



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

Trente-cinquième session
Budapest (Hongrie), 3 - 7 mars 2014

APPROBATION DES MÉTHODES D'ANALYSE FIGURANT DANS LES NORMES CODEX

1. Le présent document contient les méthodes d'analyse et/ou d'échantillonnage proposées par les comités énumérés ci-après, figurant dans les projets de normes et textes apparentés en cours d'élaboration ou les mises à jour qu'il est proposé d'apporter aux méthodes en vigueur:

PARTIE I. Méthodes d'analyse

A. Comité sur les contaminants dans les aliments

PARTIE II Méthodes d'échantillonnage

A. Comité sur les contaminants dans les aliments

PARTIE I MÉTHODES D'ANALYSE

A. SEPTIÈME SESSION DU COMITÉ SUR LES CONTAMINANTS DANS LES ALIMENTS (CCCF)

2. La liste complète des méthodes d'analyse proposées figure à la section A. On trouvera ci-après un compte-rendu des débats tenus pendant la session du Comité.

Avant-projet de limites maximales pour le déoxynivalénol (DON) dans les céréales et les produits à base de céréales et des plans d'échantillonnage correspondants¹

3. Le CCCF est convenu d'inclure les critères de performance pour les méthodes d'analyse et de demander au CCMAS son avis sur la pertinence de ces critères pour assurer la cohérence avec les *Instructions de travail pour l'application de la démarche critères dans le Codex* (Manuel de procédure).

PARTIE II MÉTHODES D'ÉCHANTILLONNAGE

A. SEPTIÈME SESSION DU COMITÉ SUR LES CONTAMINANTS DANS LES ALIMENTS (CCCF)

Avant-projet de limites maximales pour le déoxynivalénol (DON) dans les céréales et les produits à base de céréales et des plans d'échantillonnage correspondants²

4. Le CCCF est convenu de faire avancer l'avant-projet de LMR pour les céréales brutes, incluant les plans d'échantillonnage, à l'étape 5. À sa trente-sixième session, la Commission a adopté la proposition (voir l'annexe I pour le plan d'échantillonnage).

¹ REP12/CF, par. 63.

² REP12/CF, par. 70.

A. COMITÉ SUR LES CONTAMINANTS DANS LES ALIMENTS

AVANT-PROJET DE LIMITES MAXIMALES POUR LE DÉOXYNIVALÉNOLE (DON) DANS LES CÉRÉALES ET LES PRODUITS À BASE DE CÉRÉALES ET DES PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE CORRESPONDANTS - MÉTHODES D'ANALYSE

Généralités

Il conviendra d'utiliser une démarche critères, qui fixe une série de critères de performance auxquels la méthode d'analyse utilisée doit être conforme. Cette démarche présente l'avantage de ne pas obliger à fournir des détails spécifiques sur la méthode utilisée et permet donc de profiter des progrès de la méthodologie sans avoir à réexaminer ou à modifier la méthode spécifiée. Les critères de performance établis pour les méthodes devraient comprendre tous les paramètres que chaque laboratoire doit respecter tels que le seuil de détection, le coefficient de variation de la répétabilité (au sein du laboratoire), le coefficient de variation de la reproductibilité (entre les laboratoires) et le taux de récupération nécessaires pour diverses restrictions statutaires. Les méthodes d'analyse qui sont acceptées par les chimistes à l'échelle internationale (par exemple, les méthodes AOAC) peuvent être utilisées. Ces méthodes sont régulièrement l'objet d'un suivi et d'une mise à jour en fonction des progrès technologiques.

Critères de performance pour les méthodes d'analyse

Une liste de critères et de niveaux de performance est indiquée dans le tableau 3. En adoptant cette approche, les laboratoires seraient libres d'utiliser la méthode d'analyse convenant le mieux à leurs installations.

Tableau 3 Critères de performance pour le déoxynivalénole

Niveau en $\mu\text{g}/\text{kg}$	Déoxynivalénole		
	RSD _r %	RSD _R %	Récupération en %
> 100 - \leq 500	\leq 20	\leq 40	60 à 110
> 500	\leq 20	\leq 40	70 à 120

Note: Projet de limites maximales pour le déoxynivalénole (DON), adopté par la trente-sixième session de la Commission à l'étape 5, comme suit:

Nom du produit	Limite maximale (mg/kg)	Notes/remarques.
Grains de céréales bruts (blé, maïs et orge)	2	La limite maximale s'applique aux grains de céréales bruts avant le tri et l'élimination des grains endommagés. On trouvera le plan d'échantillonnage dans l'annexe ci-après.

ANNEXE I

**AVANT-PROJET DE PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE POUR LE DÉOXYNIVALÉNOLO (DON)
DANS
LES CÉRÉALES BRUTES**

DÉFINITIONS

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

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

Plan d'échantillonnage – Il est défini par une procédure d'essai de déoxynivalénoLO et une limite d'acceptation ou de rejet. Cette procédure comprend trois étapes: collecte de l'échantillon, préparation de l'échantillon et analyse ou quantification du déoxynivalénoLO. La limite d'acceptation ou de rejet est le seuil de tolérance habituellement égal à la limite maximale Codex.

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

Échantillon global – Total de tous les échantillons supplémentaires provenant du lot ou du sous-lot. L'échantillon global doit être au moins aussi gros que l'échantillon de laboratoire ou les échantillons combinés.

Échantillon de laboratoire – la plus petite quantité de céréales/produits à base de céréales pulvérisées dans un broyeur. L'échantillon de laboratoire peut être une partie de l'échantillon global entier. Si l'échantillon global dépasse l'échantillon de laboratoire, un échantillon de laboratoire doit être prélevé d'une manière aléatoire sur l'échantillon global.

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

Courbe d'efficacité (OC) – un graphique de la probabilité de l'acceptation d'un lot par rapport à la concentration dans le lot lors de l'utilisation d'un modèle de plan d'échantillonnage donné. La courbe d'efficacité fournit une estimation des bons lots rejetés (risque de l'exportateur) et des mauvais lots acceptés (risque de l'importateur) par un modèle donné de plan d'échantillonnage pour le déoxynivalénoLO. On entend par bon lot un lot dans lequel la concentration de déoxynivalénoLO est inférieure à la limite maximale; on entend par mauvais lot un lot dans lequel la concentration de déoxynivalénoLO est supérieure à la limite maximale.

SÉLECTION DES ÉCHANTILLONS**Matériel à échantillonner****A) Procédure d'échantillonnage pour les céréales et les produits à base de céréales pour des lots ≥ 50 tonnes**

Chaque lot à examiner pour la détection du déoxynivalénoLO doit être échantillonné séparément. Les lots supérieurs à 50 tonnes doivent être subdivisés en sous-lots afin d'être échantillonnés séparément. Si un lot est supérieur à 50 tonnes, il doit être subdivisé en sous-lots comme au tableau 1.

Tableau 1 Subdivision des lots en sous-lots en fonction du produit et du poids du lot

Produit	Poids du lot (tonnes)	Sous-lots (poids ou nombre)	Nombre d'échantillons supplémentaires	Poids de l'échantillon global (kg)
Blé et orge bruts	≥ 1 500	500 tonnes	100	1
	> 300 et < 1 500	3 sous-lots	100	1
	≥ 50 et ≤ 300	100 tonnes	100	1
	< 50	--	3-100*	1
Maïs brut	≥ 1 500	500 tonnes	100	5
	> 300 et < 1 500	3 sous-lots	100	5
	≥ 50 et ≤ 300	100 tonnes	100	5
	< 50	--	3-100*	1 - 5

* En fonction du poids du lot - voir le tableau 2

Compte tenu que le poids du lot n'est pas toujours un multiple exact du poids des sous-lots, le poids du sous-lot peut dépasser le poids mentionné de 20 pour cent au maximum.

- Chaque sous-lot doit être échantillonné séparément.

Nombre d'échantillons supplémentaires: 100

- S'il n'est pas possible d'appliquer la méthode d'échantillonnage décrite ici en raison des conséquences commerciales résultant de dommages au lot comme le type d'emballage ou le moyen de transport, on aura recours à une autre méthode d'échantillonnage à condition qu'elle soit aussi représentative que possible, décrite en détail et documentée.

Procédure d'échantillonnage pour des céréales et des produits à base de céréales pour des lots < 50 tonnes

Pour des lots de céréales et de produits à base de céréales de moins de 50 tonnes, le plan d'échantillonnage doit être utilisé avec dix à 100 échantillons supplémentaires, en fonction du poids du lot, pour obtenir un échantillon global de 1 à 5 kg. Pour de très petits lots ($\leq 0,5$ tonnes), on prélèvera un plus petit nombre d'échantillons supplémentaires, mais l'échantillon global comprenant tous les échantillons supplémentaires devra aussi dans ce cas être au moins d'un kilogramme.

Les chiffres du tableau 2 peuvent être utilisés pour déterminer le nombre d'échantillons supplémentaires à prélever.

Tableau 2: Nombre d'échantillons supplémentaires à prélever en fonction du poids du lot de céréales/produits à base de céréales

Poids du lot (tonnes)	Nbre d'échantillons supplémentaires
$\leq 0,05$	3
$> 0,05 - \leq 0,5$	5
$> 0,5 - \leq 1$	10
$> 1 - \leq 3$	20
$> 3 - \leq 10$	40
$> 10 - \leq 20$	60
$> 20 - \leq 50$	100

Procédure d'échantillonnage pour les céréales et les produits à base de céréales pour des lots >>> 500 tonnes

Nombre d'échantillons supplémentaires (d'environ 100 g) à prélever:

100 échantillons supplémentaires + $\sqrt{\text{tonnes}}$

Lots statiques

On entend par lot statique une grande masse de céréales/produits à base de céréales contenue soit dans un seul grand conteneur comme un chariot, un camion ou un wagon, ou dans de nombreux petits conteneurs tels que des sacs ou des boîtes, les céréales/produits à base de céréales étant statiques au moment où l'échantillon est collecté. Collecter un échantillon véritablement aléatoire dans un lot statique peut être difficile car tous les conteneurs du lot ou du sous-lot ne sont pas nécessairement accessibles.

Prélever des échantillons supplémentaires dans un lot statique exige en général l'emploi de sondes pour collecter le produit dans le lot. Les sondes utilisées doivent être spécialement conçues en fonction du produit et du type de conteneur.

La sonde: 1) doit être assez longue pour atteindre tout le produit; 2) ne doit exclure aucun élément du lot de la collecte; et 3) ne doit pas altérer les éléments du lot. Comme mentionné ci-dessus, l'échantillon global doit être un mélange de nombreux petits fragments de produit pris en différents points du lot.

Pour les lots commercialisés sous emballages individuels, la fréquence d'échantillonnage (SF), ou le nombre de paquets dans lesquels les échantillons supplémentaires sont prélevés, est fonction du poids du lot (LT), du poids de l'échantillon supplémentaire (IS), du poids de l'échantillon global (AS) et du poids d'un paquet individuel (IP), comme suit:

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

La fréquence d'échantillonnage (SF) est le nombre de paquets échantillonnés. Tous les poids doivent être exprimés dans les mêmes unités de masse, par exemple en kilogrammes.

Lots dynamiques

Il est plus facile d'obtenir des échantillons globaux représentatifs en sélectionnant des échantillons élémentaires dans un flux continu de céréales/produits à base de céréales lorsque le lot est transféré d'un endroit à un autre. Lorsqu'on prélève des échantillons dans un flux, il faut prendre de petits fragments de produit sur toute la longueur du flux et mélanger les échantillons supplémentaires pour obtenir un échantillon global; si l'échantillon global est plus gros que le ou les échantillon(s) de laboratoire requis, il faut mélanger et subdiviser cet échantillon pour obtenir le ou les échantillon(s) de laboratoire de la taille requise.

Des dispositifs d'échantillonnage automatique, comme par exemple l'échantillonneur transversal, sont vendus dans le commerce, dotés de compte minutes, qui effectuent automatiquement des prélèvements à l'aide d'un bec déflecteur dans le flux à intervalles préétablis et réguliers. Quand on ne dispose pas d'équipement automatique, on peut charger quelqu'un de passer manuellement une palette dans le flux à intervalles réguliers pour collecter les échantillons supplémentaires. Que l'on utilise des méthodes automatiques ou des méthodes manuelles, les échantillons supplémentaires doivent être prélevés et mélangés à intervalles fréquents et réguliers tout au long du passage du flux des céréales/produits à base de céréales au point d'échantillonnage.

Les échantillonneurs transversaux doivent être installés de la manière suivante: 1) le plan de l'ouverture du bec déflecteur doit être perpendiculaire à la direction du flux; 2) le bec déflecteur doit traverser toute la section du flux; et 3) l'ouverture du bec déflecteur doit être assez large pour pouvoir collecter tous les éléments intéressants du lot. En règle générale, la largeur de l'ouverture du bec déflecteur doit être d'environ trois fois les dimensions les plus grandes des éléments du lot.

La taille de l'échantillon global (S) en kg, prélevé dans un lot par un échantillonneur transversal est la suivante:

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

où D est la largeur de l'ouverture du bec déflecteur (en cm), LT est le poids du lot (en kg), T est l'intervalle ou le temps qui s'écoule entre les prélèvements dans le flux (en secondes) et V est la vitesse (en cm/sec) du bec.

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

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

Emballage et transport des échantillons

Chaque échantillon de laboratoire devra être placé dans un récipient propre et inerte offrant une protection adéquate contre la contamination, la lumière du jour, et contre tout dommage que pourrait subir l'échantillon pendant le transport. Toutes les précautions nécessaires devront être prises pour éviter tout changement dans la composition de l'échantillon de laboratoire qui pourrait survenir durant le transport ou l'entreposage. Les échantillons devront être entreposés dans un endroit frais et dans l'obscurité.

Plombage et étiquetage des échantillons

Chaque échantillon de laboratoire prélevé pour un usage officiel devra être plombé sur le lieu de l'échantillonnage et identifié. Il faudra enregistrer chaque échantillon afin que chaque lot puisse être identifié sans ambiguïté, indiquer la date et le lieu de l'échantillonnage et fournir toute information supplémentaire qui pourrait être utile à l'analyste.

PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

Précautions

La lumière du jour est autant que possible à éviter pendant la préparation des échantillons, car les mycotoxines peuvent se décomposer progressivement sous l'influence des ultraviolets. Par ailleurs, la température ambiante et l'humidité relative doivent être contrôlées afin de ne pas favoriser le développement des moisissures et la formation de déoxynivalénol.

Homogénéisation - broyage

Comme la répartition du déoxynivalénol est extrêmement hétérogène, les échantillons de laboratoire doivent être homogénéisés en broyant la totalité des échantillons soumis au laboratoire. L'homogénéisation est un procédé qui réduit la taille des particules et disperse les particules contaminées de façon homogène dans l'ensemble de l'échantillon de laboratoire pulvérisé.

L'échantillon de laboratoire doit être finement broyé et parfaitement mélangé grâce à un procédé qui permet à l'homogénéisation d'être aussi complète que possible. L'homogénéisation complète implique que la taille des particules est extrêmement réduite et que la variabilité associée à la préparation de l'échantillon est proche de zéro. Après broyage, le broyeur doit être nettoyé pour prévenir toute contamination croisée

Prise d'essai

La taille recommandée de la prise d'essai obtenue à partir de l'échantillon de laboratoire pulvérisé doit être approximativement de 25 g.

Les procédures de sélection de la prise d'essai de 25 g dans l'échantillon de laboratoire pulvérisé doivent être appliquées de façon aléatoire. Si le mélange a eu lieu pendant ou après le processus de pulvérisation, la prise d'essai de 25 g peut être prélevée dans n'importe quelle partie de l'échantillon de laboratoire. Sinon, la prise d'essai de 25 g doit être obtenue par accumulation de plusieurs petites portions prélevées dans l'ensemble de l'échantillon de laboratoire.

Il est recommandé de prélever trois prises d'essai dans chaque échantillon de laboratoire pulvérisé. Les trois prises d'essai seront utilisées aux fins d'application, d'appel et de confirmation, le cas échéant.