

COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS

F



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



Organisation
mondiale de la Santé

Viale delle Terme di Caracalla, 00153 Rome, Italie - Tél: (+39) 06 57051 - Fax: (+39) 06 5705 4593 - E-mail: codex@fao.org - www.codexalimentarius.org

CX 4/35.2

CL 2013/25-CF
Août 2013

AUX: Points de contact du Codex
Organisations internationales intéressées

DU: Secrétariat, Commission du Codex Alimentarius
Programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires
Viale delle Terme di Caracalla, 00153 Rome, Italie
Courrier électronique: codex@fao.org

OBJET: **Demande d'observations sur les limites maximales pour les fumonisines dans le maïs et les produits à base de maïs et les plans d'échantillonnage associés¹**

DATE LIMITE: 15 novembre 2013

OBSERVATIONS: À adresser à:

Secrétariat
Commission du Codex Alimentarius
Programme mixte FAO/OMS sur les normes
alimentaires
Viale delle Terme di Caracalla
00153 Rome (Italie)
Courriel: codex@fao.org

Avec copie à:

Mme Ligia SCHREINER
Spécialiste de la réglementation et de la surveillance
sanitaire
Agence nationale de surveillance sanitaire
Direction générale de l'alimentation
SIA Trecho 5 Setor Especial 57, Bloco D, 2o andar
71205-050 Brasilia, Brésil
Tél: + 55 61 34625399
Télécopie: +55 61 34625313
Courriel: ligia.schreiner@anvisa.gov.br

GÉNÉRALITÉS

1. La quatrième session du Comité sur les contaminants dans les aliments (avril 2010) est convenue de maintenir l'avant-projet de limites maximales pour les fumonisines dans le maïs et les produits à base de maïs y compris les plans d'échantillonnage à l'étape 4 jusqu'à nouvel avis du JECFA.²
2. La sixième session du Comité (mars 2012) a décidé de suspendre le développement de l'avant-projet de limites maximales pour les fumonisines dans le maïs et les produits de maïs y compris les plans d'échantillonnage pour un an jusqu'à l'examen d'un document de discussion pour identifier les lacunes dans le *Code d'usages en matière de prévention et réduction de la contamination des céréales par les mycotoxines* (CAC / RCP 51-2003)³ et la nécessité d'un code de pratique distinct pour les fumonisines dans le maïs et s'il y avait d'autres mesures pour contrôler les fumonisines dans le maïs.⁴
3. La septième session du Comité (avril 2013) a noté qu'une activité sur l'éventuelle révision du *Code d'usages en matière de prévention et réduction de la contamination des céréales par les mycotoxines* n'aurait pas d'incidence sur les limites maximales pour les fumonisines et est convenue que les limites maximales devront être examinées plus avant lors de la prochaine session du Comité.
4. Il a été convenu que l'avant-projet de limites maximales pour les fumonisines dans le maïs et les produits de à base de maïs y compris les plans d'échantillonnage mentionnés précédemment lors de la sixième session du Comité circuleraient pour observations et qu'une proposition révisée pour l'avant-projet de limites maximales pour les fumonisines dans le maïs et les produits de maïs y compris les plans d'échantillonnage seraient préparés par le Brésil pour observations et examen à la huitième session du Comité.⁵

¹ Les rapports des réunions du Codex sont disponibles sur le site web: <http://www.codexalimentarius.org/> en cliquant sur « Réunions et rapports ».

² ALINORM 10/33/41, par. 86-95.

³ Les normes et textes apparentés du Codex son disponibles sur le site web: <http://www.codexalimentarius.org/> en cliquant sur « Normes ».

⁴ REP12/CF, par. 83-96.

⁵ REP13/CF, par. 127-133.

Demande d'observations

5. Des commentaires sont sollicités à l'étape 3 sur l'avant-projet de limites maximales pour les fumonisines dans le maïs et les produits à base de maïs y compris les plans d'échantillonnage associés tels que présentés à la sixième session du Comité et reproduits dans l'annexe pour plus de commodité. Des informations relatives à la justification des limites maximales et plans d'échantillonnage se trouvent dans le document CX/CF 12/6/18 disponible sur le site web du Codex à l'adresse suivante: ftp://ftp.fao.org/codex/meetings/cccf / cccf6/cf06_18f.pdf.

6. Les gouvernements et les organisations internationales souhaitant de fournir des observations sont invités à le faire par écrit selon les directives ci-dessus. Dans ces observations soumises, les membres du Codex et les observateurs sont invités à prendre dûment en considération les renseignements de base fournis dans le document CX/CF 12/6/18 et lors de la discussion qui a eu lieu lors de la sixième session du Comité.

ANNEXE

Les limites maximales (LM) suivantes pour les fumonisines (FB1 + FB2) sont présentées pour examen par le Comité.

Denrée	Limites maximales pour les fumonisines (FB1+FB2), µg/kg
Grains de maïs, non transformés	5.000
Farine/semoule de maïs	2.000

Les plans d'échantillonnage suivants pour les fumonisines (FB1 + FB2) sont présentés pour examen par le Comité. Les courbes des caractéristiques de fonctionnement décrivant leur efficacité et d'autres plans d'échantillonnage figurent ci-dessous.

Plan d'échantillonnage pour les grains de maïs, non transformés

Limite maximale	5.000 µg/kg FB1 + FB2
Prélèvements	50 x 100 g
Taille de l'échantillon global	5 kg
Préparation de l'échantillon	Mouture à sec avec un broyeur adéquat (broyeur Romer)
Taille de l'échantillon de laboratoire	1 kg
Nombre d'échantillons de laboratoire	1
Prise d'essai	Prise d'essai de 25 g
Méthode	CLHP
Règle de décision	Si le résultat d'analyse pour les fumonisines d'un échantillon est égal ou inférieur à 5000 µg/kg, accepter le lot. Sinon, rejeter le lot.

Farine/semoule de maïs

Limite maximale	2.000 µg/kg FB1 + FB2
Prélèvements	10 x 100 g
Taille de l'échantillon global	1 kg
Préparation de l'échantillon	Aucune
Taille de l'échantillon de laboratoire	Prise d'essai de 25 g
Nombre d'échantillons de laboratoire	1
Prise d'essai	comme l'échantillon de laboratoire
Méthode	CLHP
Règle de décision	Si le résultat d'analyse pour les fumonisines d'un échantillon est égal ou inférieur à 2000 µg/kg, accepter le lot. Sinon, rejeter le lot.

PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE POUR LES FUMONISINES DANS LES GRAINS DE MAÏS ET DANS LA FARINE/SEMOULE DE MAÏS

DÉFINITION

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

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

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

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

Échantillon global - total de tous les échantillons progressifs prélevés dans le lot ou le sous-lot. L'échantillon global doit être au moins aussi important que l'échantillon ou le total des échantillons de laboratoire.

Échantillon de laboratoire – la plus petite quantité de maïs décortiqué broyé dans un broyeur. L'échantillon de laboratoire peut être une portion ou la totalité de l'échantillon global. Si l'échantillon global est plus important que le(s) échantillon(s) de laboratoire, le(s) échantillon(s) de laboratoire devra/devront être prélevé(s) de façon aléatoire dans l'échantillon global.

Prise d'essai – portion de l'échantillon de laboratoire broyé. L'échantillon de laboratoire total devra être broyé dans un broyeur. Une portion de cet échantillon broyé est prélevée de manière aléatoire pour en extraire les fumonisines aux fins de l'analyse chimique.

Courbe des caractéristiques de fonctionnement– représentation graphique de la probabilité d'acceptation d'un lot par rapport à la concentration dans le lot dans un modèle de plan d'échantillonnage donné. La courbe OC fournit une estimation des chances de rejet d'un bon lot (risque pour l'exportateur) et des chances d'acceptation d'un mauvais lot (risque pour l'importateur) relative à un modèle de plan d'échantillonnage donné pour les fumonisines. Un bon lot est défini comme contenant une concentration de fumonisines inférieure à la limite maximale; un mauvais lot est défini comme contenant une concentration de fumonisines supérieure à la limite maximale.

CONSIDÉRATIONS RELATIVES AUX MODÈLES DE PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE

1. Les statistiques en matière d'échantillonnage, figurant dans les équations 1 à 4, sont fondées sur la variabilité et la répartition des fumonisines dans les échantillons de laboratoire de maïs décortiqué (Whitaker et al, 1998; Whitaker et al, 2007). La taille des échantillons de laboratoire est exprimée en nombre de grains de maïs à des fins statistiques. Le nombre de grains de maïs décortiqué est supposé être de 3.000 par kg. Le nombre de grains par kg permet de convertir la taille de l'échantillon de laboratoire du nombre de grains en poids et vice versa
2. Les estimations de variabilité associées à l'échantillonnage, à la préparation des échantillons et à l'analyse, figurant dans les équations 1 à 4, et la distribution binomiale négative (Whitaker et al, 2007) permettent d'établir les courbes des caractéristiques de fonctionnement (OC) qui décrivent l'efficacité des plans d'échantillonnage des fumonisines proposés. La variance analytique reflète la variabilité analytique au sein d'un même laboratoire, qui est inférieure à la variabilité analytique entre laboratoires.

Matériaux à échantillonner

3. Chaque lot, qui sera examiné par rapport aux fumonisines, doit être échantillonné individuellement. Les lots supérieurs à 50 tonnes devront être subdivisés en sous-lots à échantillonner séparément. Si un lot est supérieur à 50 tonnes, le nombre de sous-lots est égal au poids du lot en tonnes divisé par 50. Il est recommandé qu'un lot ou un sous-lot ne dépasse pas les 50 tonnes. Le poids minimum d'un lot sera de 500 g.
4. Compte tenu que le poids du lot n'est pas toujours un multiple exact de sous-lots de 50 tonnes, le poids d'un sous-lot pourra dépasser le poids maximum cité de 25 pour cent.
5. Les échantillons seront prélevés dans le même lot, à savoir qu'ils devront porter le même code de série ou, au minimum, la même date limite de consommation. Il faudra éviter tout changement qui pourrait affecter la teneur en mycotoxine, la détermination analytique ou affecter la représentativité des échantillons globaux prélevés. Par exemple, il ne faudra pas ouvrir l'emballage dans des conditions météorologiques défavorables ou exposer les échantillons à des excès d'humidité ou de soleil. Il faudra éviter la contamination croisée par d'autres cargaisons potentiellement contaminées situées dans une proximité immédiate.

6. Dans la plupart des cas, tout camion ou conteneur devra être déchargé pour permettre un échantillonnage représentatif.

Échantillon progressif

7. Les procédures utilisées pour prélever les échantillons progressifs dans un lot de maïs décortiqué sont extrêmement importantes. Chaque grain individuel dans le lot doit avoir la même chance d'être prélevé. Les biais seront introduits par les méthodes de sélection des échantillons selon que le matériel et les procédures utilisés pour sélectionner les échantillons progressifs entravent ou réduisent les chances qu'un grain aura d'être choisi dans un lot.
8. Comme il n'y a aucun moyen de savoir si les grains de maïs contaminé sont uniformément répartis dans le lot, il est essentiel que l'échantillon global corresponde à l'accumulation de nombreux petits échantillons progressifs du produit prélevés 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.
9. Le nombre d'échantillons progressifs à prélever dans un lot (sous-lot) dépend du poids du lot et de la taille de l'échantillon global. Le poids minimum proposé pour l'échantillon progressif devrait être d'environ 100 grammes pour les lots de 50 tonnes métriques (50.000 kg).

Lots statiques

10. On entend par lot statique une masse importante de maïs décortiqué 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, le maïs étant immobile au moment du prélèvement de l'échantillon. Le prélèvement purement aléatoire d'un échantillon dans un lot statique peut être difficile car tous les conteneurs du lot ou du sous-lot ne sont pas nécessairement accessibles.
11. La collecte d'un échantillon global dans un lot statique exige généralement l'emploi de sondes pour prélever le produit dans le lot. Les sondes utilisées doivent être conçues en fonction du type de conteneur. La sonde 1) doit être assez longue pour atteindre l'ensemble du produit, 2) doit permettre que tout élément dans le lot puisse être prélevé, et 3) ne doit pas altérer les éléments du lot. Comme mentionné ci-dessus, l'échantillon global devrait être un mélange de nombreux petits échantillons progressifs du produit prélevés en de nombreux points différents dans le lot.
12. Pour les lots commercialisés sous emballage individuel, 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 du paquet individuel (IP), comme suit:
- $$SF = (LT \times IS) / (AS \times IP).$$
13. 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 kg.

Lots dynamiques

14. Il est plus facile d'obtenir des échantillons globaux représentatifs en prélevant les échantillons progressifs dans un flot continu de maïs décortiqué lors du transfert du lot d'un endroit à un autre. Quand les échantillons sont prélevés dans le flot, prendre de petits échantillons progressifs de maïs décortiqué tout le long du passage du flot; réunir les échantillons progressifs pour obtenir l'échantillon global; si l'échantillon global est plus important que l'(les) échantillon(s) de laboratoire requis, mélanger et subdiviser l'échantillon global pour obtenir la taille désirée du (des) échantillon(s) de laboratoire.
15. Le matériel d'échantillonnage automatique comme l'échantillonneur transversal disponible dans le commerce est muni d'un compte-minutes qui actionne automatiquement un bec déflecteur à travers le flot continu à intervalles prédéterminés et réguliers. Faute de matériel d'échantillonnage automatique, une personne peut être chargée de passer manuellement une palette dans le flot à intervalles réguliers pour prélever les échantillons progressifs. Qu'il s'agisse de la méthode automatique ou manuelle, les échantillons progressifs doivent être prélevés et mélangés à intervalles fréquents et réguliers tout au long du passage du flot continu de maïs au point d'échantillonnage.
16. Les échantillonneurs transversaux doivent être installés de la manière suivante: (1) le plan d'ouverture du bec déflecteur doit être perpendiculaire à la direction du flot; (2) le bec déflecteur doit traverser la totalité de la section transversale du flot; et (3) l'ouverture du bec déflecteur doit être suffisamment large pour collecter tous les éléments intéressants du lot. En règle générale, la largeur de l'ouverture du bec déflecteur doit être d'environ deux ou trois fois plus grande que les plus grandes dimensions des éléments du lot.
17. La taille de l'échantillon global (S) en kg, prélevé dans un lot à l'aide d'un bec déflecteur est:

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

où D est la largeur de l'ouverture du bec défecteur (cm), LT est la taille du lot (kg), T est l'intervalle ou le temps écoulé entre les passages du bec défecteur à travers le flot (secondes) et V est la vitesse du bec défecteur (en cm/sec).

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

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

Emballage et transport des échantillons

19. Chaque échantillon de laboratoire devra être placé dans un récipient propre et en matériau 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.
20. 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

21. La lumière du jour est autant que possible à éviter pendant la préparation des échantillons, car les fumonisines 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 fumonisines.
22. Comme la répartition des fumonisines 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 broyé.
23. L'échantillon de laboratoire doit être finement broyé et parfaitement mélangé grâce à un procédé qui permet à l'homogénéisation d'être aussi complète que possible. L'homogénéisation complète implique que la taille des particules est extrêmement réduite et que la variabilité associée à la préparation de l'échantillon est proche de zéro. Après broyage, le broyeur doit être nettoyé pour prévenir toute contamination croisée.

Prise d'essai

24. Les procédures de prélèvement pour la prise d'essai dans l'échantillon de laboratoire broyé doivent être appliquées de façon aléatoire. Si le mélange a eu lieu pendant ou après le processus de broyage, la prise d'essai 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.
25. Il est recommandé de prélever trois prises d'essai dans chaque échantillon de laboratoire broyé. Les trois prises d'essai seront utilisées aux fins de l'application, d'un appel et de la confirmation, le cas échéant.

MÉTHODES ANALYTIQUES

26. Il conviendra d'utiliser une approche fondée sur des critères, qui établit une série de critères d'efficacité auxquels la méthode d'analyse utilisée doit être conforme. Cette approche fondée sur des 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 1 (réglementation CE No 401/2006). Sur la base de cette approche, les laboratoires seront libres d'utiliser la méthode analytique la mieux adaptée à leurs installations.

Tableau 1. Critères d'efficacité pour les fumonisines B1 et B2.

Limite (µg/kg)	Précision		Récupération (%)
	RSDr (%)	RSDR (%)	
≤500	≤30	≤60	60 to 120
> 500	≤20	≤30	70 to 110

ÉFFICACITÉ DE PLUSIEURS PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE POUR LES FUMONISINES DANS LE MAÏS DÉCORTIQUÉ

27. L'efficacité de chaque modèle de plan d'échantillonnage est illustrée dans une courbe des caractéristiques de fonctionnement (OC). Chaque courbe a été élaborée sur la base des relations entre la variabilité relative à l'échantillonnage, à la préparation des échantillons, et à l'analyse (équations 1, 2, 3, et 4) et la distribution binomiale négative (Whitaker et al., 1998 et Whitaker et al. 2007). Les équations qui décrivent la variance de l'échantillonnage (S^2_s) pour la taille d'échantillon exprimée en nombre de grains ns, la variance de la préparation de l'échantillon (S^2_{sp}) avec le broyeur Romer et la taille de la prise d'essai nss exprimée en g, et la variance analytique (S^2_a) pour CL pour le nombre d'aliquotes na figurent dans les équations 1, 2 et 3 respectivement, en tant que fonction de la concentration de fumonisine C exprimée en mg/kg.

$$\text{Échantillonnage} \quad S^2_s = (3,300/ns) 0,033 C^{1,75} \quad (1)$$

$$\text{Prép. de l'échantillon} \quad S^2_{sp} = (25/nss) 0,011 C^{1,59} \quad (2)$$

$$\text{Analytique} \quad S^2_a = (1/na) 0,014 C^{1,44} \quad (3)$$

$$\text{Variance totale} \quad S^2_t = S^2_s + S^2_{sp} + S^2_a \quad (4)$$

Effet produit par l'accroissement de la taille d'un échantillon de laboratoire unique analysé par lot

28. Les courbes d'efficacité qui décrivent l'efficacité du plan d'échantillonnage pour les fumonisines dans le maïs décortiqué sur la base d'échantillons de laboratoire de 1, 2, et 5 kg et des limites maximales (LM) de 10, 5, 2 et 1 mg/kg sont reproduites dans les figures 1, 2, 3, et 4, respectivement. A mesure que la taille de l'échantillon augmente, les chances de rejet des lots (chances de rejet d'un lot = 1,0 – chances d'accepter un lot) dont les concentrations sont inférieures au NM diminuent (réduction des faux positifs) et les chances d'accepter des lots dont les concentrations sont supérieures au NM diminuent (réduction des faux négatifs).

29. La courbe montrant l'effet d'un échantillon de 10kg contenant un NM de 5 mg/kg est reproduite en figure 5.

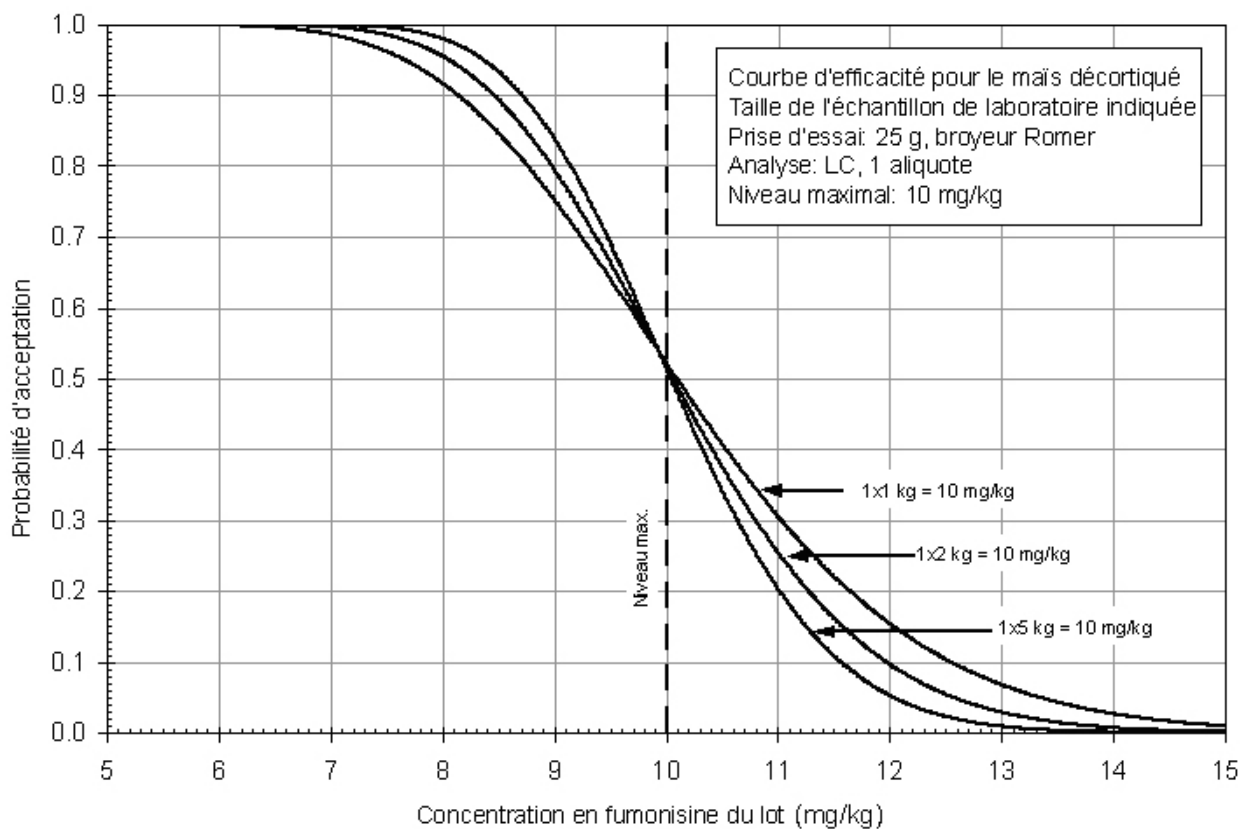


Figure 1. Courbe des caractéristiques de fonctionnement montrant l'efficacité des modèles de plan d'échantillonnage qui utilisent des échantillons de 1, 2, et 5 kg pour détecter les fumonisines dans des lots de maïs décortiqué pour une limite maximale de 10 mg/kg.

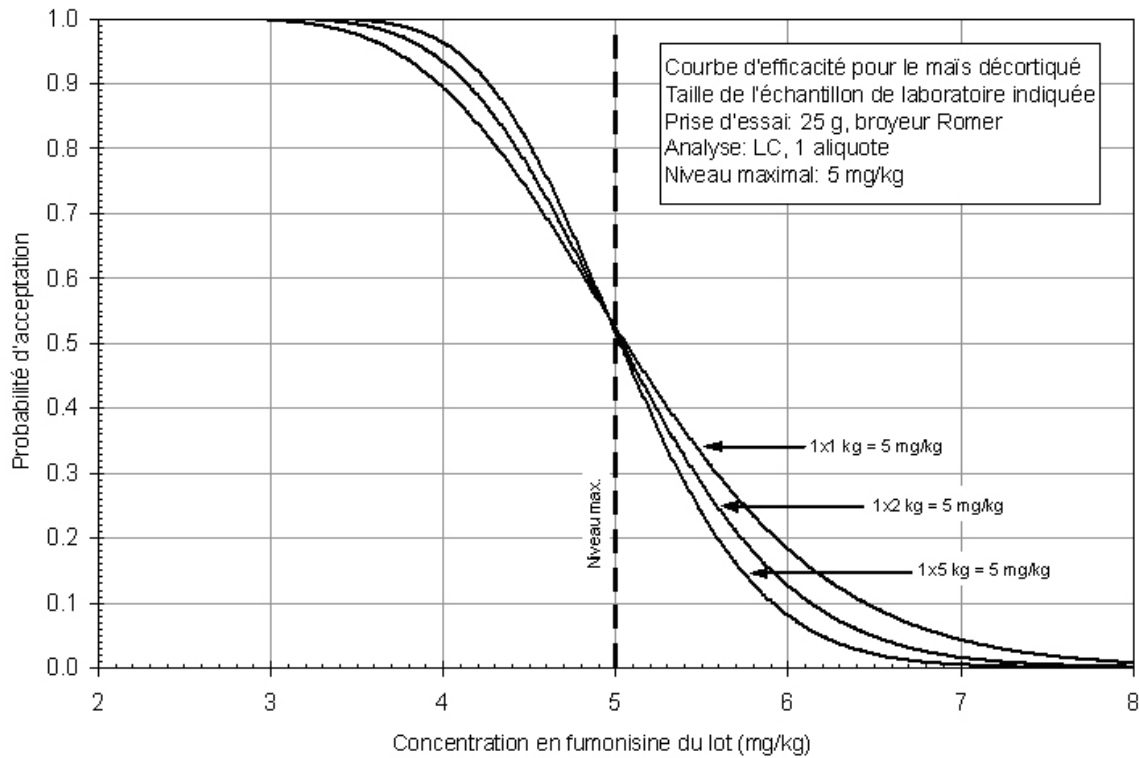


Figure 2. Courbe des caractéristiques de fonctionnement montrant l'efficacité des modèles de plan d'échantillonnage qui utilisent des échantillons de 1, 2, et 5 kg pour détecter les fumonisines dans des lots de maïs décortiqué pour une limite maximale de 5 mg/kg.

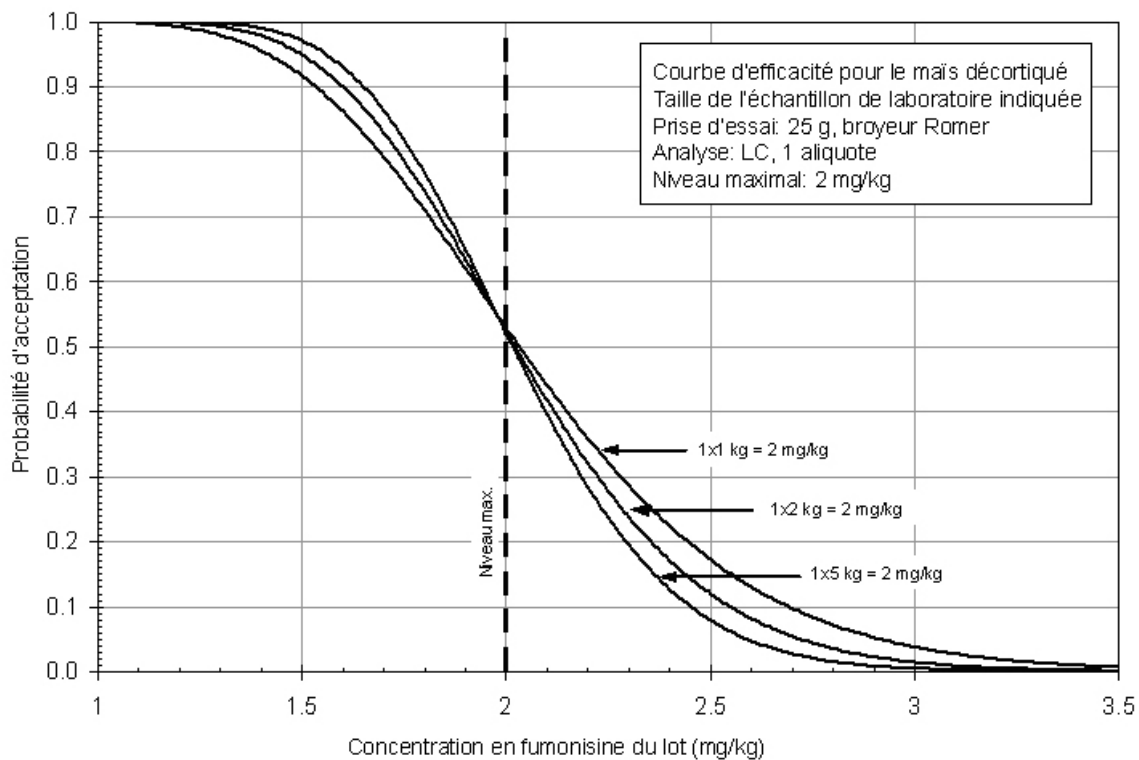


Figure 3. Courbe des caractéristiques de fonctionnement montrant l'efficacité des modèles de plan d'échantillonnage qui utilisent des échantillons de 1, 2, et 5 kg pour détecter les fumonisines dans des lots de maïs décortiqué pour une limite maximale de 2 mg/kg.

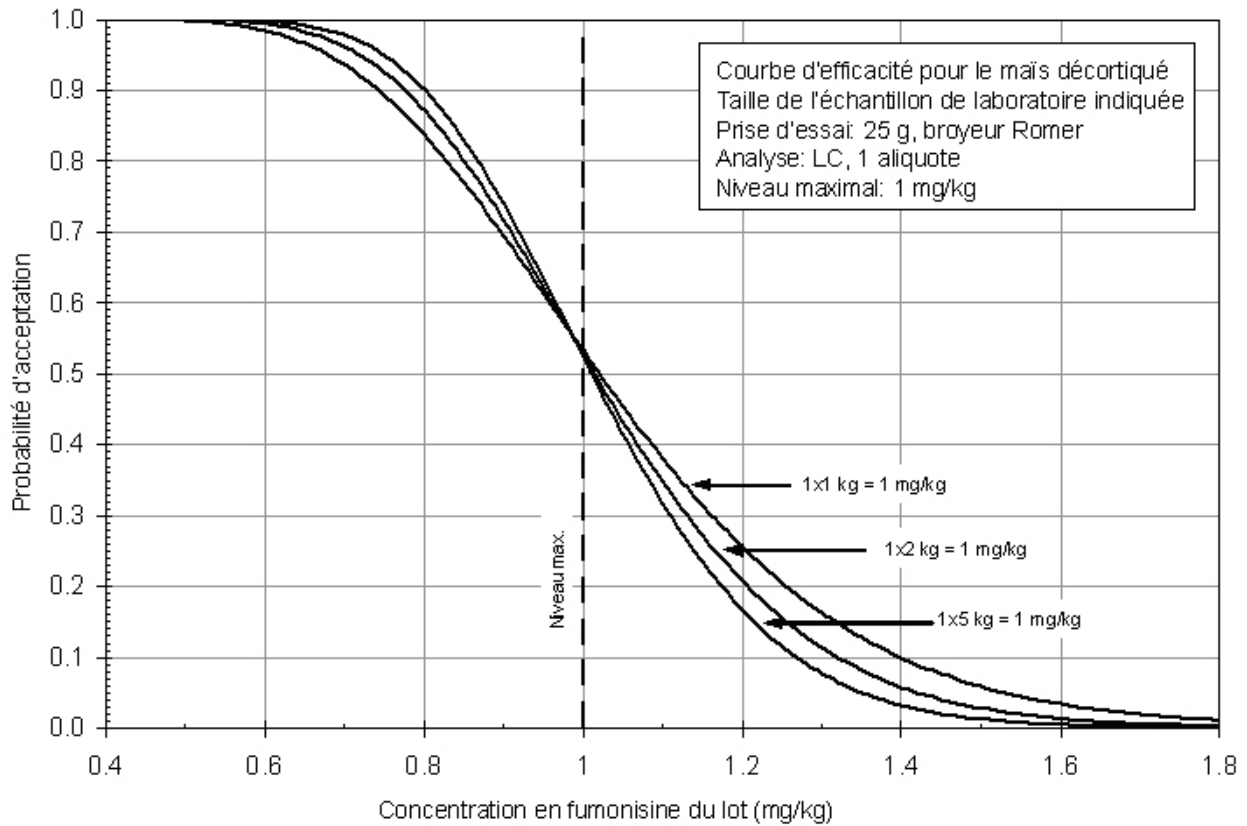


Figure 4. Courbe des caractéristiques de fonctionnement montrant l'efficacité des modèles de plan d'échantillonnage qui utilisent des échantillons de 1, 2, et 5 kg pour détecter les fumonisines dans des lots de maïs décortiqué pour une limite maximale de 1 mg/kg.

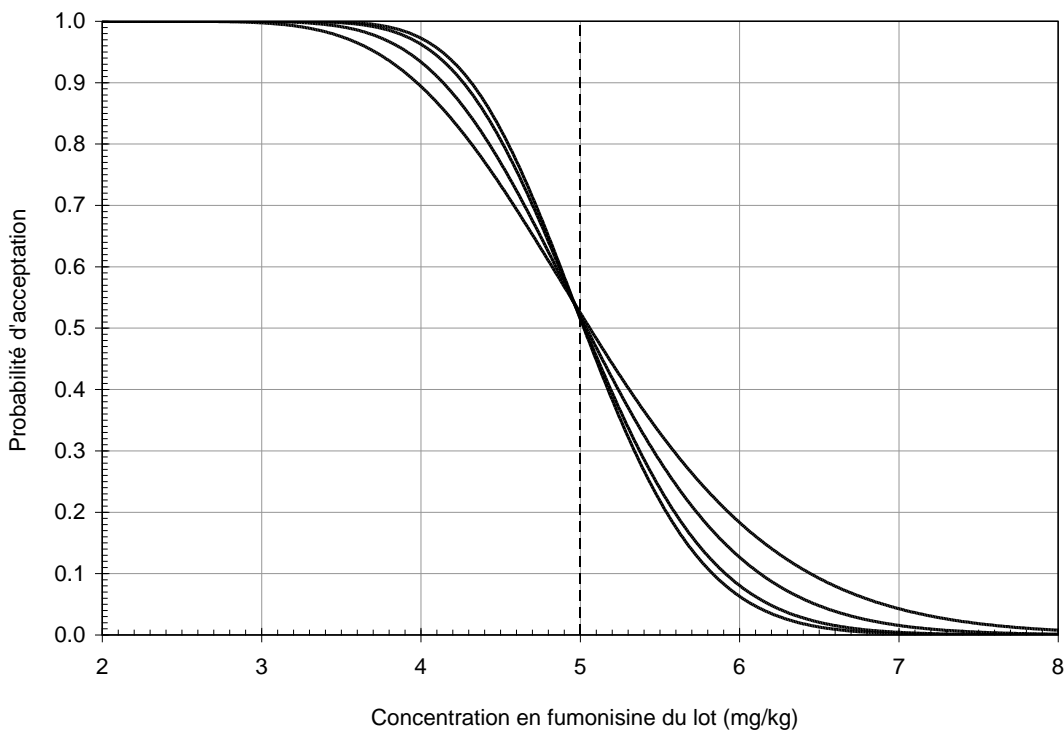


Figure 5. Courbes des caractéristiques de fonctionnement montrant l'effet de l'utilisation d'échantillons de 1, 2, 5, et 10 kg avec une limite maximale de 5 mg/kg sur les chances d'acceptation (rejet) des lots pour diverses concentrations des lots.

30. Chaque plan d'échantillonnage dans les figures 1, 2, 3, 4 et 5 montre l'effet produit par l'accroissement de la taille d'un échantillon de laboratoire unique sur les chances d'accepter ou de rejeter les lots pour une large fourchette de concentrations de fumonisines dans les lots. Pour chaque limite maximale, quand la taille de l'échantillon augmente, les chances de rejeter des lots (chances de rejeter un lot = 1,0 – chances d'accepter un lot) de concentration inférieure à la limite maximale diminuent (réduction des faux positifs) et les chances d'accepter des lots de concentration supérieure à la limite maximale diminuent (réduction des faux négatifs). L'accroissement de la taille des échantillons produit l'effet désirable de réduire à la fois les faux positifs et les faux négatifs simultanément.

Effet produit par l'accroissement du nombre d'échantillons de laboratoire analysés par lot

31. Les courbes des caractéristiques de fonctionnement qui décrivent l'efficacité du plan d'échantillonnage pour les fumonisines dans le maïs décortiqué dans lequel le nombre d'échantillons de laboratoire de 1,0 kg augmente de 1 à 2 échantillons et les limites maximales varient de 1, 2, 5 et 10 mg/kg sont présentés dans les figures 6, 7, 8 et 9 respectivement. La courbe reflète l'incertitude associée à l'utilisation d'1 ou 2 échantillons de laboratoire de 1 kg, échantillon(s) broyé(s) dans un broyeur Romer, d'une prise d'essai de 25 g, et de la quantification des fumonisines dans la prise d'essai par CLHP.

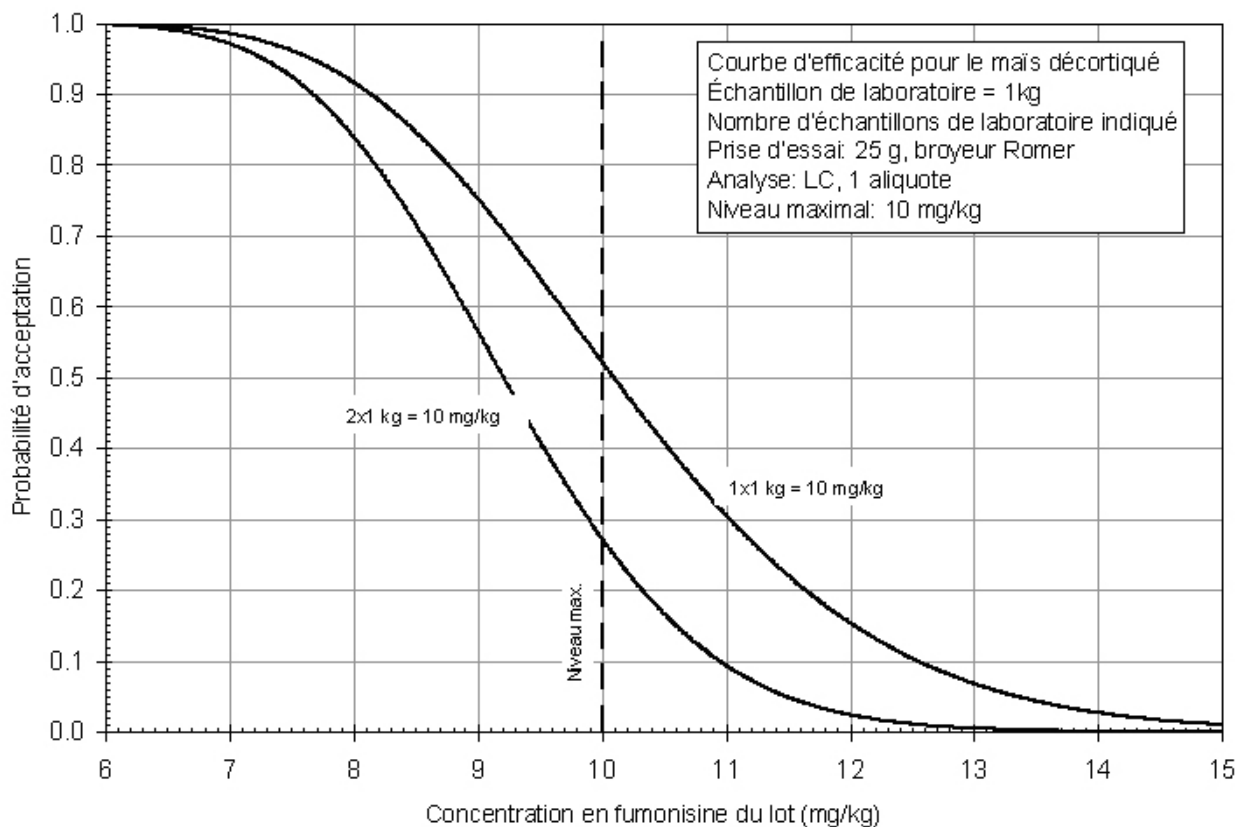


Figure 6. Courbe des caractéristiques de fonctionnement montrant l'efficacité des modèles de plan d'échantillonnage qui utilisent 1 ou 2 échantillons de 1,0 kg chacun pour détecter les fumonisines dans des lots de maïs décortiqué pour une limite maximale de 10 mg/kg.

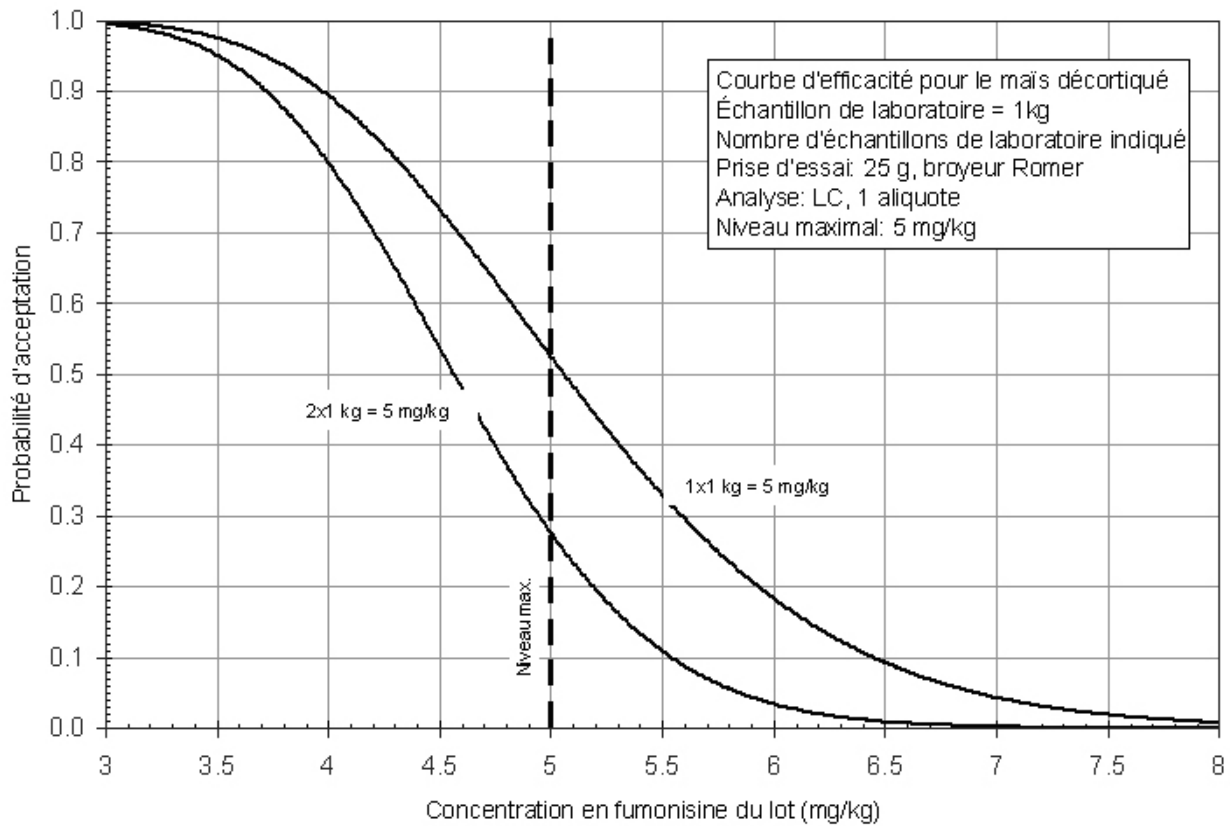


Figure 7. Courbe des caractéristiques de fonctionnement montrant l'efficacité des modèles de plan d'échantillonnage qui utilisent 1 ou 2 échantillons de 1,0 kg chacun pour détecter les fumonisines dans des lots de maïs décortiqué pour une limite maximale de 5 mg/kg.

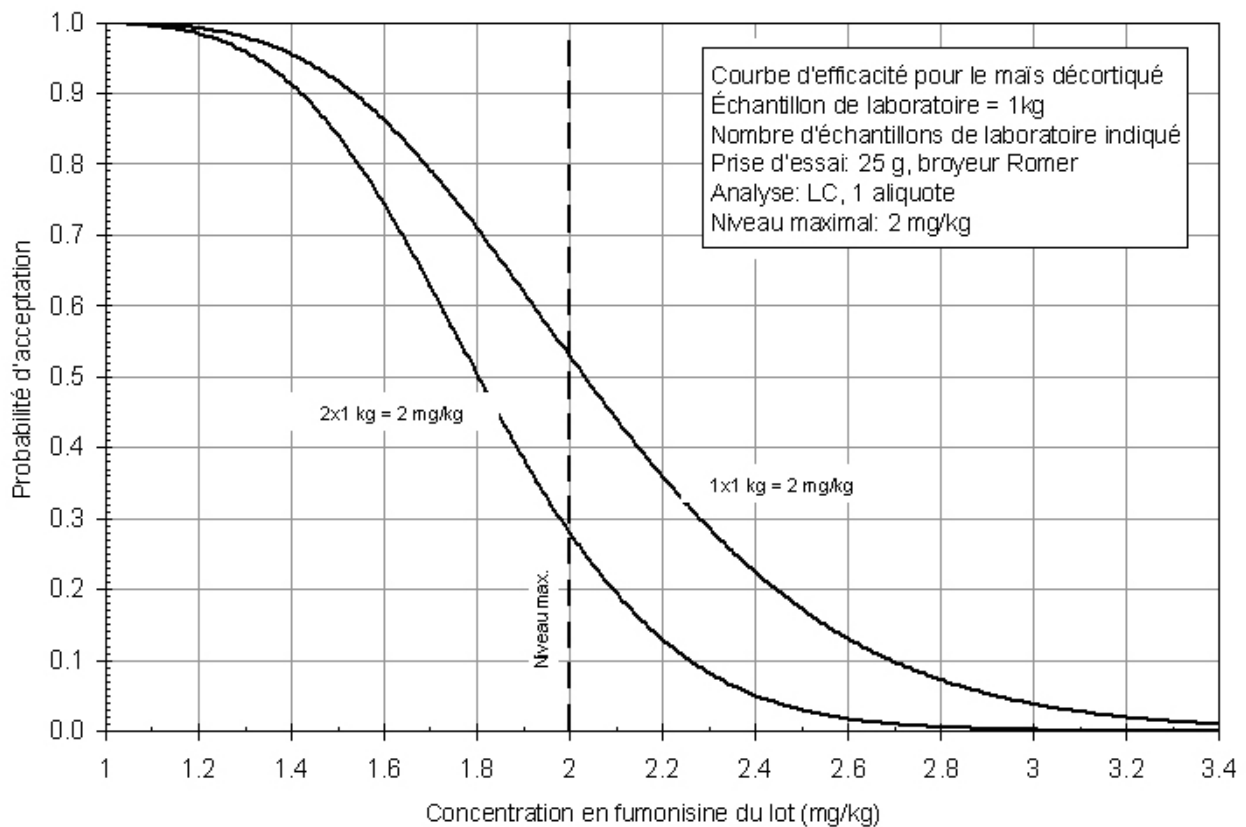


Figure 8. Courbe des caractéristiques de fonctionnement montrant l'efficacité des modèles de plan d'échantillonnage qui utilisent 1 ou 2 échantillons de 1,0 kg chacun pour détecter les fumonisines dans des lots de maïs décortiqué pour une limite maximale de 2mg/kg.

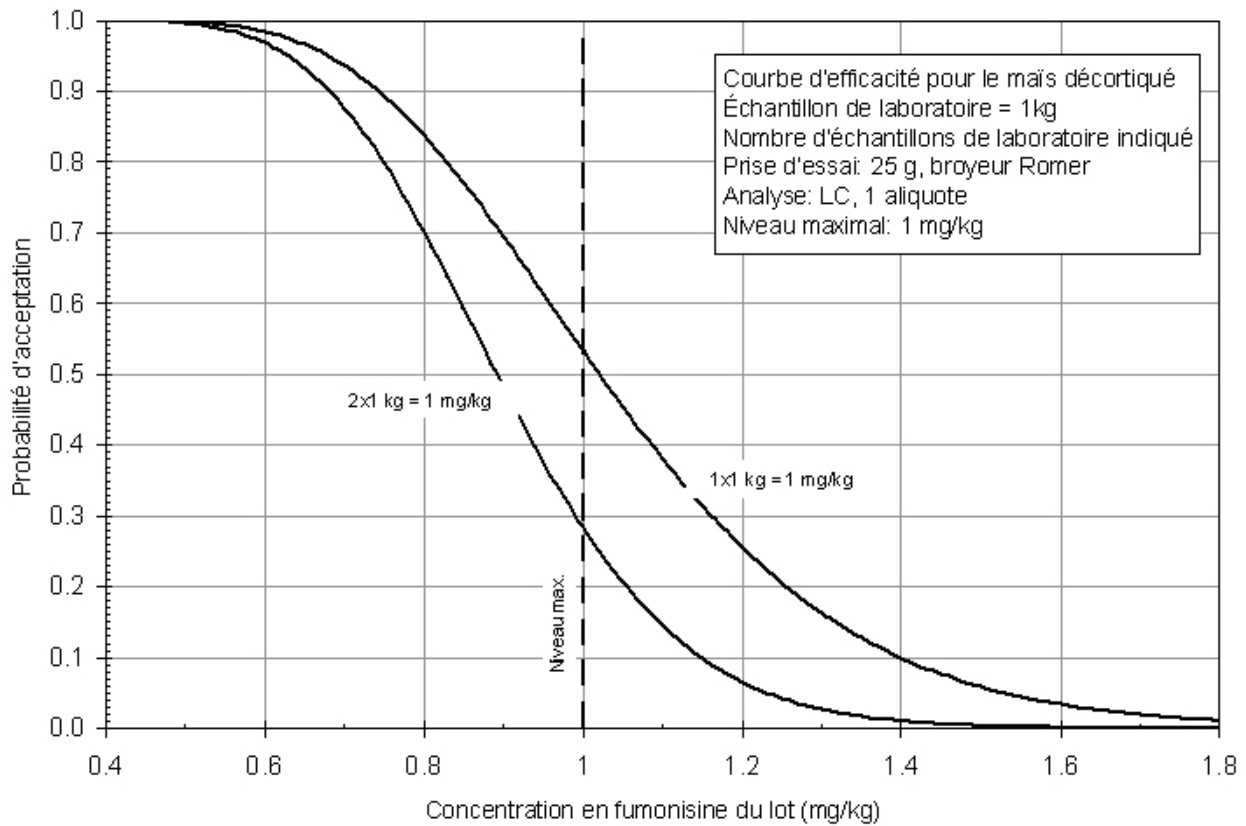


Figure 9. Courbe des caractéristiques de fonctionnement montrant l'efficacité des modèles de plan d'échantillonnage qui utilisent 1 ou 2 échantillons de 1,0 kg chacun pour détecter les fumonisines dans des lots de maïs décortiqué pour une limite maximale de 1 mg/kg

32. Pour chaque limite maximale, quand le nombre d'échantillons de laboratoire augmente de 1 à 2 échantillons (chaque échantillon = 1,0 kg), les chances de rejet des lots de concentration inférieure à la limite maximale augmentent (augmentation des faux positifs) et les chances de rejet des lots de concentration inférieure à la limite maximale diminuent (réduction des faux négatifs). L'accroissement du nombre des échantillons analysés par lot est une méthode efficace pour réduire les chances de faux négatifs, mais le coût est élevé pour l'exportateur car elle augmente les chances de faux positifs.
33. Les courbes des figures 1 à 9 montrent que l'interaction entre la limite maximale, la taille de l'échantillon de laboratoire et le nombre d'échantillons de laboratoire peut être utilisée pour minimiser les chances d'accepter des lots contenant des fumonisines en concentration supérieure à un certain niveau. Par exemple, si un plan d'échantillonnage était conçu pour ne pas accepter plus de 10% de lots avec une concentration de 6 mg/g ou plus, alors soit $1 \times 5 \text{ kg} \leq 5 \text{ mg/kg}$ (figure 2) ou $2 \times 1 \text{ kg} \leq 5 \text{ mg/kg}$ (figure 7) seront conformes à ce critère.

ÉFFICACITÉ DE PLUSIEURS PLANS D'ÉCHANTILLONAGE POUR LES FUMONISINES DANS LA FARINE/SEMOULE DE MAÏS

34. Comme il n'existe aucune donnée d'échantillonnage pour les fumonisines dans la farine de maïs ou la semoule de maïs, la variabilité associée au prélèvement d'une prise d'essai dans un échantillon broyé avec un broyeur Romer (équation 2) est utilisée pour estimer la variance de l'échantillonnage pour la farine/semoule de maïs. La variabilité totale de la procédure d'essai pour les fumonisines dans la farine de maïs (ou tout autre matériau broyé) est la somme de la variance de l'échantillonnage et de la variance analytique. Comme le matériau est broyé, il n'y a généralement pas de variance pour la préparation de l'échantillon. Bien qu'aucune donnée de laboratoire ne soit disponible, il est probable que la variabilité de l'échantillonnage pour la farine (V_{sf}) sera très inférieure à la variabilité de l'échantillonnage pour le grain broyé avec le broyeur Romer (V_{sr}) parce que la taille des particules de la farine transformée est supposée être beaucoup plus petite que le maïs broyé avec le broyeur Romer. ($V_{sf} \ll V_{sr}$). Il est supposé que la variabilité analytique sera environ la même pour la farine transformée et le grain broyé dans le broyeur Romer. La variance de l'échantillonnage serait une composante plus importante de la variance totale pour l'échantillonnage du grain broyé avec le broyeur Romer. L'efficacité du plan d'échantillonnage est affectée par la taille des particules. L'utilisation de l'équation 5 ci-dessous relative à la variance de l'échantillonnage permettrait de prévoir la nécessité d'un échantillon plus grand que prévu si une variance de l'échantillonnage plus petite était utilisée pour refléter avec davantage d'exactitude la taille des particules de la farine de maïs. Pour une taille d'échantillon donnée, plus la particule est petite (davantage de particules par unité de masse), plus la variabilité de l'échantillonnage est faible, moins de bons lots seront rejetés (risque de l'exportateur), et moins de mauvais lots seront acceptés (risque de l'importateur) (Whitaker BT, *communication personnelle*, 2012).

35. Des courbes relatives à l'échantillonnage du maïs décortiqué broyé (farine/semoule de maïs) avec des tailles d'échantillons et des méthodes analytiques données ont été calculées à l'aide des variances décrites dans les équations 2 et 3 qui ont été mesurées par Whitaker et al, 1998. Les variances de l'échantillonnage et analytique:

$$\text{Variance de l'échantillonnage} = (25/ns) 0,011 C^{1,59} \quad (5)$$

$$\text{Variance analytique} = (1/na) 0,014 C^{1,44} \quad (6)$$

où ns est le poids en grammes de l'échantillon broyé et na le nombre d'aliquotes quantifiées par LC.

La variance de l'échantillonnage (équation 5) reflète la distribution des tailles des particules conforme au maïs décortiqué broyé avec le broyeur Romer et elle est la variance de la préparation de l'échantillon pour le maïs décortiqué (équation 2).

Variance analytique (équation 6) reflète la quantification des fumonisines dans une aliquote unique déterminée par les méthodes CL.

36. Les effets de la taille de l'échantillon et du nombre d'échantillons sur les courbes des caractéristiques de fonctionnement sont montrés dans les figures 10 et 11 respectivement, pour un NM de 2 mg/kg. Les effets de l'accroissement de la taille des échantillons et du nombre des échantillons sur la courbe est le même que celui décrit ci-dessus pour le maïs décortiqué.

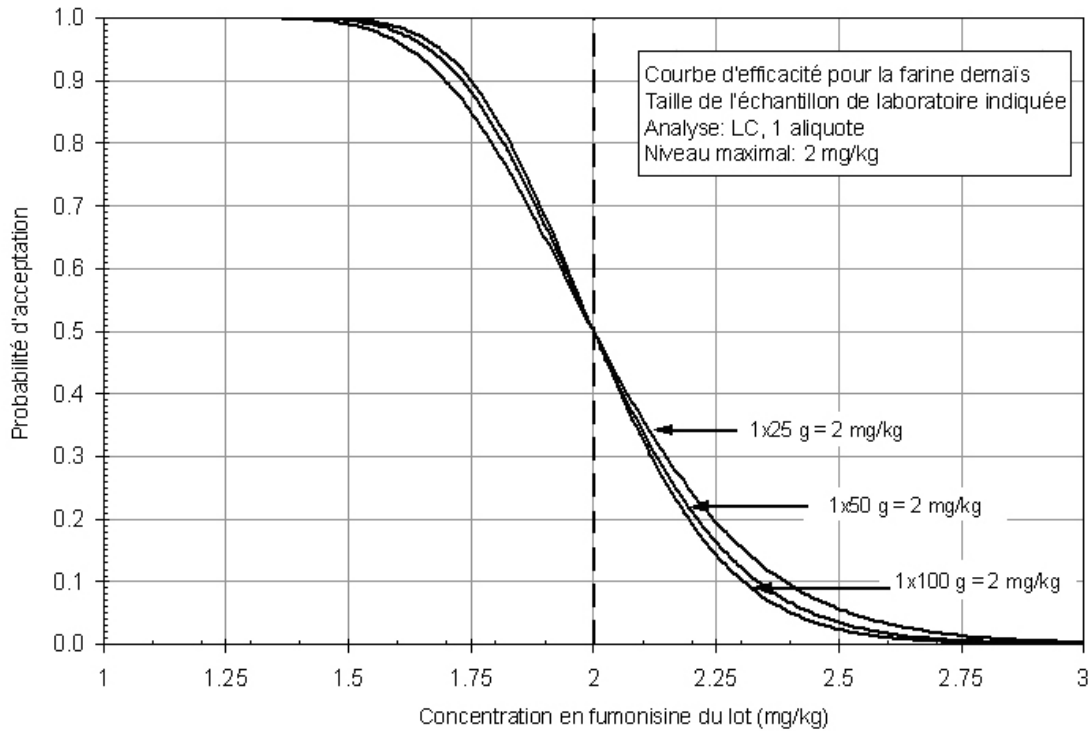


Figure 10. Courbe des caractéristiques de fonctionnement montrant l'efficacité des modèles de plan d'échantillonnage qui utilisent des échantillons de 25, 50 et 100 g pour détecter les fumonisines dans des lots de farine/semoule de maïs pour une limite maximale de 2 mg/kg.

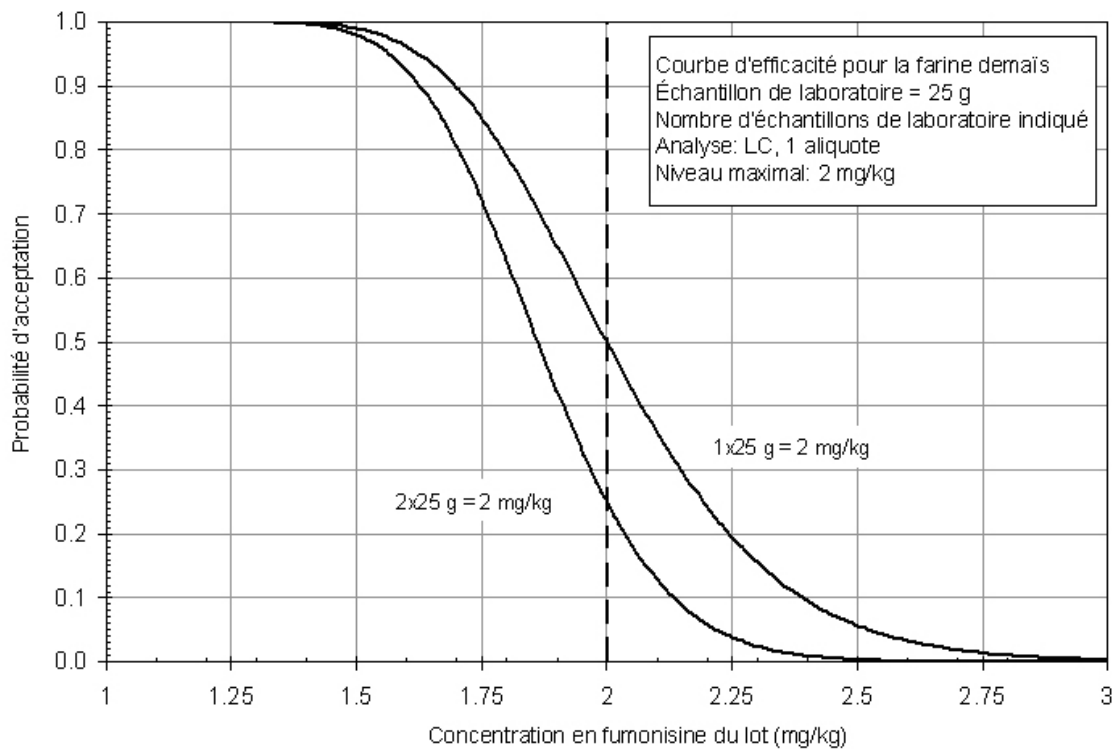


Figure 11. Courbe des caractéristiques de fonctionnement montrant l'efficacité des modèles de plan d'échantillonnage qui utilisent 1 ou 2 échantillons de 25 g chacun pour détecter les fumonisines dans des lots de farine/semoule de maïs pour une limite maximale de 2 mg/kg.