, 1-5 µg/kg), la précision se

N° s	Pays	Section	Observation	Justification selon les membres	Action/Remarques
					dégrade naturellement (plus de 20 %) Les réglementations européennes relatives aux mycotoxines autorisent souvent une précision allant jusqu'à 40-45 % pour les faibles niveaux (exemple): Le règlement (UE) 401/2006 autorise une précision de 44 % à de faibles niveaux). Pour une contamination de faible niveau (ce qui est le cas ici), une précision de $\leq 20\%$ n'est pas réalisable dans la pratique avec de nombreuses méthodes d'analyse standard. D'un point de vue scientifique, la valeur $\leq 44\%$ est plus réaliste et largement acceptée au niveau international.
7	Indonésie	Tableau 7	Modification de la récupération (70-120 % au lieu de 60-115 %)		Les normes actuelles (Codex, UE) sont généralement acceptées: 60-120 % de récupération pour les faibles concentrations ($< 10 \mu\text{g/kg}$). 70-110 % ou 70-120 % pour les concentrations plus élevées. La suggestion de l'Indonésie (70-120 %) est acceptable si elle n'est appliquée que pour des concentrations de l'ordre de $20 \mu\text{g/kg}$. Mais à des niveaux de toxines très faibles (près de $1-5 \mu\text{g/kg}$), une récupération de 60-115 % est déjà considérée comme suffisante. Une légère augmentation de la fenêtre de récupération (à 70-120 %) peut être acceptable si les concentrations de test sont plus élevées, mais pour des niveaux très faibles, cela pourrait rejeter injustement des méthodes qui seraient par ailleurs bonnes.

N° s	Pays	Section	Observation	Justification selon les membres	Action/Remarques
8	Indonésie	Tableau 7	Nouvelle LM pour l'AFB1 (15 µg/kg)	La réglementation de l'UE fixe déjà des limites distinctes pour l'AFB1, par exemple: 5 µg/kg pour l'AFB1 dans de nombreuses épices (beaucoup plus stricte que 15 µg/kg!) De nombreux pays reconnaissent l'AFB1 comme hautement cancérogène. L'établissement d'une LM distincte pour l'AFB1 à 15 µg/kg est raisonnable d'un point de vue scientifique et correspond mieux aux objectifs de sécurité des consommateurs.	L'établissement d'une LM pour l'AFB1 distincte (à 15 µg/kg) est scientifiquement justifié. Accepté.
9	Brésil	Tableau 1, 2, 3, 4, 5, 6 Titre	Le titre doit refléter que cela s'applique uniquement dans ce cas.		Accepté.
10	Brésil	Tableau 1, 3 & 5	Pour une meilleure compréhension, il est suggéré de limiter la colonne «poids ou nombre de sous-lots» au nombre de sous-lots.		Le poids et le sous-lot sont donnés ensemble et ne peuvent donc pas être supprimés.
11	Brésil	Tableau 6	Poids des échantillons élémentaires de [0,24 kg à 4 kg], aboutissant à un échantillon global de [0,1 à 2,0 kg].		Les échantillons élémentaires vont de 3 à 50 et non de 0,24 kg à 4 kg. Plus de clarté requise.
12	Thaïlande	Tableau 7	Les valeurs de précision et de récupération établies précédemment doivent être maintenues en l'état.	Comme indiqué dans le Tableau 7 de REP24/CF1- Appendice IV, elles sont conformes avec la performance de la méthode des aflatoxines totales dans les céréales, en particulier en ce qui concerne le riz	Accepté.

N° s	Pays	Section	Observation	Justification selon les membres	Action/Remarques
				décortiqué avec la même LM de 20 µg/kg dans la Norme générale pour les contaminants et les toxines présents dans les produits de consommation humaine et animale (CXS 193-1995). Ceci a été approuvé par le CCMAS42.	
13	États-Unis d'Amérique	Tableaux 1, 3 & 5	Cette colonne n'est pas nécessaire ici, ni non plus dans les Tableaux 3 et 5.		Accepté.
14	États-Unis d'Amérique	Tableaux 1 à 6 Titres	Les titres devraient définir le produit.		Accepté.
15	États-Unis d'Amérique	Tableaux 1, 3, 5 & 6	Suggestion d'une valeur de 25 au lieu de 15 pour le poids du lot.	Il n'est pas possible d'avoir un sous-lot de 25 tonnes avec un sous-lot de 15-24,9 tonnes. Devrait-on utiliser >= 25 ?	Accepté.

**APPENDICE III
LISTE DES PARTICIPANTS**

Président du GTE

Dr. Subbraj

Scientist C

**Quality Evaluation Laboratory,
Spices Board (Ministry of Commerce & Industry, Govt. of India),
Inde**

Brésil

Larissa Bertollo Gomes Porto
Health Regulation Specialist
Brazilian Health Regulatory Agency

Égypte

Noha Mohamed Atia
Food Standards Specialist
Egyptian Organization for Standardization and
Quality

Honduras

Maria Sevilla
Technical Manager for Food Safety
SENASA

Inde

Dinesh Singh Bisht
Member Country
Spices Board India

Palanikumar Natarajan
Assistant Director (Technical)
Export Inspection Council

Prasanna Vasu
Scientifique principal senior
CSIR-CFTRI

Wasi Asghar
Assistant Director (Technical)
Export Inspection Agency

Rijo Johny
Scientist C
Spices Board of India

Indonésie

Yeni Restiani
Team Leader
Standardization & Assessment of Raw Materials, Food
Categories and Product Information
Indonesian Food and Drug Authority

Desiardy Muharyadi Putra
Food Security Analyst
National Food Agency

Japon

Tomoaki MIURA
Associate Director
Ministry of Agriculture, Forestry and Fisheries

Pays-Bas

Weiluan Chen
Science Officer
National Institute for Public Health and the Environment

Nouvelle-Zélande

Jeane Nicolas
Specialist Adviser Toxicology
Ministry for Primary Industries

Panama

Joseph Gallardo
Ministerio de Comercio e Industrias

Paraguay

Edith Gayoso Paraguay
Jefe Departamento Técnico y Desarrollo Analítico
SENACSA

Laura Mereles
Docente investigador
Facultad de Química-UNA

Philippines

PHELAN APOSTOL

Food-Drug Regulation Officer III

Food and Drug Administration

Arabie saoudite

Lama Almainan

Senior Risk Assessment Expert

Saudi Food and Drug Authority

Singapour

Er Jun Cheng

Member Country

Singapore Food Agency

Thaïlande

Chutiwan Jatupornpong

Standards officer

National Bureau of Agricultural Commodity and

Food Standards

Royaume-Uni

Ese Hughes

Policy Advisor

Food Standards Agency

États-Unis

Anthony Adeuya

Chemist

FDA

Lauren Robin

Branch Chief

FDA

Quynh-Anh Nguyen

Biologist

FDA

Tabitha Miller

Chemist

FDA

Alexandra Ferraro

International Issues Analyst

USDA

THIE | Tea & Herbal Infusions Europe

Farshad Rostami

Manager Scientific Aff