

# COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS



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



Organisation  
mondiale de la Santé

F

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

Point 7.2 de l'ordre du jour

CX/MAS 26/45/11

Février 2026

## PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES COMITÉ DU CODEX SUR LES MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE

Quarante-cinquième session

Budapest (Hongrie)

9-13 mars 2026

### PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE POUR LES PRODUITS EN VRAC ET LES LOTS HÉTÉROGÈNES, Y COMPRIS POUR LA DÉTECTION DES MYCOTOXINES

*(Rédigé par le groupe de travail électronique présidé par la Nouvelle-Zélande et co-présidé par l'Allemagne)*

Les membres du Codex et les observateurs qui souhaitent présenter des observations sur les recommandations de ce document sont invités à le faire comme indiqué dans la lettre circulaire CL 2026/6-MAS disponible sur le site Codex/lettres circulaires: <https://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/resources/circular-letters/fr/>

#### Introduction

1. Lors de sa 44<sup>e</sup> session (2025) le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (CCMAS) a décidé d'entamer l'examen des plans d'échantillonnage dans la norme CXS 234-1999 et d'une proposition visant à élaborer un document de travail sur les plans d'échantillonnage pour les produits en vrac, y compris les mycotoxines.
2. Ce document contient des informations sur la proposition visant à élaborer un document de travail sur les plans d'échantillonnage pour les produits en vrac, y compris les mycotoxines. Pour des informations sur l'examen des plans d'échantillonnage dans la norme CXS 234-1999, voir le document CX/MAS 26/45/10.
3. En ce qui concerne l'élaboration de plans d'échantillonnage pour les lots composés de produits en vrac/lots hétérogènes, y compris les mycotoxines, un débat a eu lieu sur le contexte, notamment sur l'intérêt manifesté par les délégués lors des sessions précédentes du CCMAS sur les plans d'échantillonnage pour acceptation des lots composés de produits en vrac et de lots hétérogènes.
4. Ces travaux devraient porter, sans s'y limiter, sur les points suivants:
  - Le nombre d'incréments figurant dans la norme CXS 234-1999 peut conduire à ne pas identifier des poches de contamination potentiellement dangereuses.
  - Généralement, un seul échantillon composite est testé, ce qui signifie que les niveaux de contamination au sein du lot sont moyennés, le résultat final peut être inférieur à la limite d'acceptation, et éventuellement inférieur à la limite de détection de la méthode d'essai même si des poches de contamination potentiellement dangereuses sont présentes dans le lot.
  - Il est possible que les approches bayésiennes soient plus appropriées qu'une approche basée sur les risques, et une méthode de calcul des différents risques (bayésiens) peut donc s'avérer nécessaire.
5. Le CCMAS, lors de sa 44<sup>e</sup> session, est convenu de poursuivre l'élaboration du document de travail sur les plans d'échantillonnage pour les produits en vrac / lots hétérogènes, y compris les mycotoxines, ensemble avec les plans d'échantillonnage proposés pour examen par le CCMAS lors de sa 45<sup>e</sup> session, et d'informer le Comité du Codex sur les contaminants dans les aliments (CCCCF) de cette décision. Il a été noté en plus que ces travaux devraient être menés en étroite collaboration avec le CCCCCF.
6. Ce document comprend les appendices suivants:
  - Appendice I: Document de travail sur les «Plans d'échantillonnage en vue d'acceptation pour les produits en vrac et les lots hétérogènes, avec un accent particulier sur les mycotoxines»
  - Appendice II: Liste de participants du GTE

**Inscription au groupe de travail électronique (GTE) et consultations**

7. Le formulaire d'inscription au GTE a été envoyé par moyen de la plateforme GTE du CCMAS. Dix-huit membres et trois observateurs étaient inscrits. La liste des participants est jointe en Appendice II.
8. La Nouvelle-Zélande et l'Allemagne ont travaillé en étroite collaboration à l'élaboration des documents de travail et ont intégré l'examen des observations formulées lors de la 44<sup>e</sup> session du Comité.
9. La consultation au sein du GTE a été envoyée en décembre 2025 via la plateforme en ligne. Cela comprenait le document de travail intitulé «Plans d'échantillonnage en vue d'acceptation pour les produits en vrac et les lots hétérogènes, avec un accent particulier sur les mycotoxines», ainsi qu'une recommandation proposée à la 45<sup>e</sup> session du CCMAS45 visant à inclure ce document de travail en annexe aux *Directives générales sur l'échantillonnage* (CXG 50–2004) afin de fournir des orientations aux comités de produits du Codex et à d'autres utilisateurs tels que les autorités compétentes sur la conception de plans d'échantillonnage pour les produits en vrac, en particulier pour les plans relatifs aux mycotoxines.
10. Le groupe de travail électronique a été informé des consultations avec le Secrétariat du Codex sur la manière d'inclure formellement le CCCF dans ce processus et, par la suite, un processus informel a été initié pour recueillir les observations des délégués des pays du CCMAS par le biais de consultations avec leurs homologues délégués des pays du CCCF.
11. Le GTE a été invité à examiner une proposition selon laquelle le CCMAS, lors de sa 45<sup>e</sup> session, élaborerait ce document de travail en tant qu'annexe aux directives CXG 50–2004 afin de fournir des orientations aux comités de produits du Codex et à d'autres utilisateurs tels que les autorités compétentes sur la conception de plans d'échantillonnage pour les produits en vrac, en particulier pour les plans relatifs aux mycotoxines. C'est le seul procédé pour que le document soit formellement intégré dans le système du Codex. Les documents d'information n'ont aucun statut et ne sont pas privilégiés.
12. La consultation s'est terminée en janvier 2026. Une réunion a eu lieu avec des experts canadiens, et un document détaillé a ensuite été soumis. Le Japon a également soumis une contribution substantielle.
13. Les observations techniques relatives au document de travail ont été intégrées à l'examen et à la mise à jour du document.
14. Des questions générales ont été posées sur la valeur de l'examen des plans d'échantillonnage pour les lots homogènes, sur l'intention de remplacer les plans de la *Norme générale pour les contaminants et les toxines présents dans les produits de consommation humaine et animale* (CXS 193-1995), et sur la faisabilité de ce processus.
15. Un pays a exprimé son avis sur la nécessité de conseiller le CCCF (comme convenu lors de la 45<sup>e</sup> session du CCMAS) et sur le fait qu'il n'incombait pas au CCMAS de concevoir des plans d'échantillonnage au nom du CCCF et que le nouveau travail proposé pour ajouter une annexe aux directives CXG 50 n'était pas acceptable sans suivre le processus par étapes.
  - Il a été précisé qu'une consultation aurait lieu avec le CCCF à la suite de la 45<sup>e</sup> session du CCMAS.
  - Au sujet du rôle du CCMAS dans la conception des plans d'échantillonnage: En règle générale, les comités de produits n'ont pas l'expertise nécessaire pour concevoir des plans d'échantillonnage sans l'aide du CCMAS ou de consultants externes. Des problèmes similaires se posent concernant les méthodes d'analyse, mais dans ce cas, les comités de produits consultent systématiquement le CCMAS pour solliciter des conseils. Le mandat du CCMAS prévoit ce soutien:
    - élaborer des plans d'échantillonnage et des procédures, selon le besoin;
    - examiner les problèmes spécifiques d'échantillonnage et d'analyse qui lui sont soumis par la Commission ou l'un de ses comités.
  - Au sujet du processus pour des nouveaux travaux: Si cela est convenu lors de la 45<sup>e</sup> session du CCMAS, la procédure sera celle décrite dans le *Manuel de procédure du Codex*.
16. Les réponses des participants ont servi à préparer le document de travail. En résumé, le document présente un examen des plans d'échantillonnage de la norme CXS 193, dans lesquels plusieurs lacunes ont été identifiées. Il est proposé d'entreprendre de nouveaux travaux afin de poursuivre ces travaux, qui comprendront le développement de méthodologies pour la conception de plans d'échantillonnage de produits en vrac basés sur des approches alternatives.

**Conclusion**

17. Le groupe de travail électronique a mené à bien ses travaux conformément à son mandat et un document de travail a été élaboré, comme indiqué à l'appendice I. De nouveaux travaux sont nécessaires pour

l'élaboration des orientations identifiées dans le document de travail comme une annexe possible aux directives CXG 50-2004.

### **Recommandations**

18. Le Comité, à sa 45<sup>e</sup> session, est invité à :

- i. examiner l'opportunité d'entreprendre de nouveaux travaux en vue de l'élaboration des orientations générales relatives aux plans d'échantillonnage pour l'acceptation concernant les produits en vrac provenant de lots hétérogènes, en mettant l'accent sur les mycotoxines et en tenant compte du document de travail figurant à l'appendice I; et, le cas échéant, déterminer si ces orientations devraient prendre la forme d'une annexe aux directive CXG 50-2004 ou d'un autre format visant à appuyer l'élaboration des plans d'échantillonnage;
- ii. informer le CCCF (et les autres comités concernés) des débats et sollicitez leur avis sur la nécessité et la portée éventuelle de telles orientations.

**DOCUMENT DE TRAVAIL: PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE EN VUE D'ACCEPTATION POUR LES PRODUITS EN VRAC ET LES LOTS HÉTÉROGÈNES, AVEC UN ACCENT PARTICULIER SUR LES MYCOTOXINES**

**Sommaire**

<b>DOCUMENT DE TRAVAIL: PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE EN VUE D'ACCEPTATION POUR LES PRODUITS EN VRAC ET LES LOTS HÉTÉROGÈNES, AVEC UN ACCENT PARTICULIER SUR LES MYCOTOXINES .....</b>	<b>4</b>
<b>1 Introduction.....</b>	<b>7</b>
1.1 Base de données.....	7
1.2 L'incohérence apparente entre les plans de la norme CXS 193 et leur fondement théorique.....	7
1.3 Les risques associés aux plans de la norme CXS 193 n'ont pas été évalués.....	7
1.4 L'approche d'utilité peut permettre une réduction de la charge de travail.....	8
1.5 Projet futur / travaux supplémentaires proposés.....	8
<b>2 Lots hétérogènes .....</b>	<b>8</b>
<b>3 Approche classique.....</b>	<b>9</b>
<b>4 Plans d'échantillonnage pour acceptation dans la norme CXS 193.....</b>	<b>10</b>
<b>5 Approche de Whitaker .....</b>	<b>11</b>
5.1 Introduction .....	11
5.2 L'outil FAO .....	12
5.3 Base expérimentale.....	14
5.4 Composantes de variance en fonction de la concentration moyenne dans les lots.....	15
5.5 Prendre compte de la taille de l'échantillon de laboratoire .....	18
5.6 Probabilité d'acceptation et courbe d'efficacité (OC) .....	18
<b>6 Risques du consommateur et du producteur dans les plans de la norme CXS 193 .....</b>	<b>20</b>
<b>7 Approche d'utilité .....</b>	<b>22</b>
7.1 Description de l'approche.....	22
7.2 Exemple .....	22
<b>8 Glossaire .....</b>	<b>23</b>
<b>9 Annexe A: Caractérisation de l'hétérogénéité dans la littérature .....</b>	<b>26</b>
<b>10 Annexe B: Base de données .....</b>	<b>27</b>
<b>11 Annexe C: Aperçu des plans d'échantillonnage pour acceptation dans la norme CXS 193 .....</b>	<b>34</b>
11.1 Aflatoxines (totales) dans les arachides.....	34
11.2 Aflatoxines (totales) dans les amandes, les noisettes et les noix du Brésil (décortiquées).....	35
11.3 Aflatoxines (totales) dans les figues séchées (prêtes à consommer) .....	36

<b>11.4 Aflatoxines (totales) dans les grains de maïs (destinés à une transformation ultérieure).....</b>	<b>37</b>
<b>11.5 Aflatoxines (totales) dans la farine / semoule / flocons dérivés du maïs .....</b>	<b>38</b>
<b>11.6 Aflatoxines (totales) dans le riz décortiqué/poli et dans le grain de sorgho (destiné à une transformation ultérieure).....</b>	<b>38</b>
<b>11.7 DON dans les grains de céréales (blé/maïs/orge) destinées à une transformation ultérieure.....</b>	<b>39</b>
<b>11.8 DON dans la farine/semoule/flocons de blé/maïs/orge.....</b>	<b>39</b>
<b>11.9 DON dans les aliments à base de céréales pour nourrissons et enfants en bas âge</b>	<b>40</b>
<b>11.10 Fumonisines (FB1+FB2) dans le grain de maïs (non transformé).....</b>	<b>40</b>
<b>11.11 Fumonisines (FB1+FB2) dans la farine de maïs.....</b>	<b>41</b>

## Résumé

### Contexte

- Les plans d'échantillonnage des mycotoxines dans les produits en vrac, tels que décrits dans la norme CXS 193, sont basés sur des paramètres statistiques dérivés d'études menées sur des lots connus pour être contaminés.
- Étant donné que ces lots n'ont pas été sélectionnés de manière aléatoire et ne peuvent être considérés comme représentatifs d'une population plus large, les paramètres obtenus peuvent ne pas convenir aux plans destinés à des lots partiellement contaminés ou hétérogènes.
- Il n'existe pas d'informations concernant les risques pour le consommateur et pour le producteur liés aux plans actuels, et les outils disponibles peuvent sous-estimer ces risques.

### Le sujet du présent document de travail

- Examiner les fondements théoriques qui sous-tendent les plans d'échantillonnage actuels, en particulier ceux initialement élaborés par Whitaker.
- Évaluer la relation entre les plans dans la norme CXS 193 et l'ensemble des travaux sur lesquels ils sont basés (articles scientifiques, paramètres statistiques et outil de la FAO).
- Décrire les approches méthodologiques qui pourraient être utilisées pour l'évaluation des plans existants, y compris l'utilisation de cadres basés sur l'utilité qui prennent en compte à la fois les risques et les coûts.
- Le présent document de travail ne propose pas de nouveaux plans d'échantillonnage.

### Les objectifs des travaux futurs potentiels (sous réserve de l'accord du CCMAS)

- Évaluer les données disponibles afin d'explorer des approches permettant de caractériser l'hétérogénéité et d'obtenir des informations préalables.
- Évaluer les plans d'échantillonnage existants au regard des risques et des coûts pour le consommateur et pour le producteur.
- Élaborer des conseils pratiques sur l'évaluation et la conception de plans d'échantillonnage pour les produits en vrac, en mettant l'accent sur les mycotoxines (par exemple pour les produits pour lesquels il n'existe actuellement aucun plan), y compris les applications pour des approches basées sur l'utilité.

### Mandat:

Le Comité, lors de sa 44<sup>e</sup> session, a décidé/noté ce qui suit (par. 118 et 119 dans le rapport REP25\_MASf):

- Poursuivre les travaux sur un document de travail concernant l'élaboration de plans d'échantillonnage pour les produits en vrac/lots hétérogènes, y compris les mycotoxines, ensemble avec les plans d'échantillonnage proposés à l'examen par le CCMAS lors de sa 45<sup>e</sup> session, et informer le CCCF de cette décision.
- Il a été noté que les travaux sur les plans d'échantillonnage des produits en vrac/lots hétérogènes, y compris pour les mycotoxines, devraient être menés en étroite collaboration avec le CCCF, de même que la nécessité possible pour le CCMAS d'apporter son soutien aux comités de produits dans leur examen des plans d'échantillonnage.
- Le groupe de travail électronique a été reconduit, présidé par la Nouvelle-Zélande et coprésidé par l'Allemagne, travaillant en anglais uniquement.

Si les travaux proposés sont approuvés lors de la 45<sup>e</sup> session du CCMAS, le Comité du Codex sur les contaminants présents dans les aliments (CCCF) sera informé et consulté.

### Note de couverture

Ce document de travail aborde la nécessité de poursuivre les travaux sur les plans d'échantillonnage en vue d'acceptation pour les produits en vrac. Un plan d'échantillonnage pour acceptation comprend (i) des exigences concernant les procédures d'échantillonnage et de sous-échantillonnage (nombre d'incrémements ou de pièces, taille de l'échantillon composite, taille de l'échantillon de laboratoire, taille de l'éprouvette, etc.) et (ii) une règle d'acceptation ou de rejet d'un lot contrôlé. Pour un débat approfondi de l'échantillonnage pour acceptation (et de la relation entre l'échantillonnage pour acceptation et l'évaluation de la conformité), il est conseillé de se référer à la section 2 des *Directives générales sur l'échantillonnage* (CXG 50-2004) et à la section 5.3 du Document d'information pour les directives CXG 50.

Pour des considérations pratiques, le terme «*échantillonnage des produits en vrac*» sera utilisé pour désigner *l'échantillonnage pour acceptation des lots constitués de produits en vrac*.

## 1 Introduction

Lors des travaux sur les *Directives générales sur l'échantillonnage* (CXG 50-2004)[1], plusieurs délégations ont exprimé leur intérêt pour un examen des approches actuelles utilisées pour les plans d'échantillonnage pour acceptation des mycotoxines et pour des informations plus générales sur la conception des plans d'échantillonnage pour acceptation des lots hétérogènes, y compris la création d'une application pour faciliter leur conception.

Le présent document expose les résultats d'une analyse préliminaire de la nécessité de travaux complémentaires et une proposition concrète concernant les objectifs que ces travaux complémentaires devraient atteindre.

### 1.1 Base de données

Les plans décrits dans la *Norme générale pour les contaminants et les toxines présents dans les produits de consommation humaine et animale* (CXS 193-1995)[2] ont été élaborés sur la base de paramètres statistiques calculés à partir de données provenant de lots connus pour être contaminés. De plus, la procédure d'estimation suppose l'homogénéité (voir le débat dans la section correspondante 5.5). Cela soulève la question de savoir si de tels paramètres constituent une base appropriée pour les plans concernant des lots partiellement contaminés / hétérogènes. En effet, sur la base de considérations purement théoriques, on ne peut s'attendre à ce que ces paramètres caractérisent avec précision des lots présentant une contamination moyenne élevée et inégalement répartie dans le lot, où la plupart des parties du lot ne présentent aucune contamination et un petit nombre de parties présentent une contamination élevée. La section 6 présente un bref débat sur la disparité entre les risques calculés par moyen de ces paramètres et les risques calculés par moyen d'un modèle statistique qui reflète l'hétérogénéité. L'un des objectifs des travaux supplémentaire serait une caractérisation plus systématique de ces différences. En conséquence, il est proposé d'élaborer une caractérisation statistique de l'hétérogénéité (et de tout autre paramètre statistique pertinent) sur la base de données (aléatoires) plus représentatives. En effet, il existe de nombreux ensembles de données assez vastes et représentatifs qui peuvent servir de base à des plans d'échantillonnage de produits en vrac. Ces ensembles de données n'existaient pas lorsque les paramètres statistiques à la base des plans actuels de la norme CXS 193 ont été calculés. L'annexe B présente un aperçu préliminaire et une comparaison des ensembles de données déjà mis à disposition.

### 1.2 L'incohérence apparente entre les plans de la norme CXS 193 et leur fondement théorique

Les plans de la norme CXS 193 sont ostensiblement basés sur des paramètres statistiques décrivant diverses sources de variation dans le lot, voir le tableau 1 de l'annexe IV.A et le tableau 3 de l'annexe V de la norme CXS 193. Ces paramètres statistiques ont été calculés sur la base de l'hypothèse de l'homogénéité des lots. De même, les expressions qui prennent en compte la taille de l'échantillon de laboratoire, la taille de l'éprouvette, etc. supposent également qu'il existe une homogénéité du lot. En revanche, les plans de la norme CXS 193 nécessitent un grand nombre d'échantillons incrémentaux (généralement entre 50 et 100), fonctionnant apparemment sous l'hypothèse d'une hétérogénéité du lot. Il semble donc y avoir une incohérence entre les plans de la norme CXS 193 et le cadre théorique qui les sous-tend. Cependant, étant donné que la conception des plans dans la norme CXS 193 tient implicitement compte de l'hétérogénéité grâce au grand nombre d'échantillons incrémentaux, la critique de l'approche Whitaker exprimée dans ce document de travail n'affecte pas directement le bien-fondé des plans d'échantillonnage actuels de la norme CXS 193.

### 1.3 Les risques associés aux plans de la norme CXS 193 n'ont pas été évalués.

L'outil de la FAO (<https://tools.fstools.org/mycotoxins/>) permet de calculer la probabilité d'acceptation à différents niveaux de concentration moyenne, et donc de calculer les risques. Cependant, comme le nombre d'incrémentes ne peut être pris en compte dans l'outil FAO, les risques associés aux plans de la norme CXS 193 ne peuvent pas être correctement évalués à l'aide de cet outil. Afin d'illustrer ce point, prenons l'exemple suivant. Pour les aflatoxines totales dans les arachides (échantillon de laboratoire de 20 kg et éprouvette de 100 g), l'outil de la FAO estime une probabilité de 0,26 % d'accepter un lot avec une concentration réelle de 150 µg/kg (soit 10 fois la LM). Le plan dans la norme CXS 193 nécessite 100 incrémentes. Si seulement 1 % des incrémentes sont contaminés, la probabilité de n'avoir aucun incrément contaminé dans l'échantillon composite (et donc un résultat d'essai de 0 µg/kg entraînant l'acceptation du lot) est de 37 %<sup>1</sup>. Cela diffère nettement de la probabilité d'acceptation de 0,26 % fournie par l'outil de la FAO. Cet exemple montre que la proportion d'incrémentes contaminés dans le lot et le nombre d'incrémentes requis par le plan jouent un rôle fondamental dans les risques associés à tout plan particulier.

<sup>1</sup>On obtient ce résultat en calculant la probabilité de prendre un incrément non contaminé 100 fois, soit  $0,99^{100} = 0,37$

#### 1.4 L'approche d'utilité peut permettre une réduction de la charge de travail

Si des informations préalables <sup>2</sup> sont disponibles, il est possible d'optimiser l'efficacité des plans d'échantillonnage pour acceptation grâce à l'approche d'utilité. Cette approche permet de prendre en compte simultanément les risques et les coûts. Si les informations préalables montrent que la contamination est répartie uniformément sur l'ensemble du lot, l'approche d'utilité peut permettre une réduction considérable du nombre d'incrément. À l'inverse, si des informations préalables indiquent des zones fortement contaminées et peu réparties, l'approche d'utilité entraînera une augmentation du nombre d'incrément, tout en maintenant des niveaux de risque acceptables.

#### 1.5 Projet futur / travaux supplémentaires proposés

Il est proposé que les travaux futurs consistent à

- Évaluer les ensembles de données existants afin d'obtenir une caractérisation statistique de l'hétérogénéité réelle des lots. Utiliser ensuite cette caractérisation statistique pour calibrer le modèle employé dans le calcul des risques associés aux plans d'échantillonnage.
- Évaluer les risques associés aux plans actuels concernant les mycotoxines (en particulier, les plans dans la norme CXS 193).
- Élaborer une approche basée sur le concept d'utilité permettant une réduction de la charge de travail de l'échantillonnage de produits en vrac pour les lots hétérogènes et permettant une comparaison des coûts associés aux essais au niveau des incréments par rapport aux essais au niveau de l'échantillon composite, en tenant compte des coûts des décisions erronées.
- Développer une application permettant d'effectuer les calculs pertinents.
- Fournir des conseils pratiques pour la conception et l'évaluation des plans d'échantillonnage, y compris des tableaux présentant des plans normalisés pour l'approche d'utilité.

Par souci de simplicité, il est proposé de limiter ce projet au cas où l'acceptation des lots est déterminée par un critère exprimé en termes de moyenne du lot plutôt que par la proportion de lots (ou de procédés) non conformes<sup>3</sup>.

## 2 Lots hétérogènes

Dans la section 3.2.4 des directives CXG 50[1], il est énoncé que:

Dans les présentes directives, le terme «homogène» ne signifie pas que la caractéristique en question ne varie pas à l'intérieur du lot. Le terme «homogène» signifie qu'il est possible de caractériser la variation de la caractéristique en question à l'intérieur du lot au moyen d'un seul écart type. L'homogénéité ne s'applique qu'aux plans aux mesures.

Dans le présent document de travail, nous proposons de restreindre la définition du lot homogène comme suit.

#### Définition pratique de l'homogénéité d'un lot

Un lot est considéré comme homogène si la variance d'échantillonnage (variation entre les échantillons de laboratoire, c'est-à-dire entre les valeurs de concentration moyenne spécifiques à chaque échantillon de laboratoire, voir le glossaire dans la section 0) est la même dans les deux scénarios suivants:

- Scénario 1: l'échantillon de laboratoire est obtenu en une seule étape d'échantillonnage (sous forme d'un seul grand incrément)
- Scénario 2: l'échantillon de laboratoire est un échantillon composite obtenu par 100 étapes d'échantillonnage (100 incréments).

En effet, dans le cas d'un lot homogène, la variance d'échantillonnage ne dépend pas du nombre d'incrément mais de la taille de l'échantillon de laboratoire. Afin de réduire la variance d'échantillonnage d'un facteur  $k$ , la taille de l'échantillon de laboratoire doit être augmentée par le même facteur.

<sup>2</sup>Des informations préalables peuvent être disponibles sous la forme d'une caractérisation statistique des données obtenues lors de contrôles de lots précédents ou d'expériences menées pour surveiller l'hétérogénéité au sein et entre les lots. Cette caractérisation statistique des données disponibles est l'un des objectifs des travaux supplémentaires proposés dans le présent document de travail.

<sup>3</sup>La proportion non conforme est la caractéristique de qualité du lot dans de nombreux plans pour les lots homogènes constitués d'éléments distincts traités dans les *Directives générales sur l'échantillonnage* (CXG 50-2004).

### Définition pratique de l'hétérogénéité d'un lot

À l'inverse, dans le cas d'un lot hétérogène, la variance d'échantillonnage ne dépend pas uniquement de la taille de l'échantillon. En effet, dans la plupart des cas, cela dépendra aussi du nombre d'incrément. Pour un lot hétérogène, tant que la variation de sous-échantillonnage est négligeable, la variance d'échantillonnage peut être réduite par le facteur  $k$  en augmentant le nombre d'incrément par le même facteur. Pour les lots hétérogènes, l'augmentation de la taille de l'échantillon peut n'avoir qu'un effet négligeable sur la variance d'échantillonnage.

Il s'agit d'une définition pragmatique, plutôt que théorique de l'hétérogénéité. Elle est motivée, en partie, par les rapports et publications disponibles sur les résultats des études. Par exemple, voir le résumé de Tittlemier *et al.* (2025)<sup>4</sup>:

«Les résultats indiquent que le prélèvement d'échantillons pendant une partie seulement d'une opération de chargement ou de déchargement peut donner un échantillon composite non représentatif de l'ensemble de la cargaison et augmenter ainsi le risque de classer à tort une cargaison comme conforme.»

D'autres exemples peuvent être trouvés dans la section 9 (Annexe A).

### Caractérisation de l'hétérogénéité pour les mycotoxines

Dans le cas des mycotoxines, il est proposé de caractériser l'hétérogénéité des lots par moyen de quatre paramètres:

1. La proportion de subdivisions contaminées <sup>5</sup>au sein du lot (en supposant que le lot entier est divisé en subdivisions de la taille d'un incrément). Ce paramètre peut également être désigné comme la proportion *attendue* d'incrément contaminés.
2. Variation de la concentration moyenne entre les subdivisions contaminées de la taille d'un incrément
3. La variation de la proportion de grains contaminés <sup>6</sup>au sein d'un incrément contaminé
4. Variation de la concentration entre les grains contaminés

Note: Il peut exister d'autres sources d'hétérogénéité des lots, telles que des variations entre des subdivisions (segments) plus larges au sein du lot<sup>7</sup>. Toutefois, dans ce document de travail, nous nous concentrerons sur les quatre sources d'hétérogénéité énumérées ci-dessus.

Note: Bien que la concentration moyenne par lot ne soit pas une caractéristique de qualité appropriée pour les lots hétérogènes, les coûts associés à l'obtention d'un résultat d'essai par incrément peuvent être prohibitifs. Il peut néanmoins être utile d'aborder la question de savoir si les essais de dépistage / essais rapides peuvent être utilisés dans les travaux futurs. Plus particulièrement, cette approche d'utilité permettrait d'équilibrer les coûts des essais avec les coûts liés à l'acceptation de lots présentant des poches de contamination non détectées.

Note: afin d'examiner les différentes sources d'erreur (y compris l'erreur fondamentale d'échantillonnage) liées à l'incertitude de mesure, veuillez consulter le Document d'information attaché aux directives CXG 54[20].

Pour plus d'informations sur le contexte veuillez vous référer au contenu des sections 3.2.4, 3.2.5 et 3.2.6 des directives CXG 50[1].

Voir aussi Annexe A pour des arguments plus détaillés.

## 3 Approche classique

L'approche «classique» de l'échantillonnage des produits en vrac consiste à partitionner la variation au sein du lot en différentes composantes telles que la variation entre segments et la variation entre les incréments. Cette approche est donc également appelée approche par *composantes de variance* et est décrite, entre autres, dans la norme ISO 10725:2000 [5](où l'accent est mis sur un coût raisonnable plutôt que sur un risque minimal) et dans l'ouvrage de Schilling et Neubauer[6].

Cette approche peut être décrite comme suit:

<sup>4</sup> Tittlemier, S. A., Blagden, R., Chan, J., Drul, D., Gaba, D., Huang, M., Tran, M. (2024). Les contaminants et les résidus présentent des répartitions variables dans de grands volumes de blé. *Food Additives & Contaminants: Part A*, 42(1), 92–102. <https://doi.org/10.1080/19440049.2024.2417394>

<sup>5</sup>Une subdivision contaminée est une subdivision où la concentration moyenne est supérieure à la limite de quantification (LQ).

<sup>6</sup>Un grain contaminé est un grain dont la teneur en mycotoxines est non nulle.

<sup>7</sup> Voir ISO 10725[5]

$$\begin{aligned}
 &\text{Variance totale au sein du lot} = \\
 &\quad \text{variance entre les segments} \\
 &\quad + \text{variance entre les incréments au sein d'un segment} \\
 &\quad + \text{variance entre les éprouvettes au sein d'un échantillon composite} \\
 &\quad + \text{variance analytique}
 \end{aligned}$$

Il convient de noter ce qui suit:

- Ce type d'approche est pertinent si les estimations des différentes composantes de variance sont prises en compte dans le plan d'échantillonnage pour acceptation (nombre de segments et d'incrément, taille de l'échantillon composite, facteur de broyage, taille des éprouvettes).
- Cette approche repose sur certaines hypothèses tacites (distribution normale, variance homogène entre les incréments au sein de chaque segment, etc.).
- Les composantes de la variance doivent être estimées avant le contrôle des lots réels au moyen d'études spécialement conçues. (Les procédures d'estimation des différentes composantes de la variance sont décrites dans la norme ISO 11648-1:2003.)
- La norme «ISO 10725:2000 Plans et procédures d'échantillonnage pour acceptation pour le contrôle de produits en vrac»[5] décrit les plans d'échantillonnage de produits en vrac basés sur l'approche des composantes de la variance. Les plans décrits dans la norme ISO 10725 diffèrent des applications plus générales de cette approche en ce qu'ils nécessitent deux échantillons composites.
- Les procédures relatives spécifiquement aux particules sont décrites, par exemple, dans la norme ISO 11648-2:2001.
- L'approche par composantes de variance ne peut pas être appliquée aux lots partiellement contaminés et hétérogènes (c'est-à-dire aux lots présentant une distribution mixte).

#### 4 Plans d'échantillonnage pour acceptation dans la norme CXS 193

Ces plans présentent les caractéristiques distinctives suivantes:

- Nombre d'incrément relativement élevé (souvent 100 par lot ou sous-lot)
- Absence d'échantillonnage stratifié
- Absence des segments
- Les lots volumineux sont subdivisés en sous-lots, et le plan d'échantillonnage pour acceptation est appliqué séparément pour chaque sous-lot

Prenons un exemple de la norme CXS 193. Plan d'échantillonnage pour acceptation pour les aflatoxines totales dans un lot de 250 tonnes d'arachides décortiquées (limite maximale: LM = 15 µg/kg<sup>8</sup>) est comme suit:

- Divisez le lot en cinq sous-lots de 50 tonnes.
- Pour chaque sous-lot:
  - prendre cent incréments de 200 g
  - échantillon de laboratoire: 20 kg
  - taille de l'éprouvette (prélevée sur l'échantillon de laboratoire *broyé et homogénéisé*): 100 g
  - Règle de décision: le sous-lot est accepté si le résultat d'essai est inférieur à la limite maximale (LM)

<sup>8</sup>Voir le tableau 1 de l'annexe III de la norme CXS 193.

Note 1: Les exigences de reproductibilité d'une méthode d'analyse sont souvent exprimées en termes de reproductibilité de Horwitz<sup>9</sup>. Par exemple, dans le tableau 3 de l'annexe III, l'exigence de précision est «2 x la valeur dérivée de l'équation de Horwitz». Ce dernier est indiqué comme suit:

$$RSD_R = 2^{1-0.5 \cdot \log(c)}$$

Note 2: De nombreux plans figurant dans la norme CXS 193 sont similaires (ou identiques) aux plans figurant dans le règlement d'exécution CIR 2023/2782 de l'UE. Par exemple, dans le tableau 1 de la section D.2, le plan d'échantillonnage de produits en vrac pour un lot de 250 tonnes d'arachides décortiquées est identique à celui dans la norme CXS 193 décrit ci-dessus. (Limite maximale (LM) pour les aflatoxines dans les arachides est spécifiée à 15 µg/kg dans l'annexe I du règlement d'exécution CR 2023/95 (UE), soit la même LM que dans la norme CXS 193.

Note 3: Pour certaines combinaisons de mycotoxines et de produits, les composantes de variance sont fournies sous la forme de variances de Horwitz. À titre d'exemple, le tableau 1 de l'annexe IV.A est reproduit ici:

**Tableau 1: Variance des composantes pour les aflatoxines dans les amandes, les noisettes, les pistaches et les noix du Brésil décortiquées. Le nombre de grains dans l'échantillon de laboratoire est indiqué  $n$ , la taille de l'éprouvette [g] est indiquée  $m$  et le nombre d'aliquotes est indiqué  $k$ . La concentration d'aflatoxine [µg/kg] est indiquée  $c$ .**

Composante	Amandes	Noisettes	Pistaches	Noix du Brésil décortiquées
Échantillonnage $s_s^2$	$\frac{7730}{n} \cdot 5.759 \cdot c^{1.561}$	$\frac{10\,000}{n} \cdot 4.291 \cdot c^{1.609}$	$\frac{8\,000}{n} \cdot 7.913 \cdot c^{1.475}$	$\frac{1\,850}{n} \cdot 4.8616 \cdot c^{1.889}$
Préparation des échantillons $s_{sp}^2$	$\frac{100}{m} \cdot 0.170 \cdot c^{1.646}$	$\frac{50}{m} \cdot 0.021 \cdot c^{1.545}$	$\frac{25}{m} \cdot 2.334 \cdot c^{1.522}$	$\frac{50}{m} \cdot 0.0306 \cdot c^{0.632}$
analytiques $s_a^2$	$\frac{1}{k} \cdot 0.0484 \cdot c^{2.0}$	$\frac{1}{k} \cdot 0.0484 \cdot c^{2.0}$	$\frac{1}{k} \cdot 0.0484 \cdot c^{2.0}$	$\frac{1}{k} \cdot 0.0484 \cdot c^{2.0}$

La variation totale (exprimée sous forme de variance) est alors obtenue comme suit :

$$s_{total}^2 = s_s^2 + s_{sp}^2 + s_a^2$$

Note 4: Les plans manquent concernant certains mycotoxines et produits importants. Par exemple, pour le moment, il n'existe aucun plan pour l'ochratoxine A (OTA).

## 5 Approche de Whitaker

### 5.1 Introduction

Le cadre théorique qui sous-tend les plans actuels dans la norme CXS 193 consiste en un corpus de travaux substantiel comprenant une série de publications scientifiques et un outil web[3] (voir la section 5.2). Les références [11][13][14][15][16] sont des exemples de publications de Whitaker<sup>10</sup>.

Nous utiliserons le terme «*approche*<sup>11</sup> Whitaker» pour désigner ce cadre.

Nos observations sur l'approche Whitaker peuvent être résumés comme suit:

- L'approche Whitaker est basée sur «l'approche classique» ou «l'approche par composantes de variance» décrite dans la section 3. Cette approche suppose l'homogénéité des lots, voir la section 2 ci-dessus. On pourrait dire qu'il était judicieux pour Whitaker et ses coauteurs de faire cette

<sup>9</sup> La reproductibilité selon Horwitz peut ne pas être représentative des performances des méthodes d'analyse plus modernes. Nous notons que la référence à la reproductibilité de Horwitz a été supprimée de la section 4.2.1.1 du RÈGLEMENT D'EXÉCUTION 2023/2782 (UE) DE LA COMMISSION. Dans la norme CXS 193, la variance analytique reflète un écart type relatif de reproductibilité de 22 pour cent, basé sur les données du Food Analysis Performance Assessment Scheme (FAPAS). FAPAS considère qu'un écart type relatif de 22 pour cent constitue une mesure appropriée du meilleur accord pouvant être obtenu de manière fiable entre les laboratoires. Une incertitude analytique de 22 % est supérieure à la variation intralaboratoire mesurée dans les études d'échantillonnage pour les quatre fruits à coque.

<sup>10</sup> Une liste exhaustive des publications scientifiques de Whitaker se trouve ici:

<https://mycotoxinresearch.wordpress.ncsu.edu/whitaker-publication-list/>

<sup>11</sup> Les auteurs remercient chaleureusement Whitaker pour ses nombreuses et précieuses contributions à l'échantillonnage en vrac pour les mycotoxines, sur lesquelles s'appuieront les travaux futurs proposés dans le présent document de travail.

hypothèse, par exemple parce qu'ils pensaient que les niveaux de concentration de mycotoxines étaient homogènes dans les lots qu'ils avaient sélectionnés pour leurs études. Quoi qu'il en soit, il est évident que les paramètres statistiques obtenus sur la base de l'hypothèse d'homogénéité ne peuvent pas servir de base aux calculs de risques pour les lots hétérogènes.

- Les plans de la norme CXS 193 sont ostensiblement basés sur l'approche Whitaker. Voir, par exemple, le tableau 1 de l'annexe IV.A et le tableau 3 de l'annexe V dans la norme CXS 193. Dans le même temps, les plans semblent supposer une hétérogénéité des lots et nécessitent donc l'agrégation d'un grand nombre d'incrémentes. Il semble donc y avoir une incohérence entre les plans de la norme CXS 193 et leur cadre théorique. De plus, l'outil FAO ne permet pas de saisir le nombre d'incrémentes. Voir Section 5.2 et Section 5.5.
- Les estimations de variance calculées par Whitaker et ses coauteurs sont basées sur des données provenant de lots sélectionnés connus pour être contaminés. Autrement dit, ces estimations ne peuvent être considérées comme représentatives des schémas de contamination typiques dans un grand nombre de lots. En particulier, ces estimations ne conviennent pas aux types de lots faiblement contaminés que l'on peut raisonnablement s'attendre à rencontrer fréquemment. En particulier, l'approche Whitaker ne fonctionnera pas pour les lots où la plupart des pièces ne présentent aucune contamination et où un petit nombre de pièces présentent des niveaux de contamination élevés. Voir la Section 5.3.
- Dans l'approche de Whitaker, les paramètres sont estimés par moyen d'une régression linéaire dans le domaine de la variance logarithmique par rapport au domaine de la concentration logarithmique. Cependant, la relation linéaire dans le domaine log-log est induite par la transformation logarithmique plutôt que de refléter une relation entre la dispersion et la concentration qui serait intrinsèque aux données. Voir la Section 5.4.
- Dans l'approche de Whitaker, les variances sont inversement proportionnelles à la taille de l'échantillon ou de l'éprouvette. D'un point de vue statistique, cela ne convient pas aux lots hétérogènes. Voir Sections 2 et 5.5.

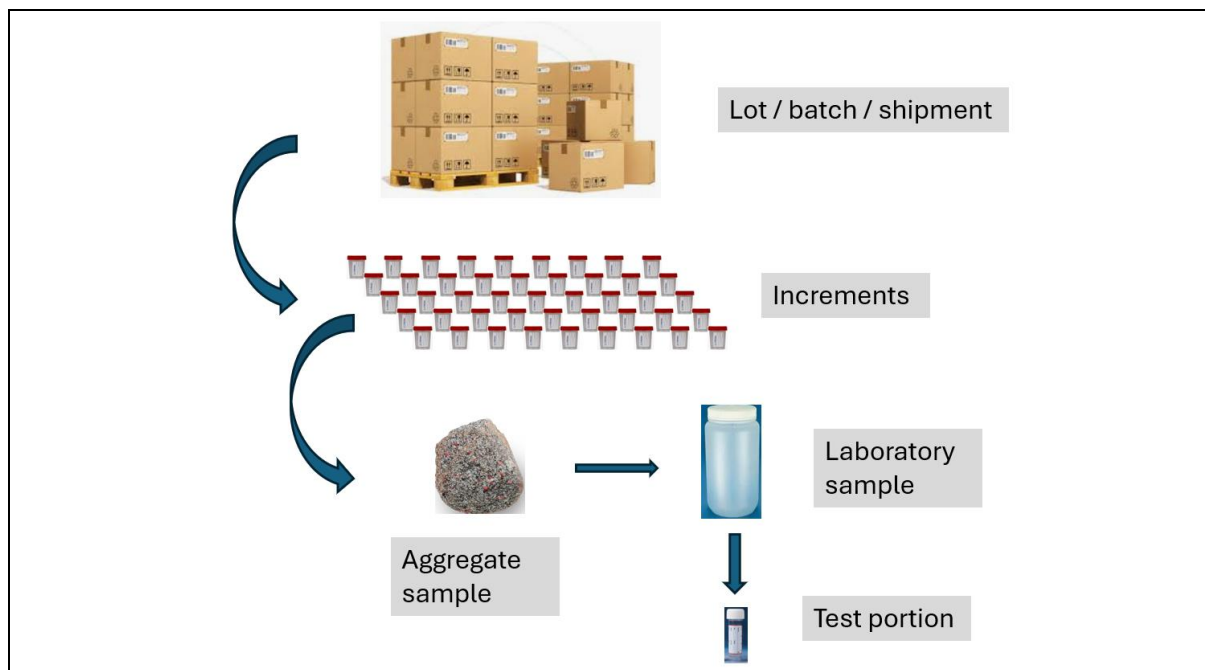
## 5.2 L'outil FAO

L'outil FAO (version 1.1) [3] est accessible via le lien suivant:

<https://tools.fstools.org/mycotoxins/>

Les paramètres de conception d'un plan d'échantillonnage pour acceptation sont les suivants (voir le diagramme suivant):

- Taille de l'échantillon de laboratoire – ns [kg]  
Cela est converti en nombre de grains/particules par multiplication par le nombre de grains par kg.
- Nombre d'échantillons de laboratoire – scnt [#]  
Cela permet d'avoir des plans d'échantillonnage de type par attributs avec  $c = 0$ , c'est-à-dire que tous les échantillons de laboratoire doivent satisfaire au critère d'acceptation
- Taille de l'éprouvette – nss [g]  
Chaque échantillon de laboratoire est broyé et une petite éprouvette est prélevée sur l'échantillon de laboratoire broyé
- Nombre d'aliquotes – na [#]  
Résultat final de l'essai = la moyenne des aliquotes

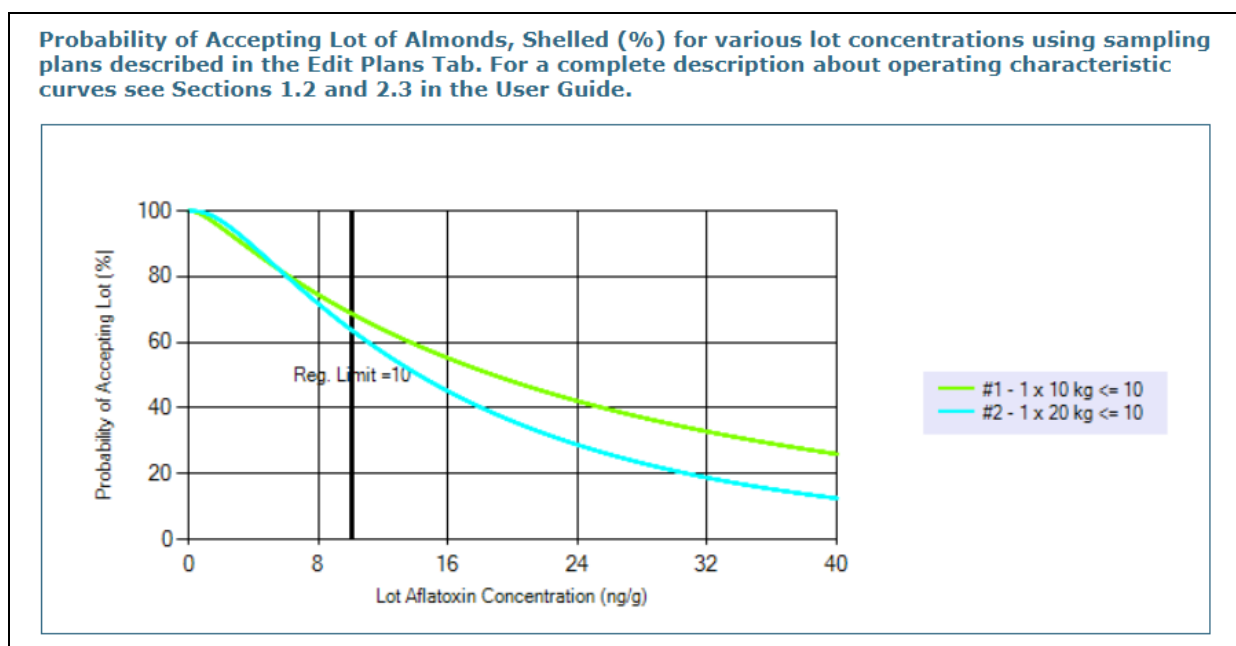
**Figure 1: Étapes d'échantillonnage des produits en vrac**

Lot/batch/shipment	Lot//Lot/Envoi
Increments	Incréments
Aggregate sample	Échantillon composite
Laboratory sample	Échantillon de laboratoire
Test portion	Éprouvette

Pour une mycotoxine, un produit et un plan donnés, l'outil fournit une analyse de variance et une courbe d'efficacité (OC).

Par exemple, pour l'aflatoxine dans les amandes décortiquées, et pour une aliquote prélevée sur une éprouvette de 100 g prélevée sur un échantillon de laboratoire de 10 kg ou de 20 kg, les courbes d'efficacité (OC) sont les suivantes.

**Figure 2: Courbe d'efficacité (OC) à partir de l'outil FAO d'échantillonnage des mycotoxines. La courbe verte correspond à un échantillon de laboratoire de 10 kg et la courbe bleue à un échantillon de laboratoire de 20 kg.**



Probability of Accepting Lot of Almonds, Shelled (%) for various lot concentrations using sampling plans described in the Edit Plans Tab. For a complete description about operating characteristic curves see Sections 1.2 and 2.3 in the User Guide.	Probabilité d'accepter un lot d'amandes décortiquées (%) pour différentes concentrations de lot, selon les plans d'échantillonnage décrits dans l'onglet Modifier les plans. Pour une description complète des courbes caractéristiques, voir les sections 1.2 et 2.3 du Guide de l'utilisateur.
Probability of Accepting Lot (%)	Probabilité d'accepter un lot (%)
Reg. limit	Limite régl.
Lot Aflatoxin Concentration (ng/g)	Concentration d'aflatoxine du lot (ng/g)

Notez qu'à une concentration moyenne d'aflatoxine de 24 ng/g dans un lot, la probabilité d'acceptation diminue d'environ 40 % à moins de 30 % lorsque la taille de l'échantillon de laboratoire est doublée. (Pour les amandes décortiquées, la norme CXS 193 exige un échantillon de laboratoire de 20 kg.)

Nos observations sur cet outil:

- L'outil ne permet pas que le nombre d'incrémentes influence les performances d'un plan donné. Cela rend difficile le calcul des risques associés à un plan provenant, par exemple, de la norme CXS 193.
- Il existe donc une incohérence entre l'outil de la FAO et la norme CXS 193, même si les plans de ce dernier sont manifestement basés sur les composantes de variance qui alimentent les calculs du premier.

### 5.3 Base expérimentale

Les calculs de l'outil sont basés sur un modèle de composantes de variance avec des estimations précalculées. Les expériences et les calculs qui sous-tendent ces estimations sont décrits dans une série de publications scientifiques, voir par exemple [11][13][14][15][16]<sup>12</sup>. Afin d'éclairer l'estimation des composantes de la variance, la conception pour l'aflatoxine (B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>, G<sub>1</sub> et G<sub>2</sub>) dans le maïs égrené sera brièvement décrit, voir Johansson et al.[15].

Les résultats des essais effectués sur 18 lots (provenant de 8 régions de Caroline du Nord) soupçonnés d'être contaminés par l'aflatoxine étaient disponibles.

Il existe trois composantes de variance:  $s_{\text{sampling}}$ ,  $s_{\text{sub-sampling}}$  et  $s_{\text{analytical}}$ . Ces trois composantes sont brièvement décrites dans le tableau suivant.

**Tableau 2: Composantes de variance**

Composante de variance	Description
$s_{\text{sampling}}$	Différences aléatoires d'un échantillon de laboratoire à l'autre
$s_{\text{sub-sampling}}$	Différences aléatoires d'une éprouvette à l'autre (après broyage de l'échantillon de laboratoire). Cette composante est également appelée composante de préparation de l'échantillon.
$s_{\text{analytical}}$	Différences aléatoires d'une aliquote d'extrait d'éprouvette à une autre

La variation totale est alors obtenue en tant que

$$s_{\text{total}}^2 = s_{\text{sampling}}^2 + s_{\text{sub-sampling}}^2 + s_{\text{analytical}}^2$$

Le sous-échantillonnage et les événements analytiques sont combinés de manière pratique via

$$s_r^2 = s_{\text{sub-sampling}}^2 + s_{\text{analytical}}^2$$

Les composantes de la variance ont été estimées au moyen de deux expériences.

#### Expérience 1

Un échantillon (≈45 kg) a été prélevé dans chaque lot et divisé en 32 échantillons d'essai (≈1,13 kg par échantillon d'essai). Chaque échantillon d'essai a ensuite été broyé et des sous-échantillons de 50 g ont été prélevés<sup>13</sup>. Notez que, traduit en termes de la norme CXS 193, cela signifie que

<sup>12</sup> Une liste exhaustive des publications scientifiques de Whitaker se trouve ici:

<https://mycotoxinresearch.wordpress.ncsu.edu/whitaker-publication-list/>

<sup>13</sup> La conception de l'expérience 1 était une conception déséquilibrée. Les détails ici ne sont pas au centre de l'attention, ils ne sont donc mentionnés que par souci d'exhaustivité et pour faciliter les références. Pour 16 échantillons d'essai sur

- l'échantillon de  $\approx 45$  kg joue le rôle de l'échantillon composite ou global.
- Les «échantillons d'essai» (broyés) de 1,13 kg jouent le rôle d'échantillons de laboratoire (broyés)
- et les «sous-échantillons» de 50 g jouent le rôle d'éprouvette.

Il convient également de noter que l'objectif de l'étude n'était pas de caractériser la concentration moyenne d'aflatoxine des lots. Pour cette raison, des questions telles que de savoir si l'échantillon de 45 kg est un échantillon composite et, si oui, combien d'échantillons incrémentaux ont été prélevés ne sont pas pertinentes pour l'étude. Néanmoins, le manque d'informations sur la manière dont la division des échantillons de 45 kg a été effectuée ainsi que sur la manière dont le sous-échantillonnage des «échantillons d'essai» broyés de 1,13 kg a été effectué (c'est-à-dire l'équipement et la procédure) constitue une limite dans la mesure où les lecteurs ne peuvent pas juger si ces divisions / sous-échantillonnages entraîneraient un biais.

Ces données ont été utilisées pour calculer  $s_{total}$  et  $s_r$ . La composante d'échantillonnage a ensuite été obtenue via

$$s_{sampling}^2 = s_{total}^2 - s_r^2$$

## Expérience 2

Dix sur les sous-échantillons de 50 g de l'expérience 1 ont été choisis. Pour chaque sous-échantillon, 15 résultats d'essais répétés ont été obtenus pour le calculer  $s_{analytical}$ .

La composante de sous-échantillonnage a ensuite été obtenue via

$$s_{sub-sampling}^2 = s_r^2 - s_{analytical}^2$$

Note: Dans ces expériences, les lots ont été choisis parce qu'on savait qu'ils étaient contaminés. Autrement dit, il ne s'agit pas d'un échantillon aléatoire. Par conséquent, les données présentées dans cette publication [15] ne sont pas pertinentes pour la modélisation de la variation de la teneur en aflatoxine d'un lot à l'autre.

## 5.4 Composantes de variance en fonction de la concentration moyenne dans les lots

Pour une catégorie d'aliment et une mycotoxine données, les composantes de variance et la concentration moyenne ont été calculées pour chaque lot. Ensuite, séparément pour chaque composante de variance, une expression mathématique de la relation entre la concentration moyenne et la variance a été déterminée. Cela exigeait une estimation de deux paramètres pour chaque composante de variance, via un calcul de régression linéaire effectué sur la base de l'hypothèse suivante:

$$\text{Variance} = a \cdot c^b$$

**Hypothèse 1**

où  $c$  désigne la concentration moyenne du lot.

En effet, sur la base de cette hypothèse, nous avons

$$\log(\text{Variance}) = \log(a) + b \cdot \log(c)$$

**Équation 1**

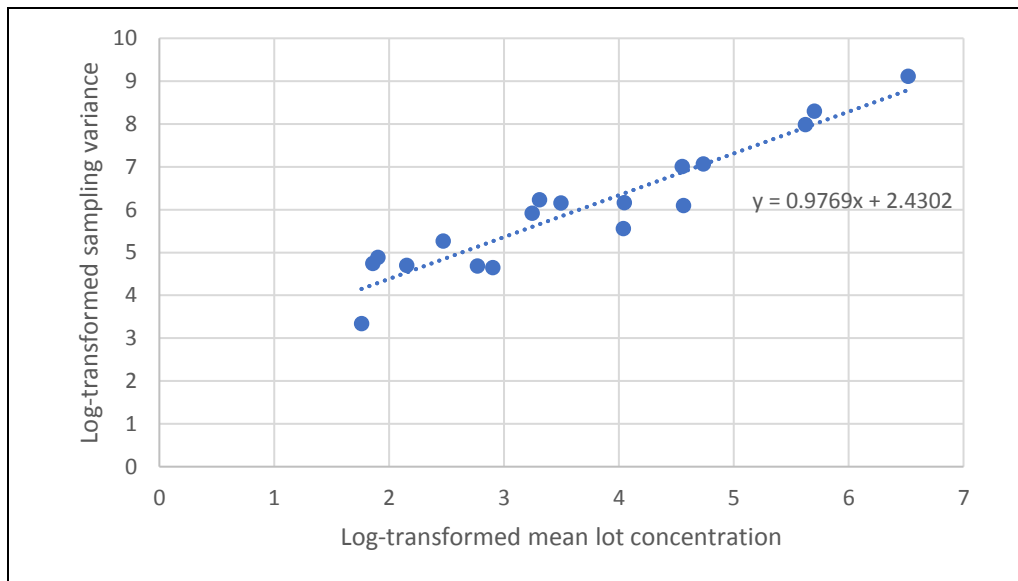
En d'autres termes, l'hypothèse 1 signifie que, sur l'échelle logarithmique, la variance est linéairement associée à la concentration.

Le diagramme suivant montre un graphique log-log de la variance d'échantillonnage calculée à partir des 18 lots pour l'aflatoxine dans le maïs égrené.

---

32, deux sous-échantillons de 50 g ont été prélevés par échantillon d'essai. Pour 16 échantillons d'essai sur 16, deux sous-échantillons de 50 g ont été prélevés par échantillon d'essai.

**Figure 3: Graphique log-log de la composante de variance d'échantillonnage pour l'aflatoxine dans le maïs égrené.**



Log transformed sampling variance	Variance d'échantillonnage log transformée
Log transformed mean log concentration	Concentration logarithmique moyenne log transformée

Comme on peut le constater sur le diagramme ci-dessus, nous avons

$$\log(a) \approx 2.43 \text{ (et ainsi } a \approx 11.36)$$

et

$$b \approx 0.98$$

qui est la valeur indiquée dans l'équation 7 de la publication:

$$s_{\text{sampling}}^2 = 11.36 \cdot c^{0.98}$$

Notre critique de cette approche est la suivante:

- Supposons que  $s(c)$  désigne l'écart type à la concentration  $c$ , que  $RSD(c)$  désigne l'écart type relatif à la concentration  $c$  et que  $v(c) = s^2(c)$  désigne la variance à la concentration  $c$ .
- Supposons, comme ci-dessus, que  $v(c) = a \cdot c^b$
- Nous avons alors  $RSD(c) = \sqrt{a \cdot c^{b-2}}$
- Pour  $b \approx 1$  (comme ci-dessus), cela se simplifie en  $RSD(c) = \sqrt{\frac{a}{c}}$ . Cette relation ne correspond pas bien aux données (voir Tableau 3 ci-dessous).
- Pour  $b \approx 2$  (comme c'est le cas pour de nombreuses estimations de la composante analytique), cela se simplifie en  $RSD(c) = \sqrt{a}$ , c'est-à-dire un écart type relatif constant. Ce n'est pas ce que l'on observe habituellement pour le composant analytique, où le RSD est généralement plus élevé aux faibles concentrations.
- Les estimations de régression dépendent d'estimations de variance qui sont elles-mêmes sujettes à une forte incertitude statistique.
- Il est peu réaliste de supposer que ces estimations de régression, obtenues sur la base de données limitées, peuvent être extrapolées à tous les ensembles de données pour un type d'aliment et une mycotoxine donnés.

Le tableau suivant permet une comparaison des valeurs RSD et de variance d'échantillonnage observées par rapport aux valeurs modélisées ( $s_{\text{sampling}}^2 = 11.36 \cdot c^{0.98}$ ) pour les 18 lots d'aflatoxine dans le maïs égrené.

**Tableau 3: Comparaison des valeurs de variance d'échantillonnage observées et modélisées et des valeurs de RSD pour l'aflatoxine dans le maïs égrené**

	Variance d'échantillonnage	RSD
--	----------------------------	-----

Lot	Valeur moyenne	observée	modélisée	observée	modélisée
1	5,8	28,2	63,3	91,6%	137,1%
2	6,4	114,7	69,7	167,3%	130,4%
3	6,7	131,8	72,9	171,3%	127,4%
4	8,6	109,4	93,0	121,6%	112,1%
5	11,8	193,0	126,7	117,7%	95,4%
6	15,9	108,4	169,5	65,5%	81,9%
7	18,2	103,9	193,4	56,0%	76,4%
8	25,6	371,9	269,9	75,3%	64,2%
9	27,3	508,2	287,4	82,6%	62,1%
10	32,9	469,5	344,9	65,9%	56,4%
11	56,7	258,9	587,0	28,4%	42,7%
12	57,1	474,8	591,0	38,2%	42,6%
13	94,7	1106,8	968,9	35,1%	32,9%
14	95,6	444,5	977,9	22,1%	32,7%
15	113,8	1173,6	1159,4	30,1%	29,9%
16	276,9	2933,3	2763,9	19,6%	19,0%
17	298,9	4012,7	2978,3	21,2%	18,3%
18	676,6	9096,1	6616,3	14,1%	12,0%

Note: La figure 10 dans [19] présente une comparaison des composantes de variance modélisées par rapport à celles observées pour le DON dans le blé (barres B par rapport aux barres C).

Notre dernière remarque critique, et peut-être la plus importante, est que la relation linéaire dans le domaine logarithmique (variance logarithmique par rapport à la moyenne logarithmique) est un produit de la transformation logarithmique elle-même. Afin de préciser ce point, nous commençons par reformuler la variance en fonction de l'écart type relatif (RSD):

$$\text{Variance} = (RSD \cdot c)^2$$

Par conséquent, nous avons

$$\log(\text{Variance}) = 2 \cdot \log(RSD) + 2 \cdot \log(c)$$

Si nous écrivons  $a = 2 \cdot \log(RSD)$ , nous obtenons ainsi

$$\log(\text{Variance}) = a + 2 \cdot \log(c)$$

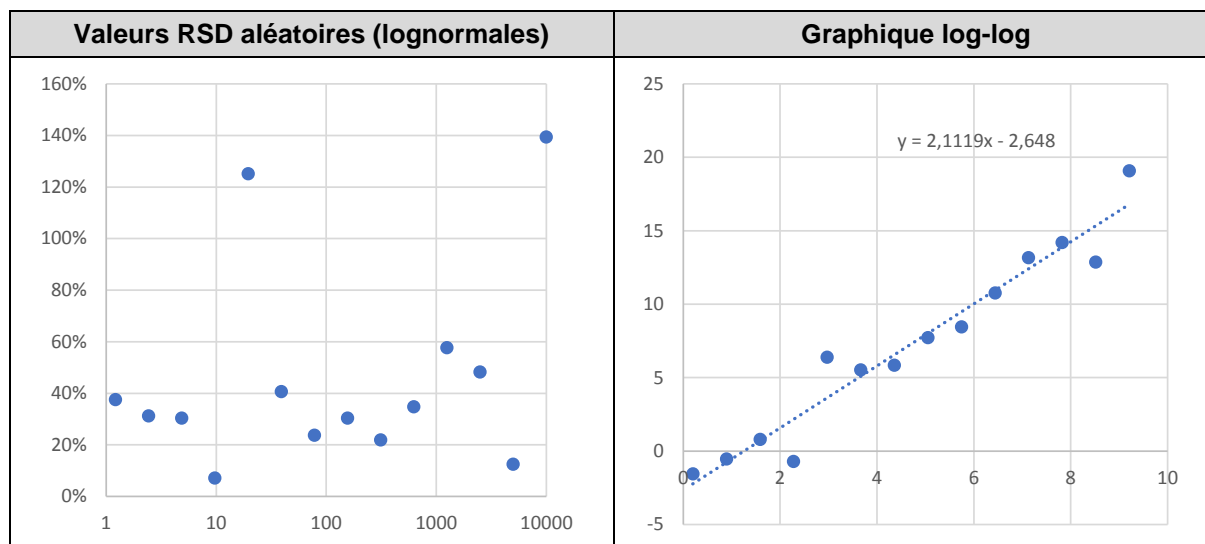
c'est-à-dire une relation très linéaire qui, dans l'approche de Whitaker, est considérée comme une propriété empiriquement observée des données. Notez que la pente est de 2 indépendamment de la valeur RSD.

Cela peut être constaté dans l'ensemble de données suivant, où les valeurs RSD sont générées aléatoirement comme suit:

$$RSD = 0.3 \cdot e^{0.8 \cdot z} \text{ avec } z \sim \mathcal{N}(0,1)$$

La figure suivante présente les valeurs RSD en fonction de la concentration ainsi que le graphique log-log. Comme on peut le constater, dans le domaine log-log, une relation linéaire est observée même si les valeurs RSD sont des variables aléatoires lognormales sans aucune relation avec la concentration.

Tableau 4: Valeurs RSD aléatoires et graphique log-log (logarithme de la variance représenté en fonction du logarithme de la concentration). La relation linéaire est clairement un simple produit de la transformation plutôt qu'une propriété des données.



En résumé:

- La relation linéaire dans le domaine logarithmique est un produit de la transformation plutôt qu'une propriété des données.
- La transformation aboutira à une pente de 2

Note: les valeurs de pente pour les variances d'échantillonnage et de préparation des échantillons obtenues par régression linéaire dans l'approche de Whitaker diffèrent de la valeur 2 (voir tableau A de l'annexe II du Guide de l'utilisateur de l'outil FAO). [4]. Les valeurs de pente de la variance analytique sont souvent très proches de 2.

### 5.5 Prendre compte de la taille de l'échantillon de laboratoire

Dans l'étude décrite dans l'article de Johansson et al. (voir section 5.3), la taille de l'échantillon d'essai (correspondant à la taille de l'échantillon de laboratoire dans la norme CXS 193) était de  $m_0 \approx 1.13$  kg.

Supposons que  $s_{sampling,0}^2$  désigne la variance d'échantillonnage associée à un échantillon de laboratoire de taille  $m_0$ .

Les auteurs proposent de prendre en compte différentes valeurs de taille de l'échantillon de laboratoire comme suit:

$$s_{sampling}^2 = \left(\frac{m_0}{m}\right) \cdot 11.36 \cdot c^{0.98} \quad \text{Équation 2}$$

où  $m$  désigne la taille de l'échantillon de laboratoire, exprimée en kg. La règle exprimée dans l'équation 2 repose sur l'hypothèse que si un échantillon de masse  $m = k \cdot m_0$  est prélevé, alors  $s_{sampling}^2 = \frac{s_{sampling,0}^2}{k}$ .

Dans l'ANNEXE I du Guide de l'utilisateur de l'Outil d'échantillonnage des mycotoxines de la FAO [4] il est indiqué que «... la théorie statistique stipule que si vous doublez la taille de l'échantillon, la variance est réduite de moitié.»

Comme déjà évoqué dans la section 2, cette hypothèse ne convient pas aux lots hétérogènes.

### 5.6 Probabilité d'acceptation et courbe d'efficacité (OC)

Le calcul de la probabilité d'acceptation est décrit dans les sections 7.3 et 7.4 de l'ANNEXE I – **Bases théoriques de l'outil d'échantillonnage des mycotoxines** – du Guide de l'utilisateur de l'Outil d'échantillonnage des mycotoxines de la FAO.

Les citations suivantes, tirées de la section 7.3, sont particulièrement intéressantes:

Pour calculer une courbe d'efficacité (OC), il est important de pouvoir décrire la distribution des mycotoxines parmi les particules individuelles d'un lot de produits en vrac. Cependant, la tâche de mesurer la concentration de mycotoxines parmi les particules individuelles d'un lot est trop coûteux et elle dure trop long, car il faudrait un très grand nombre de particules pour établir la distribution des mycotoxines parmi les particules individuelles pour une concentration de lot particulière. Si une seule particule sur 1000 est contaminée, il faudrait mesurer des centaines de milliers de particules pour

décrire la distribution des mycotoxines d'une particule à l'autre. La plupart des particules présenteraient une concentration inférieure à la limite de détection de la méthode d'analyse.

Des études d'échantillonnage (Whitaker et al.[13] et Whitaker et al.[14]) portant sur la détection de l'aflatoxine dans les arachides décortiquées ont indiqué que la distribution de l'aflatoxine parmi les échantillons de laboratoire prélevés dans un lot particulier n'était pas symétrique, mais présentait une asymétrie positive. La distribution des mycotoxines déterminée expérimentalement parmi les résultats d'essai d'échantillons répliqués (appelée distribution observée) présentait une longue queue à droite de la moyenne, la moyenne était supérieure à la médiane et la variance était supérieure à la moyenne. Une seule distribution théorique, la binomiale négative (NB), s'est démarquée parmi les distributions asymétriques comme une bonne candidate pour simuler les caractéristiques mentionnées ci-dessus dans la distribution observée d'un échantillon à l'autre — Whitaker et al.[13]. La distribution binomiale négative (NB) est asymétrique, ce qui permet une forte probabilité de faibles comptages (particules contenant peu ou pas de mycotoxine) et une faible probabilité de comptages élevés (particules contenant des niveaux élevés de mycotoxine), et la variance doit être supérieure à la moyenne. La distribution binomiale négative (NB) est également utilisée pour décrire la distribution entre les particules lorsque la contagion pose problème.

Une caractéristique très utile de la distribution binomiale négative (NB) est que si la distribution particule à particule est NB avec des paramètres  $\mu$  à la moyenne,  $\sigma^2$  à la variance et au paramètre de forme  $k$ , alors la distribution échantillon à échantillon est également NB avec les paramètres  $n \cdot \mu$ ,  $n \cdot \sigma^2$  et  $n \cdot k$ , où  $n$  représente le nombre de particules dans chaque échantillon. Cette caractéristique de la distribution NB permet de mesurer la variance et la moyenne parmi des échantillons répliqués de taille  $n$  [nombre de particules] et ensuite de calculer la distribution particule à particule en utilisant la taille de l'échantillon  $n$  comme transformation d'échelle. C'est comme disposer d'un microscope statistique pour caractériser la distribution particule à particule après avoir mesuré la distribution échantillon à échantillon — Whitaker et al. [13].

Il convient de noter que l'utilisation d'une seule distribution pour caractériser l'ensemble du lot (ici : la distribution binomiale négative (NB)) n'est pas cohérente avec la prise en compte des lots hétérogènes (voir section 2.)

Nous allons maintenant examiner un exemple précis. Dans la norme CXS 193, la limite maximale (LM) pour l'aflatoxine (AFB1+AFB2+AFG1+AFG2) dans les grains de maïs (destinés à une transformation ultérieure) est de **15 µg/kg** dans des lots d'au moins 0,5 tonne. Le plan d'échantillonnage pour acceptation est le suivant (voir annexe VI) :

Taille de l'échantillon de laboratoire	Taille de l'incrément	Taille de l'éprouvette
5 kg au moins	100 g	25 g

Dans l'outil d'échantillonnage des mycotoxines de la FAO, le même plan est spécifié comme suit:

Mycotoxine et produit	Aflatoxine, maïs, décortiqué (3000 grains par kg)
Limite réglementaire [ng/g]	15
Type de variance analytique	Au laboratoire
Taille de l'échantillon de laboratoire [kg]	5
Nombre d'échantillons de laboratoire	1
Taille de l'éprouvette [g]	25
Nombre d'aliquotes	1
Limite d'acceptation/de rejet [ng/g]	15

Dans cet outil, la variance à la limite réglementaire (15 ng/g) est calculée comme suit

Source	Variance [µg²/kg²]
--------	--------------------

Échantillonnage	36,48
Préparation des échantillons	78,16
Analyse	3,31
Total	117,95

Le tableau suivant présente les probabilités d'acceptation pour trois niveaux moyens de concentration d'aflatoxine, calculées

- à l'aide de l'outil FAO.
- avec la distribution NB
- avec la distribution gamma composée

Comme on peut le constater, toutes les valeurs concordent assez bien. Les écarts observés sont probablement dus aux procédures de calcul utilisées par l'outil.

**Tableau 5: Valeurs de probabilité d'acceptation selon l'outil de la FAO, le modèle binomial négatif et le modèle gamma composé**

Concentration moyenne d'aflatoxines dans le lot [ng/g]	Probabilité d'acceptation (%)		
	Outil d'échantillonnage des mycotoxines de la FAO	Logiciel statistique (distribution NB)	Logiciel statistique (distribution gamma composée telle que décrite dans Johansson et al.[16])
5	93,61	94,14	93,39
<b>15</b>	<b>59,62</b>	<b>60,77</b>	<b>56,26</b>
30	17,16	18,55	18,39

## 6 Risques du consommateur et du producteur dans les plans de la norme CXS 193

Les plans de la norme CXS 193 et l'approche Whitaker reposent sur l'hypothèse tacite qu'un certain niveau de risque n'est pas dépassé. Cependant, il n'est nulle part précisé quel niveau de risque pour le consommateur et quel niveau de risque pour le producteur sont jugés acceptables. Par conséquent, dans la mesure où une approche fondée sur les risques est appliquée, la première étape consisterait à définir les niveaux de risque considérés comme acceptables.

Cependant, le problème principal est que l'outil de la FAO ne peut pas être utilisé pour calculer correctement les risques des plans de la norme CXS 193 puisque le nombre d'incrémentes n'est pas pris en compte. C'est pourquoi un outil R «shiny» a été développé. L'hétérogénéité au sein du lot et le nombre d'incrémentes du plan d'échantillonnage pour acceptation peuvent être pris en compte explicitement dans le calcul des probabilités d'acceptation, en considérant les quatre paramètres suivants (voir la Section 2):

- La proportion de subdivisions contaminées<sup>14</sup> au sein du lot (en supposant que le lot entier est divisé en subdivisions de la taille d'un incrément). Ce paramètre peut également être désigné comme la proportion *attendue* d'incrémentes contaminés.
- Variation de la concentration moyenne entre les subdivisions contaminées de la taille d'un incrément
- La variation de la proportion de grains contaminés<sup>15</sup> au sein d'un incrément contaminé
- Variation de la concentration entre les grains contaminés

Ces informations sont nécessaires pour calculer correctement les risques.

Pour illustrer cela, nous examinons à nouveau le plan d'échantillonnage pour acceptation concernant les grains de maïs (destinés à un traitement ultérieur) dans la norme CXS 193.

Les paramètres de calcul étaient les suivants:

<sup>14</sup> Une subdivision contaminée est une subdivision où la concentration moyenne est supérieure à la limite de quantification (LQ).

<sup>15</sup> Un grain contaminé est un grain dont la teneur en mycotoxines est non nulle.

**Tableau 6: Paramètres de calcul de la probabilité d'acceptation. Les valeurs de la variation entre les incréments, de la variation entre les grains et de la fraction de grains contaminés sont quelque peu arbitraires.<sup>16</sup>**

<b>LM</b>	15 µg/kg
<b>Nombre de grains par kg</b>	3000
<b>Taille du lot</b>	25 tonnes
<b>Taille de l'échantillon de laboratoire</b>	5 kg
<b>Nombre d'incrément</b>	50
<b>Taille de l'incrément</b>	100 g
<b>Variation entre les incréments (écart type dans le domaine log naturel)</b>	1
<b>Variation entre les grains (écart type dans le domaine log naturel)</b>	1
<b>Fraction des grains contaminés</b>	Fraction moyenne sur les incréments contaminés = 2 %, variant entre 1 % et 10 % (intervalle de prédiction à 90 %)
<b>Taille de l'éprouvette</b>	25 g
<b>Facteur de broyage</b>	1000 particules par noyau

Le tableau suivant présente les valeurs de probabilité d'acceptation pour différentes concentrations de lots et proportions d'incrément contaminés. Ces valeurs peuvent être comparées à celles du

Tableau 5.

**Tableau 7: Valeurs de probabilité d'acceptation pour différentes valeurs de la concentration du lot et de la proportion d'incrément contaminés**

<b>Concentration du lot [µg/kg]</b>	<b>Proportion des incréments contaminés [%]</b>	<b>Probabilité d'acceptation (%)</b>
5	0,1	95,6
15		95,2
30		94,8
5	1,0	89,6
15		74,3
30		64,1
5	10,0	98,0
15		60,9
30		26,1
5	100,0	100,0
15		54,6
30		0,0

Certes, une proportion de 0,1 % d'incrément contaminés est inférieure aux prévisions (voir l'annexe A pour une sélection de descriptions d'hétérogénéité tirées de la littérature). Il est néanmoins important de noter que, dans un tel scénario, le lot sera accepté avec une forte probabilité, quelle que soit la concentration moyenne dans le lot. De plus, il convient de noter qu'une proportion de 100 % d'incrément contaminés

<sup>16</sup> Les travaux futurs proposés dans le présent document de travail comprendront une analyse beaucoup plus détaillée de ces informations préalables en tant qu'entrées dans les calculs de risque ou d'utilité, et de la manière de dériver des plages de valeurs de paramètres cohérentes avec les données disponibles.

correspond au cas où le lot est homogène, de sorte qu'une approche statistique plus classique peut être appliquée (telle que celle mise en œuvre dans l'outil de la FAO).

Le modèle décrit ci-dessus (avec les quatre paramètres) devra être calibré à l'aide de données réelles. Cet étalonnage fera partie des travaux futurs proposés. À cette fin, le type de données privilégié serait des données au niveau incrémental; cependant, en l'absence de telles données, des données au niveau composite peuvent être utilisées pour obtenir une approximation réaliste.

## 7 Approche d'utilité

### 7.1 Description de l'approche

L'élaboration d'une approche d'utilité raisonnable dans le contexte de l'échantillonnage en vrac pour des lots hétérogènes est un sujet complexe et la présente section vise simplement à fournir quelques considérations préliminaires.

Même un grand nombre d'incrémentes (par exemple 100 incrémentes) peut s'avérer insuffisant pour détecter de petites poches de contamination potentiellement dangereuse. Les risques réels associés à un plan d'échantillonnage particulier ne peuvent être évalués de manière fiable que sur la base d'informations préalables concernant la variation de la concentration de l'analyte au sein du lot et la variation entre les lots, c'est-à-dire en utilisant des approches bayésiennes.

La disponibilité de telles informations préalables soulève immédiatement la question de savoir si les plans d'échantillonnage pour acceptation peuvent être optimisés à la fois en termes de risque et d'efficacité (c'est-à-dire en réduisant la charge de travail et les coûts tout en maintenant des niveaux de risque acceptables). Cette question est traitée par moyen de l'approche d'utilité.

La définition du terme «utilité» est la suivante:

$$\begin{aligned} \text{L'utilité pour un lot qui a} &= \text{l'avantage associé à un lot accepté} \\ \text{été **accepté**} & \\ & \text{moins les désavantages}^{17} \\ & \text{moins les coûts des essais et de l'échantillonnage} \\ \\ \text{L'utilité pour un lot qui a} &= \text{moins les coûts des essais et de l'échantillonnage} \\ \text{été **rejeté**} & \end{aligned}$$

Les désavantages peuvent inclure des pertes commerciales, des conséquences négatives sur la santé, des coûts liés aux litiges et une atteinte à la réputation. Il convient de noter que le calcul de l'utilité tient compte de tous les scénarios recensés par la codification statistique des informations préalables et il est qualifié plus précisément en tant que calcul de «l'utilité attendue».

Des fonctions différentes des désavantages peuvent être spécifiées, selon le degré auquel l'hétérogénéité du lot doit être pénalisée dans la fonction d'utilité. En fonction des informations préalables, du choix de la fonction de désavantages et de la structure des coûts, l'approche d'utilité peut aboutir à des plans tels que «rejet du lot sans contrôle», ou, à l'autre extrême, à des plans ne nécessitant qu'un petit nombre d'incrémentes.

Il existe un problème supplémentaire qui peut être résolu par une approche fondée sur l'utilité: un cadre basé uniquement sur le risque ne fait attention qu'à ce que la moyenne dépasse la limite ou non. En revanche, un cadre fondé sur l'utilité ne repose pas sur cette simple distinction entre «dépassement» et «non dépassement» de la limite, mais il prend également en compte l'ampleur de tout dépassement — par exemple, si la moyenne du sous-lot est dix fois supérieure à la limite ou seulement 10 % au-dessus. Cet aspect devient particulièrement important lorsqu'il existe une hétérogénéité considérable au sein du lot.

Des informations préalables sont nécessaires pour élaborer des plans basés sur l'approche d'utilité. Un tel plan montrera donc une certaine sensibilité au choix des paramètres / aux informations préalables. Les travaux futurs envisagés dans le présent document de travail comprendront une caractérisation de cette sensibilité.

### 7.2 Exemple

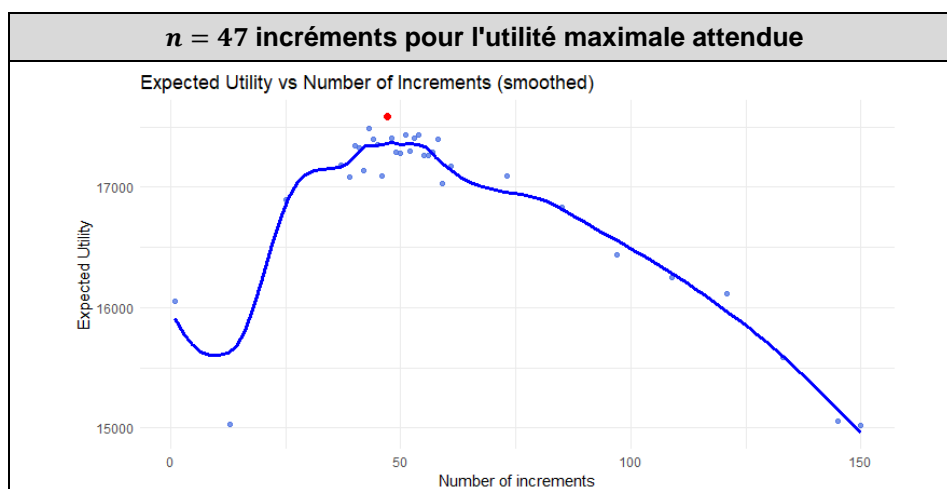
Prenons l'exemple suivant concernant la concentration d'aflatoxine dans des lots d'arachides

<sup>17</sup> Afin de calculer les désavantages, nous pourrions avoir besoin d'informations préalables concernant la variation de la concentration de l'analyte dans l'ensemble du lot.

- Taille du lot: 50 tonnes
- Informations préalables concernant la variation de la concentration d'aflatoxine entre les lots: distribution lognormale avec une concentration moyenne de 10 µg/kg et un écart type (dans le domaine ln) de 0,8 ln µg/kg.
- Informations préalables concernant la proportion d'incrément contaminés dans un lot: 3%
- Informations préalables concernant la variation de la concentration d'aflatoxine entre les incréments contaminés au sein d'un lot: distribution lognormale avec un écart type (dans le domaine ln) de 0,3 ln µg/kg.
- Les avantages par kg sont  $B = 1$  ( $B = 1$  signifie que les coûts d'échantillonnage et d'essai sont exprimés relativement comme  $B$ )
- Les coûts d'échantillonnage par incrément sont  $C_S = 40 B$
- Les coûts d'essai sont  $C_T = 200 B$

Le diagramme suivant présente une courbe d'utilité pour ce scénario, calculée à l'aide de la fonction de désavantage suivante

La concentration des désavantages  $x$  est  $\frac{x}{M}$  où  $M$  désigne la limite maximale



Expected Utility vs Number of Increments (smoothed)	Utilité attendue en fonction du nombre d'incréments (courbe lissée)
Expected Utility	Utilité attendue
Number of Increments	Nombre d'incréments

## 8 Glossaire

Cette section contient les définitions des principaux termes utilisés dans ce document. Dans la mesure du possible, la terminologie et les définitions sont cohérentes avec celles des normes ISO 17025, ISO 11648 et les directives CXG 50.

Limite maximale (LM)

Une limite maximale (LM) est une limite supérieure légalement imposée pour la concentration d'une toxine fongique nocive (comme l'aflatoxine, le DON, la patuline) dans les produits de consommation humaine et animale, fixée par les organismes de réglementation (par exemple, les règlements UE, le Codex Alimentarius) pour protéger la santé publique, sur la base d'évaluations des risques toxicologiques et destinée à être aussi basse que raisonnablement possible (ALARA) tout en permettant un commerce sûr.

Consommateur

Le terme «consommateur» désigne la partie qui achète le lot et peut s'appliquer au pays importateur ou à tout opérateur de la chaîne d'approvisionnement alimentaire qui achète le lot, que ce soit pour une transformation ultérieure, la distribution ou la vente.

Producteur

Le terme «producteur» désigne la partie qui vend le lot et peut s'appliquer à différents acteurs de la chaîne d'approvisionnement alimentaire, tels que le cultivateur, le fournisseur, le pays

	exportateur, etc.
Risque du consommateur (CR)	La probabilité d'acceptation lorsque le niveau de qualité du lot est insuffisante (par exemple, la concentration moyenne dans le lot est supérieure à la limite maximale [LM]).
Risque du producteur (PR)	La probabilité de non-acceptation lorsque le niveau de qualité du lot est acceptable (par exemple, la concentration moyenne dans le lot a une valeur inférieure à la LM).
Produits en vrac	Quantité de produits au sein desquels les composants ne sont pas dès le début facilement discernables au niveau macroscopique
Lot (produits en vrac)	Quantité de produits en vrac examinés pour lesquels des caractéristiques spécifiques doivent être déterminées
Sous-lot (produits en vrac)	Partie définie d'un lot de produits en vrac auxquels un plan d'échantillonnage en vrac est appliqué (si le lot est trop grand)
Segment	Subdivision plus large du lot ou du sous-lot faisant l'objet d'un contrôle.
Variance d'échantillonnage	Variation entre les échantillons de laboratoire, c'est-à-dire entre les valeurs moyennes de concentration spécifiques à chaque échantillon de laboratoire
Lot hétérogène	Un lot dans lequel la variance d'échantillonnage dépend du nombre d'incrémentes plutôt que de la taille de l'échantillon de laboratoire.
Échantillonnage pour acceptation	Contrôle d'un lot au cours de laquelle des décisions sont prises quant à l'acceptation ou au rejet d'un lot en fonction des résultats d'un ou plusieurs échantillons prélevés sur ce lot.
Plan d'échantillonnage pour acceptation	Une combinaison d'exigences relatives au nombre d'incrémentes, à la taille de l'échantillon de laboratoire et de l'éprouvette, ainsi qu'à un critère d'acceptation de lot
Échantillonnage de produits en vrac	Échantillonnage pour acceptation concernant les lots constitués de produits en vrac (plutôt que d'articles distincts)
Plan d'échantillonnage de produits en vrac	Plan d'échantillonnage pour acceptation concernant les lots constitués de produits en vrac (plutôt que d'articles distincts)
Incrément	quantité de produits en vrac prélevée en une seule opération par un dispositif d'échantillonnage
Échantillon incrémental	
Échantillon global	agrégation de deux ou de plusieurs incréments pris à partir d'un lot aux fins du contrôle de ce lot
Échantillon composite	
Échantillon de laboratoire	un sous-échantillon de l'échantillon composite, qui est envoyé au laboratoire pour homogénéisation et analyse
Éprouvette	une partie de l'échantillon de laboratoire homogénéisé qui est utilisée pour des essais ou pour une analyse en une seule fois
Broyage	procédé de préparation d'échantillons par lequel la taille des particules est réduite par broyage, concassage ou pulvérisation
Facteur de broyage	Coefficient par lequel la taille des particules est réduite lors du processus de broyage

## Références

- [1] Directives générales sur l'échantillonnage (CXG 50-2004).
- [2] Norme générale pour les contaminants et les toxines présents dans les produits de consommation humaine et animale (CXS 193-1995)
- [3] Outil d'échantillonnage des mycotoxines de la FAO (Version 1.1). <https://tools.fstools.org/mycotoxins/>

- [4] Guide de l'utilisateur pour l'outil d'échantillonnage des mycotoxines de la FAO (Version 1.1) (mise à jour en Septembre 2014).
- [5] ISO 10725:2000 Plans et procédures d'échantillonnage pour acceptation pour le contrôle de produits en vrac.
- [6] Schilling EG and Neubauer DV. Acceptance sampling in quality control, Third edition (2017) CRC Press.
- [7] Shotwell OL, Goulden ML, Botast RJ and Hasseltine CW. Mycotoxins in hot spots in grains. 1. Aflatoxin and zearalenone occurrence in stored corn (1975) *Cereal Chem.*, 52:687.
- [8] Cucullu AF, Lee LS, Mayne RY and Goldblatt LA. Determination of aflatoxin in individual peanuts and peanut sections (1986) *J. Am. Oil Chem. Soc.*, 43:89.
- [9] Coker RD, Nagler MJ, Blunden G, Sharkey AJ, Defize PR, Derksen GB and Whitaker TB. Design of sampling plans for mycotoxins in foods and feeds (1995) *Nat Toxins* 3(4): 257-62. <https://doi.org/10.1002/nt.2620030417>.
- [10] Cucullu AF, Lee LS, Mayne RY and Goldblatt LA. Determination of aflatoxins in individual peanuts and peanut sections (1966) *J Am Oil Chem Soc* **43**, 89–92. <https://doi.org/10.1007/BF02641022>.
- [11] Tittlemier SA and Whitaker TB. Les plans d'échantillonnage actuels peuvent introduire une forte variabilité dans les résultats des tests de mycotoxines, comme le démontre l'outil d'échantillonnage des mycotoxines en ligne de la FAO. (2023) *World Mycotoxin Journal* 16(2):1-12. <https://doi.org/10.3920/WMJ2022.2804>
- [12] Tittlemier SA, Roscoe M, Kobialka C and Blagden R. Considerations in the preparation of laboratory samples for the analysis of ochratoxin A in wheat (2012) *World Mycotoxin Journal*.
- [13] Whitaker TB, Dickens JW, Monroe RJ, and Wiser EH. Comparison of the observed distribution of aflatoxin in shelled peanuts to the negative binomial distribution (1972) *J. Am. Oil Chem. Soc.* 49:590-593.
- [14] Whitaker TB and Wiser EH. Theoretical investigations into the accuracy of sampling shelled peanuts for aflatoxin (1969) *J. Am. Oil Chem. Soc.* 46:377-379.
- [15] Johansson AS, Whitaker TB, Hagler Jr WM, Giesbrecht FG, Young JH and Bowman DT. Testing Shelled Corn for Aflatoxin, Part I: Estimation of Variance Components (2000). *Journal of AOAC International* Vol. 83, No. 5.
- [16] Johansson AS, Whitaker TB, Giesbrecht FG, Hagler Jr WM and Young JH and Bowman DT. Testing Shelled Corn for Aflatoxin, Part II: Modeling the Observed Distribution of Aflatoxin Test Results (2000). *Journal of AOAC international*, Vol. 83, No. 5.
- [17] Tittlemier SA, Blagden R, Chan J, Drul D, Gaba D, Huang M, Richter A, Roscoe M, Serda M, Timofeiev V and Tran M. Contaminant and residues have varied distributions in large volumes of wheat (2025) *Food Additives & Contaminants: Part A*, Vol. 42, No. 1, 92-102.
- [18] RÈGLEMENT D'EXÉCUTION (UE) 2023/2782 DE LA COMMISSION.
- [19] Tittlemier, S.A., Chan, J., Gaba, D., Pleskach, K., Osborne, J., Slate, A.B., & Whitaker, T.B. (2019). Revisiting the sampling, sample preparation, and analytical variability associated with testing wheat for deoxynivalenol. *World Mycotoxin Journal*, 12(4), 319-332. <https://doi.org/10.3920/WMJ2019.2450>
- [20] CXG 54- 2004, Directives du Codex sur l'incertitude de mesure

## 9 Annexe A: Caractérisation de l'hétérogénéité dans la littérature

De nombreux auteurs ont donné des indications concernant le niveau de variation de la concentration locale de mycotoxines au sein d'un lot. Cette section en donne un recueil.

Extrait de la section 7.3 de l'**ANNEXE I – Bases théoriques de l'outil d'échantillonnage des mycotoxines** – du Guide de l'utilisateur de l'Outil d'échantillonnage des mycotoxines de la FAO[4]:

Les recherches indiquent qu'un très faible pourcentage (moins de 1 %) des particules d'un lot de produits en vrac est contaminé et que la concentration de mycotoxines sur les particules contaminées individuelles peut varier de niveaux faibles à des niveaux extrêmement élevés. Par exemple, Shotwell[7] et Cucullu[8] ont observé des niveaux d'aflatoxine aussi élevés que  $4 \times 10^5$ ,  $1 \times 10^6$  et  $5 \times 10^6$  ng/g sur un seul grain de maïs, un seul grain d'arachide et une seule graine de coton, respectivement.

Source: Coker *et al.* [9]:

Il est évident [...] que des échantillons incrémentaux de 100 g de grains d'arachide triés à la main (HPS) collectés systématiquement peuvent contenir jusqu'à 200 fois la teneur moyenne en aflatoxine du lot.

Source: Cucullu *et al.* [9]:

[...] la contamination de quelques grains inégalement répartis pourrait expliquer cette variabilité entre les sous-échantillons. [...] À titre d'exemple, des analyses individuelles effectuées sur 50 arachides légèrement ridées issues du stock de semences ont révélé qu'une arachide contenait 1 200 ppb d'aflatoxine B1, que quatre n'en contenaient que des traces et que les autres étaient négatives.

Source: Tittlemier et Whitaker [11]:

Les essais de mycotoxines sont souvent utilisés dans le commerce pour déterminer la conformité aux limites maximales. Cependant, il est difficile de relier un résultat d'analyse d'un échantillon au volume dont il a été prélevé en raison de l'hétérogénéité distributionnelle et constitutionnelle (Esbensen, 2020) du grain. Les concentrations de mycotoxines dans un volume de matériaux peuvent varier en fonction de la position (c.-à-d. de l'hétérogénéité de la distribution spatiale), en particulier avec des infections fongiques localisées, telles que celles observées dans les grains de céréales endommagés et moins denses qui contiennent des concentrations plus élevées de mycotoxines (Biselli *et al.*, 2008 ; Shotwell *et al.*, 1974; Tittlemier, 2022). L'hétérogénéité constitutionnelle, telle qu'elle apparaît dans les différences de concentration de mycotoxines d'un grain à l'autre, etc., peut couvrir plusieurs ordres de grandeur (Chavez *et al.*, 2022; Tittlemier, 2022 ; Trucksess *et al.*, 2009) et peut compliquer également les essais.

Source: Tittlemier *et al.*[12]:

[...] l'analyse de l'OTA est particulièrement complexe dans de nombreux produits en vrac, notamment les céréales brutes comme le blé, en raison de sa distribution hétérogène dans toute la masse de blé en vrac.

Cette hétérogénéité se manifeste de deux manières. Premièrement, via des zones localisées de concentrations élevées dans des lots de blé en vrac. Cette hétérogénéité de distribution a été efficacement démontrée dans une étude de Biselli *et al.* (2008) dans laquelle un lot de 26 tonnes de blé dans un camion a été échantillonné manuellement et des échantillons incrémentaux et composites ont été analysés pour l'OTA. Un coefficient de variation de 200 % a été obtenu à partir des résultats des échantillons incrémentaux et la concentration d'OTA déterminée dans l'échantillon composite ne correspondait pas à la concentration moyenne d'OTA dans les échantillons incrémentaux.

Outre l'hétérogénéité de la distribution, les concentrations d'OTA au sein des grains individuels peuvent également varier considérablement. Cette variation a été qualifiée d'hétérogénéité intrinsèque. Les différences de concentrations d'OTA mesurées sur des grains de blé individuels peuvent s'étendre sur deux ordres de grandeur (Tittlemier *et al.*, 2011; T.W. Nowicki et M.M. Roscoe, communication personnelle).

## 10 Annexe B: Base de données

Des données représentatives seront nécessaires afin d'obtenir une caractérisation statistique plus fiable de l'hétérogénéité dans les lots et les expéditions réels, comme requis pour les calculs de risque et d'utilité. Jusqu'à présent, le Canada, le Brésil et l'Allemagne ont fourni des ensembles de données qui peuvent être utilisés à cette fin. Les données du Canada et du Brésil représentent les résultats d'essais sur des échantillons composites provenant de lots (les données brésiliennes proviennent principalement de GEMS), tandis que les données allemandes ont été obtenues dans le cadre de programmes de suivi. Pour le moment, aucune donnée au niveau des incréments n'est disponible.

Voici un bref aperçu des ensembles de données dont nous disposons actuellement.

- Données de suivi allemandes: mycotoxines et catégories d'aliments diverses (2010-2025). Un grand ensemble de données (environ 160 000 valeurs). Les valeurs mesurées ont été obtenues non pas à partir d'échantillons agrégés provenant de lots, mais plutôt à partir d'éléments échantillonnés provenant des détaillants. Pour cette raison, chaque valeur peut être considérée comme correspondant à un échantillon incrémental. Notez que l'accent de l'échantillonnage change d'une année à l'autre.
- Trois ensembles de données provenant du Brésil (GEMS, NCO IAL et GTFC): Aflatoxine et OTA pour la période 2011-2021.
- Aflatoxine dans le maïs: un très grand ensemble de données (plus d'un million de points de données)
- Données de suivi OTA provenant du Canada. Les valeurs de mesure ont été obtenues à partir d'échantillons composites représentant des expéditions individuelles de céréales brutes, ainsi que de sous-lots de ceux-ci. De plus, des données au niveau des grains ont récemment été mises à disposition.

Les tableaux suivants donnent une caractérisation statistique simple de ces ensembles de données (ou de sous-ensembles de ceux-ci) en termes de taille des données, de pourcentage >LD et de valeur maximale. Autant que possible, la valeur moyenne et l'écart type des valeurs maximales sont indiqués.

Afin de simplifier l'analyse des variations des concentrations de contaminants au fil du temps, les données ont été regroupées en trois périodes:

- 2010-2014
- 2015-2019
- 2020 et après

En raison du grand nombre de mycotoxines et de types d'aliments dans l'ensemble de données de suivi allemandes, seule une petite sélection a été prise en compte pour la caractérisation statistique dans les tableaux suivants. Notamment: Aflatoxines (totales) et OTA, dans chaque cas 8 types d'aliments correspondant aux valeurs les plus élevées pour les périodes avec au moins 50 points de données.

Il ressort clairement de la structure des données (nombreux résultats <LD)<sup>18</sup> que des méthodes statistiques très avancées fondées sur la censure seront nécessaires.

---

<sup>18</sup> La pratique n'est pas cohérente: on utilise à la fois la limite de détection (LD) et la limite de quantification (LOQ). Dans la quasi-totalité des cas, la valeur réelle de la LD ou de la LOQ est disponible.

**Tableau 8: Données de suivi allemandes: Aflatoxines (totales). Nombre d'incrémentes = 1.**

Aliments	Période	Nombre de points de données	Pourcentage > LOD	Max [µg/kg]	Valeurs moyennes <sup>19</sup> [µg/kg]	SD (écart type) [µg/kg]	RSD
Noix du Brésil	2015-2019	112	29,5%	4,5	81,1	108,3	133,6%
	2020 et après	74	37,8%	157,7			
Dattes	2010-2014	105	1,0%	79,2	26,4	45,7	173,2%
	2015-2019	81	19,8%	0,0			
	2020 et après	105	14,3%	0,0			
Figue	2010-2014	714	11,8%	1329,5	677,3	922,3	136,2%
	2020 et après	109	21,1%	25,2			
Gingembre	2020 et après	82	51,2%	41,9			
Noisettes	2010-2014	87	56,3%	35,0	28,6	9,1	31,9%
	2020 et après	112	60,7%	22,1			
Curcuma	2010-2014	56	67,9%	5,0	10,0	7,0	70,4%
	2020 et après	51	49,0%	14,9			
Arachides	2010-2014	72	4,2%	14,6	12,8	5,3	41,8%
	2015-2019	68	23,5%	16,9			
	2020 et après	106	0,9%	6,8			
Pistaches	2010-2014	101	11,9%	25,4	10,6	12,8	120,8%
	2015-2019	52	30,8%	3,7			
	2020 et après	85	17,6%	2,7			
Reste	50,7, Quinoa, 2020 et après, 48 valeurs.						

<sup>19</sup>Autant que possible, la valeur moyenne et l'écart type des valeurs maximales sont indiqués.

**Tableau 9: Données de suivi allemandes: OTA. Nombre d'incréments = 1.**

Aliments	Période	Valeurs numériques	Pourcentage > LOD	Max [µg/kg]	Valeurs moyennes <sup>20</sup> [µg/kg]	SD (écart type) [µg/kg]	RSD
Pois chiche	2010-2014	4	0,0%		24,2	33,5	138,7 %
	2015-2019	83	2,4%	0,5			
	2020 et après	73	5,5%	47,9			
Figue	2010-2014	934	26,2%	431,5	371,5	84,8	22,8%
	2020 et après	121	13,2%	311,6			
Paprika	2010-2014	120	86,7%	29,3	44,6	19,9	44,6%
	2015-2019	131	90,1%	37,4			
	2020 et après	73	84,9%	67,0			
Arachides	2010-2014	123	46,3%	49,9	17,6	28,0	159,4 %
	2015-2019	81	23,5%	2,7			
	2020 et après	131	1,5%	0,1			
Pistaches	2010-2014	89	15,7%	23,3	64,9	92,4	142,4 %
	2015-2019	103	6,8%	170,9			
	2020 et après	97	2,1%	0,6			
Seigle	2010-2014	209	17,7%	38,4	24,3	18,9	78,0%
	2015-2019	89	41,6%	2,8			
	2020 et après	255	12,9%	31,7			

<sup>20</sup> Autant que possible, la valeur moyenne et l'écart type des valeurs maximales sont indiqués.

Raisin de table	2010-2014	1	100,0%	0,9	27,2	23,0	84,5%
	2015-2019	161	66,5%	37,4			
	2020 et après	132	46,2%	43,3			
Blé	2010-2014	307	20,2%	31,1	12,7	16,2	127,8 %
	2015-2019	249	8,0%	0,7			
	2020 et après	334	7,5%	6,2			
				191,5			
Reste		9890		(légumes secs, 2010-2014, une seule valeur)			

**Tableau 10: Données GEMS du Brésil. Aflatoxines (totales).** On ignore si les points de données représentent des résultats d'essai à partir d'échantillons globaux, et combien d'échantillons élémentaires ont été prélevés.

Aliments	Période	Valeurs numériques	Pourcentage > LOD	Max [µg/kg]	Valeurs moyennes <sup>21</sup> [µg/kg]	SD (écart type) [µg/kg]	RSD
Noix du Brésil	2015-2019	50	32%	2,1	6,7	3,8	56,8 %
Noix de cajou	2015-2019	2555	3%	8,9			
Arachides, entières	2015-2019	380	22%	10,6			
Noisettes	2015-2019	140	6%	5,2			
Maïs	2015-2019	58	0%				
Riz	2015-2019	61	13%	14,1			

<sup>21</sup> Autant que possible, la valeur moyenne et l'écart type des valeurs maximales sont indiqués.

Farine de riz	2015-2019	1781	3%	13,5
Produits à base de céréales	2015-2019	94	0%	
Poudres de cacao	2015-2019	79	5%	0,4
Reste	2015-2019	121	0,6 (Fruits et produits dérivés des fruits)	

**Tableau 11: Données NCO IAL du Brésil. Aflatoxines (totales).**

Aliments	Période	Valeurs numériques	Pourcentage > LOD	Max [µg/kg]	Valeurs moyennes [µg/kg]	SD (écart type) [µg/kg]	RSD
Herbes, épices ou condiments	2015-2019	46	65,2%	7,5			
Arachides, décortiquées	2010-2014	7	0,0%		276,8	109,4	39,5%
	2015-2019	46	60,9%	354,2			
	2020 et après	15	40,0%	199,4			
Riz	2010-2014	35	2,9%	3,9			

**Tableau 12: Données GTFC du Brésil. Aflatoxines (totales).**

Aliments	Période	Valeurs numériques	Pourcentage > LOD	Max [µg/kg]
Aliments pour nourrissons à base de céréales	2015-2019	8	0,0%	
Riz entier	2015-2019	6	16,7%	0,3
Riz raffiné	2015-2019	6	0,0%	
Farine de maïs	2015-2019	15	0,0%	
Grains de maïs destinés à la transformation	2015-2019	3	0,0%	
Manioc (mandioca)	2015-2019	3	0,0%	

**Tableau 13: Pays divers. Aflatoxines (totales) dans le maïs.**

Pays	Période	Valeurs numériques	Pourcentage > LOD	Max [µg/kg]
Canada	2010-2014	43	0,0%	
Union européenne	2010-2014	449	17,4%	27,4
	2015-2019	279	20,4%	226,0
Philippines	2010-2014	7	28,6%	14,8
Rwanda	2015-2019	1587	99,8%	207,7
Arabie Saoudite	2010-2014	5	20,0%	9,9
	2015-2019	11	9,1%	5,1
Singapour	2015-2019	6	0,0%	
Thaïlande	2010-2014	14	0,0%	
	2015-2019	2	0,0%	
États-Unis	2010-2014	573236	16,2%	9928,0
	2015-2019	470898	4,1%	8447,0

[Je propose de combiner les tableaux 14 et 15. Ces ensembles de données réunis refléteraient la variation d'un lot à l'autre.]

**Tableau 14: Données OTA Cargo du Canada. B** Chaque valeur correspond à un échantillon de laboratoire de 10 kg obtenu à partir d'un échantillon composite représentant un envoi sélectionné de manière systématique. Entre 200 et 800 incréments par valeur (c.-à-d. par échantillon composite).

Grains	Période	Valeurs numériques	Pourcentage > LOD	Max [µg/kg]	Valeurs moyennes <sup>22</sup> [µg/kg]	SD (écart type) [µg/kg]	RSD
Orge	2010-2014	30	26,7%	2,8	5,9	2,7	45,6%
	2015-2019	50	18,0%	7,3			
	2020 et après	19	21,1%	7,7			
Blé dur	2010-2014	36	41,7%	4,9	4,1	0,7	17,3%
	2015-2019	85	36,5%	4,0			
	2020 et après	40	15,0%	3,4			
Avoine	2015-2019	41	43,9%	4,2	3,7	0,6	16,3%
	2020 et après	16	18,8%	3,3			
Blé	2010-2014	76	39,5%	4,1	5,7	1,4	25,2%
	2015-2019	222	41,4%	6,3			
	2020 et après	90	14,4%	6,8			

**Tableau 15: Données OTA cargo du Canada. B** Chaque valeur correspond à un échantillon de laboratoire de 10 kg obtenu à partir d'un échantillon composite représentant un envoi ciblé. Entre 200 et 800 incréments par valeur (c.-à-d. par échantillon composite).

Grains	Période	Valeurs numériques	Pourcentage > LOD	Max [µg/kg]	Valeurs moyennes [µg/kg]	SD (écart type) [µg/kg]	RSD
Orge	2010-2014	1	0%	1,8			
	2015-2019	35	3%				
	2020 et après	17	0%				
Blé dur	2010-2014	106	31%	5,9	5,7	0,7	11,6%
	2015-2019	494	15%	6,3			
	2020 et après	299	13%	5			
Blé	2010-2014	195	28%	6	6,5	1,9	29,2%
	2015-2019	1187	19%	8,6			
	2020 et après	641	14%	4,9			

<sup>22</sup> Autant que possible, la valeur moyenne et l'écart type des valeurs maximales sont indiqués.

## 11 Annexe C: Aperçu des plans d'échantillonnage pour acceptation dans la norme CXS 193

Ces tableaux sont présentés ici aux fins d'une consultation pratique.

### 11.1 Aflatoxines (totales) dans les arachides

Annexe III dans la norme CXS 193. LM = 15 µg/kg

Poids du lot	Poids / nombre des sous-lots	Nombre d'incréments	Poids / taille des incréments	Poids / taille de l'échantillon composite	Poids / taille de l'échantillon de laboratoire
≤1 t	Aucune subdivision	10	2000 g	20 kg	20 kg
>1–≤5 t	Aucune subdivision	40	500 g	20 kg	20 kg
>5–≤10 t	Aucune subdivision	60	333 g	20 kg	20 kg
>10–≤15 t	Aucune subdivision	80	250 g	20 kg	20 kg
>15–≤25 t	1 sous-lot	100	200 g	20 kg	20 kg
≥25–≤100 t	Sous-lots de 25 t	100 pour chaque sous-lot	200 g	20 kg pour chaque sous-lot	20 kg
>100–<500 t	5 sous-lots	100 pour chaque sous-lot	200 g	20 kg pour chaque sous-lot	20 kg
≥500 t	Sous-lots de 100 t	100 pour chaque sous-lot	200 g	20 kg pour chaque sous-lot	20 kg

**11.2 Aflatoxines (totales) dans les amandes, les noisettes et les noix du Brésil (décortiquées)****Annexe IV dans la norme CXS 193. LM = 15 µg/kg**

DFP / RTE	Poids du lot	Poids / nombre des sous-lots	Nombre d'incréments	Poids / taille des incréments	Poids / taille de l'échantillon composite	Poids / taille de l'échantillon de laboratoire
DFP	<1 t	Aucun sous-lot requis (≤25 t)	10	2000 g	≥20 kg	1 × 20 kg
DFP	1—<5 t	Aucun sous-lot requis (≤25 t)	25	800 g	≥20 kg	1 × 20 kg
DFP	5—<10 t	Aucun sous-lot requis (≤25 t)	50	400 g	≥20 kg	1 × 20 kg
DFP	10—<15 t	Aucun sous-lot requis (≤25 t)	75	267 g	≥20 kg	1 × 20 kg
DFP Également: pistaches en coque	≥15 t	Sous-lots ≤25 t	100 par (sous-)lot	200 g	≥20 kg	1 × 20 kg
RTE	<1 t	Aucun sous-lot requis (≤25 t)	10	2000 g	≥20 kg	2 × 10 kg
RTE	1—<5 t	Aucun sous-lot requis (≤25 t)	25	800 g	≥20 kg	2 × 10 kg
RTE	5—<10 t	Aucun sous-lot requis (≤25 t)	50	400 g	≥20 kg	2 × 10 kg
RTE	10—<15 t	Aucun sous-lot requis (≤25 t)	75	267 g	≥20 kg	2 × 10 kg
RTE Également: pistaches en coque	≥15 t	Sous-lots ≤25 t	100 par (sous-)lot	200 g	≥20 kg	2 × 10 kg

**11.3 Aflatoxines (totales) dans les figues séchées (prêtes à consommer)****Annexe V dans la norme CXS 193. LM = 10 µg/kg**

Poids du lot	Poids / nombre des sous-lots	Nombre d'incréments	Poids / taille des incréments	Poids / taille de l'échantillon composite	Poids / taille de l'échantillon de laboratoire
>10–≤15 t	Aucun sous-lot requis (≤15 t)	100	300 g	30 kg	3 × 10 kg
>5–≤10 t	Aucun sous-lot requis	80	300 g	24 kg	3 × 8 kg
>2–≤5 t	Aucun sous-lot requis	60	300 g	18 kg	2 × 9 kg
>1–≤2 t	Aucun sous-lot requis	40	300 g	12 kg	2 × 6 kg
>0,5–≤1 t	Aucun sous-lot requis	30	300 g	9 kg	1 × 9 kg
>0,2–≤0,5 t	Aucun sous-lot requis	20	300 g	6 kg	1 × 6 kg
>0,1–≤0,2 t	Aucun sous-lot requis	15	300 g	4,5 kg	1 × 4,5 kg
≤0,1 t	Aucun sous-lot requis	10	300 g	3 kg	1 × 3 kg
>15 t	Sous-lots de 15 t	100 pour chaque sous-lot	300 g	30 kg pour chaque sous-lot	3 × 10 kg

**11.4 Aflatoxines (totales) dans les grains de maïs (destinés à une transformation ultérieure)****Annexe VI dans la norme CXS 193. LM = 15 µg/kg**

Poids du lot	Poids / nombre des sous-lots	Nombre d'incréments	Poids / taille des incréments	Poids / taille de l'échantillon composite	Poids / taille de l'échantillon de laboratoire
≥1500 t	Sous-lots de 500 t	100 pour chaque sous-lot	100 g	≥5 kg pour chaque sous-lot	≥5 kg
>300– <1500 t	3 sous-lots	100 pour chaque sous-lot	100 g	≥5 kg pour chaque sous-lot	≥5 kg
≥100– ≤300 t	Sous-lots de 100 t	100 pour chaque sous-lot	100 g	≥5 kg pour chaque sous-lot	≥5 kg
>50–<100 t	2 sous-lots	100 pour chaque sous-lot	100 g	≥5 kg pour chaque sous-lot	≥5 kg
20–<50 t	Aucune subdivision	100	100 g	≥5 kg	≥5 kg
10–<20 t	Aucune subdivision	60	100 g	≥5 kg	≥5 kg
3–<10 t	Aucune subdivision	40	100 g	≥5 kg	≥5 kg
1–<3 t	Aucune subdivision	20	100 g	≥5 kg	≥5 kg
0,5–<1 t	Aucune subdivision	10	100 g	≥5 kg	≥5 kg
>0,05– <0,5 t	Aucune subdivision	5	1000 g (pour atteindre ≥5 kg)	≥5 kg	≥5 kg
≤0,05 t	Aucune subdivision	3	1667 g (pour atteindre ≥5 kg)	≥5 kg	≥5 kg

**11.5 Aflatoxines (totales) dans la farine / semoule / flocons dérivés du maïs****Annexe VI dans la norme CXS 193. LM = 10 µg/kg**

Poids du lot	Poids / nombre des sous-lots	Nombre d'incréments	Poids / taille des incréments	Poids / taille de l'échantillon composite	Poids / taille de l'échantillon de laboratoire
Toutes les tailles de lot	Aucun sous-lot	10	100 g (10 × 100 g)	1 kg	1 kg

**11.6 Aflatoxines (totales) dans le riz décortiqué/poli et dans le grain de sorgho (destiné à une transformation ultérieure)****Annexe VI dans la norme CXS 193. LM = 10 µg/kg pour le riz décortiqué / LM = 5 µg/kg pour le riz poli / LM = 10 µg/kg pour les grains de sorgho DTE**

Poids du lot	Poids / nombre des sous-lots	Nombre d'incréments	Poids / taille des incréments	Poids / taille de l'échantillon composite	Poids / taille de l'échantillon de laboratoire
≥1500 t	Sous-lots de 500 t	100 pour chaque sous-lot	100 g	≥5 kg pour chaque sous-lot	≥5 kg
>300– <1500 t	3 sous-lots	100 pour chaque sous-lot	100 g	≥5 kg pour chaque sous-lot	≥5 kg
≥100– ≤300 t	Sous-lots de 100 t	100 pour chaque sous-lot	100 g	≥5 kg pour chaque sous-lot	≥5 kg
>50–<100 t	2 sous-lots	100 pour chaque sous-lot	100 g	≥5 kg pour chaque sous-lot	≥5 kg
20–<50 t	Aucune subdivision	100	100 g	≥5 kg	≥5 kg
10–<20 t	Aucune subdivision	60	100 g	≥5 kg	≥5 kg
3–<10 t	Aucune subdivision	40	100 g	≥5 kg	≥5 kg
1–<3 t	Aucune subdivision	20	100 g	≥5 kg	≥5 kg
0,5–<1 t	Aucune subdivision	10	100 g	≥5 kg	≥5 kg

**11.7 DON dans les grains de céréales (blé/maïs/orge) destinées à une transformation ultérieure****Annexe VII dans la norme CXS 193. LM = 2000 µg/kg**

Poids du lot	Poids / nombre des sous-lots	Nombre d'incréments	Poids / taille des incréments	Poids / taille de l'échantillon composite	Poids / taille de l'échantillon de laboratoire
≥1500 t	Sous-lots de 500 t	100 pour chaque sous-lot	100 g	≥1 kg pour chaque sous-lot	≥1 kg
>300–<1500 t	3 sous-lots	100 pour chaque sous-lot	100 g	≥1 kg pour chaque sous-lot	≥1 kg
≥100–≤300 t	Sous-lots de 100 t	100 pour chaque sous-lot	100 g	≥1 kg pour chaque sous-lot	≥1 kg
>50–<100 t	2 sous-lots	100 pour chaque sous-lot	100 g	≥1 kg pour chaque sous-lot	≥1 kg
20–<50 t	Aucune subdivision	100	100 g	≥1 kg	≥1 kg
10–<20 t	Aucune subdivision	60	100 g	≥1 kg	≥1 kg
3–<10 t	Aucune subdivision	40	100 g	≥1 kg	≥1 kg
1–<3 t	Aucune subdivision	20	100 g	≥1 kg	≥1 kg
0,5–<1 t	Aucune subdivision	10	100 g	≥1 kg	≥1 kg

**11.8 DON dans la farine/semoule/flocons de blé/maïs/orge****Annexe VII dans la norme CXS 193. LM = 1000 µg/kg**

Poids du lot	Poids / nombre des sous-lots	Nombre d'incréments	Poids / taille des incréments	Poids / taille de l'échantillon composite	Poids / taille de l'échantillon de laboratoire
Toutes les tailles de lot	Aucun sous-lot	10	100 g (10 × 100 g)	1 kg	1 kg

**11.9 DON dans les aliments à base de céréales pour nourrissons et enfants en bas âge****Annexe VII dans la norme CXS 193. LM = 200 µg/kg**

Poids du lot	Poids / nombre des sous-lots	Nombre d'incréments	Poids / taille des incréments	Poids / taille de l'échantillon composite	Poids / taille de l'échantillon de laboratoire
Toutes les tailles de lot	Aucun sous-lot	10	100 g (10 × 100 g)	1 kg	1 kg

**11.10 Fumonisines (FB1+FB2) dans le grain de maïs (non transformé)****Annexe VIII dans la norme CXS 193. LM = 4000 µg/kg**

Poids du lot	Poids / nombre des sous-lots	Nombre d'incréments	Poids / taille des incréments	Poids / taille de l'échantillon composite	Poids / taille de l'échantillon de laboratoire
≥1500 t	Sous-lots de 500 t	100 pour chaque sous-lot	100 g	≥1 kg pour chaque sous-lot	≥1 kg
>300–<1500 t	3 sous-lots	100 pour chaque sous-lot	100 g	≥1 kg pour chaque sous-lot	≥1 kg
≥100–≤300 t	Sous-lots de 100 t	100 pour chaque sous-lot	100 g	≥1 kg pour chaque sous-lot	≥1 kg
>50–<100 t	2 sous-lots	100 pour chaque sous-lot	100 g	≥1 kg pour chaque sous-lot	≥1 kg
20–<50 t	Aucune subdivision	100	100 g	≥1 kg	≥1 kg
10–<20 t	Aucune subdivision	60	100 g	≥1 kg	≥1 kg
3–<10 t	Aucune subdivision	40	100 g	≥1 kg	≥1 kg
1–<3 t	Aucune subdivision	20	100 g	≥1 kg	≥1 kg
0,5–<1 t	Aucune subdivision	10	100 g	≥1 kg	≥1 kg

**11.11 Fumonisines (FB1+FB2) dans la farine de maïs****Annexe VIII dans la norme CXS 193. LM = 2000 µg/kg**

Poids du lot	Poids / nombre des sous-lots	Nombre d'incréments	Poids / taille des incréments	Poids / taille de l'échantillon composite	Poids / taille de l'échantillon de laboratoire
Toutes les tailles de lot	Aucun sous-lot	10	100 g (10 × 100 g)	1 kg	1 kg

**LIST OF PARTICIPANTS****CHAIR****NEW ZEALAND**

Susan Morris  
Ministry for Primary Industries - New Zealand

Roger Kissling  
Fonterra - New Zealand

**CO-CHAIR****GERMANY**

Peter Wend

Sabine Kemmlein  
BVL - The Federal Office of Consumer Protection and Food Safety - Germany

Steffen Uhlig  
QuoData - Germany

Bertrand Colson  
QuoData - Germany

**MEMBER NATIONS AND MEMBER ORGANIZATIONS**  
**ÉTATS MEMBRES ET ORGANISATIONS MEMBRES**  
**ESTADOS MIEMBROS Y ORGANIZACIONES MIEMBROS**

**AUSTRALIA - AUSTRALIE**

Richard Coghlan  
Senior Technical Expert – Analytical Services  
Branch, National Measurement Institute -  
Department of Industry, Science and Resources

**BRAZIL - BRÉSIL - BRASIL**

Ligia Lindner Schreiner  
Health Regulation Expert, Brazilian Health  
Regulatory Agency – Anvisa

Ana Claudia Marquim Firmo De Araujo  
Health Regulation Expert, Brazilian Health  
Surveillance Agency – Anvisa

**CANADA - CANADÁ**

Thea Rawn  
Research Scientist, Food and Nutrition Directorate  
– Health Canada

**COLOMBIA - COLOMBIE**

Myriam Rivera  
Coordinator of the Laboratory and Network  
Quality Group, National Institute for Drug and  
Food Surveillance

**CYPRUS - CHYPRE - CHIPRE**

Demetris Kafouris  
Chemist, State General Laboratory of Cyprus,  
Ministry of Health

**EGYPT - ÉGYPTÉ - EGIPTO**

Mariam Barsoum Onsy  
Food Standards Specialist, Egyptian Organization  
for Standardization & Quality (EOS)

**EUROPEAN UNION -**  
**UNION EUROPÉENNE -**  
**UNIÓN EUROPEA**

Franz Ulberth  
Scientific Expert, European Commission,  
European Union

**FRANCE - FRANCIA**

Laurent Guillier  
Statistician, French Agency for Food,  
Environmental and Occupational Health & Safety  
(ANSES)

**GHANA**

Fredua Agyemang Bawua  
Scientific Officer, Ghana Standards Authority

**GUATEMALA**

Nelson Ruanao  
Point of contact Guatemala Codex

**INDONESIA - INDONÉSIE**

SentyaWisenda  
Standardization Analyst, National Standardization  
Agency of Indonesia

**JAPAN - JAPÓN**

Yushi Yamamoto (Lead)  
Associate Director, MAFF

Hidetaka Kobayashi  
Director, The Sendai Regional Center, Food and  
Agricultural Materials Inspection Center

**REPUBLIC OF KOREA -  
RÉPUBLIQUE DE CORÉE -  
REPÚBLICA DE COREA**

Kim Youngjun  
Codex Researcher, Ministry of Food and Drug  
Safety

HyuJung Kim  
SPS Researcher, Ministry of Agriculture, Food  
and Rural Affairs

**SAUDI ARABIA - ARABIE SAOUDITE - ARABIA  
SAUDITA**

Nimah M Baqadir  
Standards and Regulations Expert, Saudi Food  
and Drug Authority, Kingdom of Saudi Arabia

Abdulaziz A Al Qaud  
Senior Product Registration Support Expert, Saudi  
Food and Drug Authority, Kingdom of Saudi  
Arabia

Mubarak M Al-Garaiwi  
Senior Scientific Evaluation Expert, Saudi Food  
and Drug Authority, Kingdom of Saudi Arabia

Abdullah A Al Sayari  
Section Head of Hormones and antibiotics, Saudi  
Food and Drug Authority, Kingdom of Saudi  
Arabia

Mohrah A Alenazi  
Senior Lab Expert, Saudi Food and Drug  
Authority, Kingdom of Saudi Arabia

**SINGAPORE - SINGAPOUR – SINGAPUR**

Ivan Ng Si Ming  
Senior Scientist, Singapore Food Agency

**UNITED STATES OF AMERICA -  
ÉTATS-UNIS D'AMERIQUE -  
ESTADOS UNIDOS DE AMÉRICA**

Thomas Weber  
Chief, Analytical Chemistry Branch, US  
Department of Agriculture

Alexandra Ferraro  
International Issues Analyst, US Codex Office, US  
Department of Agriculture

**OBSERVERS - OBSERVATEURS - OBSERVADORES**

**EURACHEM**

Michael Ramsay  
Chair of Eurachem WG of Uncertainty from Sampling

**INTERNATIONAL DAIRY FEDERATION (IDF/FIL)**

Aurélié Dubois  
Science and Standards Programme Manager

**INTERNATIONAL ASSOCIATION FOR CEREAL SCIENCE AND TECHNOLOGY (ICC/IACST)**

Valentina Narducci  
ICC Technical Director

Elizabeth Reiter  
ICC Technical Committee

Peter Sipos  
ICC Technical Committee