



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

Trente-septième session

Budapest (Hongrie), 22 - 26 février 2016

APPROBATION DES DISPOSITIONS RELATIVES AUX MÉTHODES D'ANALYSE FIGURANT DANS LES NORMES CODEX

1. Le présent document décrit les méthodes d'analyse et/ou d'échantillonnage (Annexes I, II, III et IV) proposées par les Comités suivants:

- Comité du Codex sur les contaminants dans les aliments (Plans d'échantillonnage pour les fumonisines et le déoxynivalénol);
- Comité du Codex sur les épices et les herbes culinaires (méthodes d'analyse pour le cumin et le thym séché);
- Comité du Codex sur le poisson et les produits de la pêche (Amendements aux méthodes d'analyse pour les bâtonnets, les portions et les filets de poisson surgelés (panés ou enrobés de pâte à frire));
- Comité du Codex sur la nutrition et les aliments diététiques ou de régime (méthodes d'analyse pour les préparations destinées aux nourrissons et les préparations données à des fins médicales spéciales aux nourrissons).

COMITÉ DU CODEX SUR LES CONTAMINANTS DANS LES ALIMENTS (CCCF - neuvième session)

NOTE: À sa trente-septième session, la Commission du Codex Alimentarius a adopté les LM à l'étape 8 sous réserve de leur approbation par le CCMAS¹.

2. Le Comité **est invité à approuver** les plans d'échantillonnage et les critères de performance proposés pour les méthodes d'analyse à l'Annexe I.

Plans d'échantillonnage pour les fumonisines dans le maïs en grains et la farine et la semoule de maïs²

3. Les plans d'échantillonnage ont été révisés pour éliminer les incohérences comme l'avait demandé le CCMAS. Les critères de performance ont été ajustés en conformité avec les «Directives pour l'établissement de valeurs numériques pour les critères».

Plans d'échantillonnage pour le déoxynivalénol (DON) dans les aliments à base de céréales pour les nourrissons et les enfants en bas âge; dans la farine, la semoule, les gruaux et les flocons dérivés du blé, du maïs ou de l'orge; et dans les céréales en grains (blé, maïs et orge), y compris les plans d'échantillonnage pour les céréales en grains³

4. Le Comité a rappelé ses débats précédents visant à l'obtention des mêmes plans d'échantillonnage pour toutes les céréales. Par conséquent, suite à l'accord conclu sur le plan d'échantillonnage pour les fumonisines (point 2 de l'ordre du jour), il est convenu d'aligner le plan d'échantillonnage pour le DON dans les céréales en grains sur celui des fumonisines. Il a noté par ailleurs qu'avec l'amendement apporté au plan d'échantillonnage, c'est-à-dire la suppression de l'échantillon global, la demande de clarification auprès du CCMAS n'avait plus lieu d'être. Le plan d'échantillonnage a par ailleurs été élargi aux aliments à base de

¹ REP15/CAC, par. 36.

² REP15/CF par. 13, Annexe III.

³ REP15/CF, par. 91, Annexe VI.

céréales pour nourrissons et enfants en bas âge et à la farine, la semoule et les flocons dérivés du blé, du maïs ou de l'orge.

COMITÉ DU CODEX SUR LES ÉPICES ET LES HERBES CULINAIRES (CCSCH - deuxième session)

NOTE: Le Comité est convenu de transmettre les avant-projets de normes y compris les méthodes d'analyse à la Commission pour adoption à l'étape 5.

Méthode d'analyse pour le cumin⁴

Méthode d'analyse pour le thym séché⁵

5. Le Comité **est invité à approuver** les plans d'échantillonnage et les critères de performance proposés pour la méthode d'analyse figurant à l'Annexe II.

COMITÉ DU CODEX SUR LES POISSONS ET LES PRODUITS DE LA PÊCHE (CCFFP - trente-quatrième session)

Amendements à la section 7.4 de la Norme pour les bâtonnets, les portions et les filets de poisson surgelés — panés ou enrobés de pâte à frire⁶

6. À sa trente-quatrième session, le CCFFP a amendé la Section 7.4 Estimation de la teneur en poisson et, concernant la méthode d'analyse chimique (Méthode du coefficient d'azote sur le produit fini), il a reconnu l'importance de la méthode pour vérifier la teneur en poisson déclarée sur l'étiquette et l'a modifiée pour indiquer qu'une confirmation n'était pas nécessaire lorsqu'elle est utilisée pour des produits cuits car la méthode AOAC 996.15 (Méthode du produit fini) était moins précise pour ce qui concerne ces produits.

7. Le Comité **est invité à approuver** la Section 7.4 (CODEX STAN 166-1989) modifiée à l'Annexe III que le CCFFP à sa trente-quatrième session est convenu de transmettre pour adoption à la trente-neuvième session de la Commission du Codex Alimentarius.

COMITÉ DU CODEX SUR LA NUTRITION ET LES ALIMENTS DIÉTÉTIQUES OU DE RÉGIME (CCNFSDU - trente-septième session)

Méthodes d'analyse dans la Norme pour les préparations destinées aux nourrissons et les préparations données à des fins médicales spéciales aux nourrissons (CODEX STAN 72-1981)⁷

8. Le Comité est convenu de soumettre au CCMAS les huit méthodes d'analyse pour les éléments nutritifs dans les préparations pour nourrissons (vitamine B12, myo-inositol, chrome, sélénium, molybdène, nucléotides, vitamines A et E, profil d'acides gras, iode et acide pantothénique) telles que présentées dans le document CX/NFSDU 15/37/10 (Rev), en vue de leur examen technique, de leur classement par type, de leur validation et de leur incorporation dans les *Méthodes d'analyse et d'échantillonnage recommandées* (CODEX STAN 234-1999) car ces méthodes reflètent les méthodes scientifiques les plus récentes pour l'analyse des éléments nutritifs dans les préparations pour nourrissons et elles ont été validées pour ces produits (Annexe V, Partie I).

9. En réponse aux préoccupations exprimées concernant le classement par type de certaines méthodes et l'incorporation de méthodes extrêmement coûteuses (c'est-à-dire celles fondées sur la spectrométrie de masse couplée à un plasma inductif (ICP-MS)) plutôt que des méthodes de spectrométrie d'absorption atomique, il a été précisé que les méthodes convenaient pour les règlements de différends mais que pour les analyses de routine, d'autres méthodes étaient disponibles et pouvaient être utilisées. Il y a peut-être lieu de considérer les nouvelles méthodes proposées fondées sur le principe ICP-MS comme des méthodes de type III car certains pays pourraient ne pas être en mesure de les utiliser pour régler des différends. Le CCMAS pourrait aussi poursuivre l'examen du classement correct par type des méthodes.

10. Le Comité est **invité à examiner/approuver** les méthodes d'analyse présentées à l'Annexe IV. À sa trente-septième session, le CCNFSDU a demandé de remplacer les méthodes correspondantes dans la norme CODEX STAN 234-1999.

⁴ REP15/SCH, par. 24, Annexe III.

⁵ REP15/SCH, par. 35, Annexe VI.

⁶ REP16/FFP par. 57-63, Annexe VII.

⁷ REP16/NFSDU par. 96-97, Annexe V.

COMITÉ DU CODEX SUR LES CONTAMINANTS DANS LES ALIMENTS**PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE POUR LES FUMONISINES (FB1 + FB2) DANS LE MAÏS EN GRAINS ET LA FARINE ET LA SEMOULE DE MAÏS****Maïs en grains, non transformé**

Limite maximale	4 000 µg/kg FB1 + FB2
Prélèvements	Prélèvements de 100 g, selon le poids du lot (≥ 0,5 tonnes)
Préparation des échantillons	Broyage à sec avec un broyeur adéquat (particules inférieures à 0,85 mm – mailles de 20)
Poids de l'échantillon de laboratoire	≥ 1 kg
Nombre d'échantillons de laboratoire	1
Prise d'essai	Prise d'essai de 25 gr
Méthode	HPLC
Règle de décision	Si le résultat de l'analyse d'un échantillon pour les fumonisines est égal ou inférieur à 4 000 µg/kg, accepter le lot. Sinon, rejeter le lot.

Farine de maïs et semoule de maïs

Limite maximale	2 000 µg/kg FB1 + FB2
Prélèvements	10 x 100 g
Préparation des échantillons	Aucune
Poids de l'échantillon de laboratoire	≥ 1 kg
Nombre d'échantillons de laboratoire	1
Prise d'essai	Prise d'essai de 25 gr
Méthode	HPLC
Règle de décision	Si le résultat de l'analyse d'un échantillon pour les fumonisines est égal ou inférieur à 2 000 µg/kg, accepter le lot. Sinon, rejeter le lot.

DÉFINITION

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

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

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

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

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

Échantillon de laboratoire – la plus petite quantité de maïs décortiqué pulvérisée dans un broyeur. L'échantillon de laboratoire peut être une portion ou la totalité de l'échantillon global. Si l'échantillon global est plus important que l'(les) échantillon(s) de laboratoire, l'(les) échantillon(s) de laboratoire devra/devront être prélevé(s) de façon aléatoire dans l'échantillon global, ceci pour s'assurer que l'échantillon est encore représentatif de l'ensemble du sous-lot prélevé.

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

CONSIDERATIONS RELATIVES AU MODELE DU PLAN D'ECHANTILLONNAGE

Matériau à échantillonner

1. Chaque lot de maïs qui sera examiné pour les fumonisines 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 selon le tableau 1.

Tableau 1. Subdivision de sous-lots de maïs en fonction du poids du lot

Poids du lot (t)	Poids maximal ou nombre minimal de sous-lots	Nombre d'échantillons progressifs	Poids minimal de l'échantillon de laboratoire (kg)
≥ 1500	500 tonnes	100	1
> 300 et < 1500	3 sous-lots	100	1
≥ 100 et ≤ 300	100 tonnes	100	1
≥ 50 et < 100	2 sous-lots	100	1
< 50	-	3-100*	1

* Voir le tableau 2

2. En tenant compte du fait que le poids du lot n'est pas toujours un multiple exact du poids des sous-lots, le poids du sous-lot peut excéder le poids mentionné d'un maximum de 20%.

Échantillon progressif

3. Le poids minimal proposé pour l'échantillon progressif devrait être de 100 grammes pour les lots ≥ 0,5 tonne.
4. Pour des lots inférieurs à 50 tonnes, le plan d'échantillonnage doit être utilisé avec de 3 à 100 échantillons progressifs, en fonction du poids du lot. Pour des lots très petits (≤ 0,5 tonne), un nombre inférieur d'échantillons progressifs sera prélevé, mais l'échantillon global qui réunit tous les échantillons progressifs sera aussi dans ce cas d'au moins un kilogramme. Le tableau 2 peut être utilisé pour déterminer le nombre d'échantillons progressifs à prélever.

Tableau 2. Nombre d'échantillons progressifs à prélever selon le poids du lot

Poids du lot (tonnes)	Nombre d'échantillons progressifs	Poids minimal de l'échantillon de laboratoire (kg)
≤ 0,05	3	1
> 0,05 - ≤ 0,5	5	1
> 0,5 - ≤ 1	10	1
> 1 - ≤ 3	20	1
> 3 - ≤ 10	40	1
> 10 - ≤ 20	60	1
> 20 - < 50	100	1

Lots statiques

5. On entend par lot statique une masse importante de maïs décortiqué contenue soit dans un seul grand conteneur soit dans une remorque, un camion ou un wagon, ou dans de nombreux petits conteneurs tels que des sacs ou des boîtes, le maïs étant immobile au moment du prélèvement de l'échantillon. Le prélèvement purement aléatoire d'un échantillon dans un lot statique peut être difficile car tous les conteneurs du lot ou du sous-lot ne sont pas nécessairement accessibles.
6. La collecte d'échantillons progressifs dans un lot statique exige généralement l'emploi de sondes pour prélever le produit dans le lot. Les sondes utilisées doivent être conçues en fonction du produit et du type de conteneur. La sonde: 1) doit être assez longue pour atteindre l'ensemble du produit; 2) doit permettre que tout élément dans le lot puisse être prélevé, et 3) ne doit pas altérer les éléments du lot. Comme mentionné ci-dessus, l'échantillon global devrait être un mélange de nombreux petits échantillons progressifs du produit prélevés en de nombreux points différents du lot.
7. Pour les lots commercialisés sous emballage individuel, la fréquence d'échantillonnage (SF), ou le nombre de paquets dans lesquels les échantillons progressifs sont prélevés, est fonction du poids du lot (LT), du poids de l'échantillon progressif (IS), du poids de l'échantillon global (AS) et du poids du paquet individuel (IP), comme suit

$$SF = (LT \times IS) / (AS \times IP).$$
8. La fréquence d'échantillonnage (SF) est le nombre de paquets échantillonnés. Tous les poids doivent être exprimés dans les mêmes unités de masse, par exemple en kg.

Lots dynamiques

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

$$S = (D \times LT) / (T \times V),$$
 où D est la largeur de l'ouverture du bec déflecteur (cm), LT est la taille du lot (kg), T est l'intervalle ou le temps écoulé entre les passages du bec déflecteur à travers le flot (secondes) et V est la vitesse du bec déflecteur (en cm/sec).
13. Si le débit massique du flot continu, MR (kg/sec), est connu, alors la fréquence de l'échantillonnage (SF), ou le nombre de passages effectués par le bec déflecteur automatique peut être exprimé en fonction de S, V, D et MR.

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

Emballage et transport des échantillons

14. 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 les dommages liés au transport ou à l'entreposage. Toutes les précautions nécessaires devront être prises pour éviter toute modification dans la composition de l'échantillon de laboratoire qui pourrait se produire durant le transport ou l'entreposage. Les échantillons devront être entreposés dans un endroit frais et dans l'obscurité.

15. Chaque échantillon de laboratoire prélevé pour un usage officiel devra être plombé au lieu d'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 s'avérer utile à l'analyste.

PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

16. La lumière du jour est autant que possible à éviter pendant la préparation des échantillons, car les fumonisines peuvent se décomposer progressivement sous l'influence des ultraviolets. Par ailleurs, la température ambiante et l'humidité relative doivent être contrôlées afin de ne pas favoriser le développement des moisissures et la formation des fumonisines.
17. Comme la répartition des fumonisines est extrêmement hétérogène, les échantillons de laboratoire doivent être homogénéisés en broyant la totalité des échantillons soumis au laboratoire. L'homogénéisation est un procédé qui réduit la taille des particules et disperse les particules contaminées de façon homogène dans l'ensemble de l'échantillon de laboratoire pulvérisé.
18. 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. Une 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 par les fumonisines.

Prise d'essai

19. Le poids suggéré pour la prise d'essai prélevée dans l'échantillon pulvérisé de laboratoire sera approximativement de 25 g.
20. Les procédures de prélèvement pour la prise d'essai 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 peut être prélevée dans n'importe quelle partie de l'échantillon de laboratoire. Sinon, la prise d'essai doit être obtenue par accumulation de plusieurs petites portions prélevées dans l'ensemble de l'échantillon de laboratoire.
21. Il est recommandé de prélever trois prises d'essai dans chaque échantillon de laboratoire pulvérisé. Les trois prises d'essai seront utilisées aux fins de l'application, d'un appel et de la confirmation, le cas échéant.

MÉTHODES D'ANALYSE

22. Il conviendra d'utiliser une approche fondée sur des critères, qui fixe une série de critères de performance auxquels la méthode d'analyse utilisée doit être conforme. Cette approche fondée sur des critères présente l'avantage de ne pas obliger à fournir des détails spécifiques sur la méthode utilisée et permet donc de profiter des progrès de la méthodologie sans avoir à réexaminer ou à modifier la méthode spécifiée. Une liste de critères et de niveaux de performance figure au 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 les fumonisines B1+ B2.

Maïs en grains

Analyte	LM (mg/Kg)	LOD (\leq mg/kg)	LOQ (\leq mg/kg)	RSD _R %	Récupération (%)
FB1 + FB2	4,0	-	-	-	-
FB1		$\leq 0,3^*$	$\leq 0,6^*$	HorRat ≤ 2 ($< 27\%$)	80 – 110
FB2		$\leq 0,15^*$	$\leq 0,3^*$	HorRat ≤ 2 ($< 32\%$)	80 – 110

* - La LOD et la LOQ ont été calculées à partir du rapport type B1:B2 de 5:2 dans les échantillons naturellement contaminés.

Farine/semoule de maïs

Analyte	LM (mg/Kg)	LOD (mg/Kg)	LOQ (mg/Kg)	RSD _R %	Récupération (%)
FB1 + FB2	2,0	-	-	-	-
FB1		≤ 0,15*	≤ 0,3*	HorRat ≤ 2 (< 30%)	80 – 110
FB2		≤ 0,06*	≤ 0,15*	HorRat ≤ 2 (< 34%)	80 – 110

* - La LOD et la LOQ ont été calculées à partir du rapport type B1:B2 de 5:2 dans les échantillons naturellement contaminés.

PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE POUR LE DÉOXYNIVALÉNOLE (DON) DANS LES ALIMENTS À BASE DE CÉRÉALES POUR LES NOURRISSONS ET LES ENFANTS EN BAS ÂGE; DANS LA FARINE, LA SEMOULE, LES GRUAUX ET LES FLOCONS DÉRIVÉS DU BLÉ, DU MAÏS OU DE L'ORGE; ET DANS LES CÉRÉALES EN GRAINS (BLÉ, MAÏS ET ORGE) DESTINÉS À UNE TRANSFORMATION ULTÉRIEURE

Céréales en grains (blé, céréales et orge) destinées à une transformation ultérieure

Limite maximale	2000 µg/kg DON
Prélèvements	Prélèvements de 100 g, selon le poids du lot (≥ 0,5 tonne)
Préparation des échantillons	Broyage à sec avec un broyeur adéquat (particules inférieures à 0,85 mm – mailles de 20)
Poids de l'échantillon de laboratoire	≥ 1 kg
Nombre d'échantillons de laboratoire	1
Prise d'essai	Prise d'essai de 25 gr
Méthode	HPLC
Règle de décision	Si le résultat de l'analyse d'un échantillon pour le DON est égal ou inférieur à 2000 µg/kg, accepter le lot. Sinon, rejeter le lot.

Aliments à base de céréales pour les nourrissons et les enfants en bas âge

Limite maximale	200 µg/kg DON
Prélèvements	10 x 100 g
Préparation des échantillons	Aucune
Poids de l'échantillon de laboratoire	1 kg
Nombre d'échantillons de laboratoire	1
Prise d'essai	Prise d'essai de 25 gr
Méthode	HPLC
Règle de décision	Si le résultat de l'analyse d'un échantillon pour le DON est égal ou inférieur à 200 µg/kg, accepter le lot. Sinon, rejeter le lot.

Farine, semoule et flocons dérivés du blé, des céréales ou de l'orge

Limite maximale	1000 µg/kg DON
Prélèvements	10 x 100 g
Préparation des échantillons	Aucune
Poids de l'échantillon de laboratoire	1 kg
Nombre d'échantillons de laboratoire	1
Prise d'essai	Prise d'essai de 25 gr
Méthode	HPLC
Règle de décision	Si le résultat de l'analyse d'un échantillon pour le DON est égal ou inférieur à 1000 µg/kg, accepter le lot. Sinon, rejeter le lot.

DÉFINITION

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

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

Plan d'échantillonnage – Il est défini par une procédure d'essai pour le DON et un niveau d'acceptation et de rejet. Cette procédure d'essai pour le DON se compose de trois étapes: sélection de l'échantillon, préparation de l'échantillon et analyse ou quantification du DON. Le niveau d'acceptation ou de rejet est un seuil de tolérance habituellement égal à la limite maximale (LM) Codex.

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

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

Échantillon de laboratoire – la plus petite quantité de céréales/produits à base de céréales pulvérisée dans un broyeur. L'échantillon de laboratoire peut être une portion ou la totalité de l'échantillon global. Si l'échantillon global est plus important que l'(les) échantillon(s) de laboratoire, l'(les) échantillon(s) de laboratoire devra/devront être prélevé(s) de façon aléatoire dans l'échantillon global, ceci pour s'assurer que l'échantillon est encore représentatif de l'ensemble du sous-lot prélevé.

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

CONSIDERATIONS RELATIVES AU MODELE DU PLAN D'ECHANTILLONNAGE**Matériau à échantillonner**

1. Chaque lot de céréale qui sera examiné pour le DON 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 suivant le tableau 1.

Tableau 1. Subdivision de lots en sous-lots en fonction du poids du lot

Poids du lot (t)	Poids maximal ou nombre minimal de sous-lots	Nombre d'échantillons progressifs	Poids minimal de l'échantillon de laboratoire (kg)
≥ 1500	500 tonnes	100	1
>300 et <1500	3 sous-lots	100	1
≥ 100 et ≤ 300	100 tonnes	100	1
≥ 50 et < 100	2 sous-lots	100	1
< 50	-	3-100*	1

* Voir le tableau 2

2. En tenant compte du fait que le poids du lot n'est pas toujours un multiple exact du poids des sous-lots, le poids du sous-lot peut excéder le poids mentionné d'un maximum de 20%.

Échantillon progressif

3. Le poids minimal proposé pour l'échantillon progressif devrait être de 100 grammes pour les lots ≥0,5 tonnes.
4. Pour des lots inférieurs à 50 tonnes, le plan d'échantillonnage doit être utilisé avec de 3 à 100 échantillons progressifs, en fonction du poids du lot. Pour des lots très petits (≤ 0,5 tonne), un nombre inférieur d'échantillons progressifs sera prélevé, mais l'échantillon global qui réunit tous les échantillons progressifs sera aussi dans ce cas d'au moins un kilogramme. Le tableau 2 peut être utilisé pour déterminer le nombre d'échantillons progressifs à prélever.

Tableau 2. Nombre d'échantillons progressifs à prélever selon le poids du lot

Poids du lot (t)	Nombre d'échantillons progressifs	Poids minimal de l'échantillon de laboratoire (kg)
≤ 0,05	3	1
> 0,05 - ≤ 0,5	5	1
> 0,5 - ≤ 1	10	1
> 1 - ≤ 3	20	1
> 3 - ≤ 10	40	1
> 10 - ≤ 20	60	1
> 20 - < 50	100	1

Lots statiques

5. On entend par lot statique une masse importante de céréales décortiquées contenue soit dans un seul grand conteneur comme une remorque, un camion ou un wagon, soit dans de nombreux petits conteneurs tels que des sacs ou des boîtes, la céréale étant immobile au moment du prélèvement de l'échantillon. Le prélèvement purement aléatoire d'un échantillon dans un lot statique peut être difficile car tous les conteneurs du lot ou du sous-lot ne sont pas nécessairement accessibles.
6. La collecte d'échantillons progressifs dans un lot statique exige généralement l'emploi de sondes pour prélever le produit dans le lot. Les sondes utilisées doivent être conçues en fonction du produit et du type de conteneur. La sonde: 1) doit être assez longue pour atteindre l'ensemble du produit, 2) doit permettre que tout élément dans le lot puisse être prélevé; et 3) ne doit pas altérer les éléments du lot. Comme mentionné ci-dessus, l'échantillon global devrait être un mélange de nombreux petits échantillons progressifs du produit prélevés en de nombreux points différents du lot.
7. Pour les lots commercialisés sous emballage individuel, la fréquence d'échantillonnage (SF), ou le nombre de paquets dans lesquels les échantillons progressifs sont prélevés, est fonction du poids du lot (LT), du poids de l'échantillon progressif (IS), du poids de l'échantillon global (AS) et du poids du paquet individuel (IP), comme suit:

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

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

Lots dynamiques

9. Il est plus facile d'obtenir des échantillons globaux représentatifs en prélevant les échantillons progressifs dans un flot continu de céréales décortiquées lors du transfert du lot d'un endroit à un autre. Pour prélever des échantillons dans un flot continu, prendre de petits échantillons progressifs du produit tout le long du passage du flot; réunir les échantillons progressifs pour obtenir l'échantillon global; si l'échantillon global est plus important que l'(les) échantillon(s) de laboratoire requis, mélanger et subdiviser l'échantillon global pour obtenir la taille désirée du(des) échantillon(s) de laboratoire.
10. Le matériel d'échantillonnage automatique, comme l'échantillonneur transversal disponible dans le commerce est muni d'un compte-minutes qui actionne automatiquement un bec défecteur à travers le flot continu à intervalles prédéterminés et réguliers. Faute de matériel d'échantillonnage automatique, une personne peut être chargée de passer manuellement une palette dans le flot à intervalles réguliers pour prélever les échantillons progressifs. Qu'il s'agisse de la méthode automatique ou manuelle, les échantillons progressifs doivent être prélevés et mélangés à intervalles fréquents et réguliers tout au long du passage du flot continu de céréales au point d'échantillonnage.
11. Les échantillonneurs transversaux doivent être installés de la manière suivante: 1) le plan d'ouverture du bec défecteur doit être perpendiculaire à la direction du flot, 2) le bec défecteur doit traverser la totalité de la section transversale du flot; et 3) l'ouverture du bec défecteur doit être suffisamment large pour collecter tous les éléments intéressants du lot. En règle générale, la largeur de l'ouverture du bec défecteur doit être de l'ordre de deux ou trois fois plus grande que les plus grandes dimensions des éléments du lot.
12. La taille de l'échantillon global (S) en kg, prélevé dans un lot à l'aide d'un bec défecteur est:
- $$S = (D \times LT) / (T \times V),$$
- où D est la largeur de l'ouverture du bec défecteur (cm), LT est la taille du lot (kg), T est l'intervalle ou le temps écoulé entre les passages du bec défecteur à travers le flot (secondes) et V est la vitesse du bec défecteur (en cm/sec).
13. Si le débit massique du flot continu, MR (kg/sec), est connu, la fréquence de l'échantillonnage (SF), ou le nombre de passages effectués par le bec défecteur automatique peut être exprimé en fonction de S, V, D, et MR.
- $$SF = (S \times V) / (D \times MR).$$

Emballage et transport des échantillons

14. 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 les dommages liés au transport ou à l'entreposage. Toutes les précautions nécessaires devront être prises pour éviter toute modification dans la composition de l'échantillon de laboratoire qui pourrait se produire durant le transport ou l'entreposage. Les échantillons devront être entreposés dans un endroit frais et dans l'obscurité.
15. Chaque échantillon de laboratoire prélevé pour un usage officiel devra être plombé au lieu d'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 s'avérer utile à l'analyste.

PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS

16. La lumière du jour est autant que possible à éviter pendant la préparation des échantillons, car le DON peut 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 DON.
17. Comme la répartition du DON 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.
18. L'échantillon de laboratoire doit être finement broyé et parfaitement mélangé grâce à un procédé qui permet une homogénéisation 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 par le DON.

Prise d'essai

19. Le poids suggéré pour la prise d'essai prélevée dans l'échantillon de laboratoire pulvérisé sera approximativement de 25 g.
20. Les procédures de prélèvement pour la prise d'essai 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 peut être prélevée dans n'importe quelle partie de l'échantillon de laboratoire. Sinon, la prise d'essai doit être obtenue par accumulation de plusieurs petites portions prélevées dans l'ensemble de l'échantillon de laboratoire.
21. Il est recommandé de prélever trois prises d'essai dans chaque échantillon de laboratoire pulvérisé. Les trois prises d'essai seront utilisées aux fins de l'application, d'un appel et de la confirmation, le cas échéant.

METHODES D'ANALYSE

22. Il conviendra d'utiliser une approche fondée sur des critères, qui fixe une série de critères de performance auxquels la méthode d'analyse utilisée doit être conforme. Cette approche fondée sur des critères présente l'avantage de ne pas obliger à fournir des détails spécifiques sur la méthode utilisée et permet donc de profiter des progrès de la méthodologie sans avoir à réexaminer ou à modifier la méthode spécifiée. Une liste de critères et de niveaux de performance figure au 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 relatifs à la méthode proposée pour le DON dans les céréales.

Produit	LM (mg/kg)	LOD (mg/kg)	LOQ (mg/kg)	Précision de HorRat	Fourchette minimale applicable (mg/kg)	Récupération
Céréales en grains (blé, céréales et orge) destinées à une transformation ultérieure	2,0	≤ 0,2	≤ 0,4	≤ 2	1-3	80 - 110%
Aliments à base de céréales pour les nourrissons et les enfants en bas âge	0,2	≤ 0,02	≤ 0,04	≤ 2	0,1 - 0,3	80 – 110%
Farine, semoule et flocons dérivés du blé, des céréales ou de l'orge	1,0	≤ 0,1	≤ 0,2	≤ 2	0,5 - 1,5	80 – 110%

Annexe II

COMITÉ DU CODEX SUR LES ÉPICES ET LES HERBES CULINAIRES (CCSCH)**MÉTHODE D'ANALYSE POUR LE CUMIN**

Disposition	Méthode	Principe
Humidité	ISO 938:1980 Autres méthodes: AOAC 2001.12 ASTA 2.0	Distillation
Cendres totales	ISO 928:1997 Autres méthodes: AOAC 950.49 ASTA 3.0	Gravimétrie
Cendres insolubles dans l'acide	ISO 930:1997 Autres méthodes: ASTA 4.0	Gravimétrie
Huiles volatiles	ISO 6571:2008 Autres méthodes: AOAC 962.17 ASTA 5.0	Distillation
Matières végétales étrangères	ISO 927:2009 Autres méthodes: ASTA 14.1	Examen visuel
Matières étrangères	ISO 927:2009	Examen visuel
Dommages causés par des insectes	Method V-8 Spices, Condiments, Flavors and Crude Drugs (Macroanalytical Procedure Manual, FDA Technical Bulletin Number 5)	Examen visuel

MÉTHODES D'ANALYSE POUR LE THYM SÉCHÉ

Disposition	Méthode	Principe
Humidité	ISO 938:1980 Autres méthodes: AOAC 2001.12 ASTA 2.0	Distillation
Cendres totales	ISO 928:1997 Autres méthodes: AOAC 950.49 ASTA 3.0	Gravimétrie
Cendres insolubles dans l'acide	ISO 930:1997 Autres méthodes: ASTA 4.0	Gravimétrie
Huiles volatiles	ISO 6571:2008 Autres méthodes: AOAC 962.17 ASTA 5.0	Distillation
Matières végétales étrangères	ISO 927:2009 Autres méthodes: ASTA 14.1	Examen visuel
Matières étrangères	ISO 927:2009	Examen visuel
Dommages causés par des insectes	Method V-8 Spices, Condiments, Flavors and Crude Drugs (Macroanalytical Procedure Manual, FDA Technical Bulletin Number 5)	Examen visuel
Dommages causés par des moisissures	Method V-8 Spices, Condiments, Flavors and Crude Drugs (Macroanalytical Procedure Manual, FDA Technical Bulletin No. 5)	Examen visuel

COMITÉ DU CODEX SUR LES POISSONS ET LES PRODUITS DE LA PÊCHE (CCFFP)**AMENDEMENTS À LA SECTION 7.4 DE LA NORME POUR LES BÂTONNETS, LES PORTIONS ET LES FILETS DE POISSON SURGELÉS – PANÉS OU ENROBÉS DE PÂTE À FRIRE (CODEX STAN 166-1989)****7.4 Estimation de la teneur en poisson**AOAC 900.02 Méthode 996.15 (**Méthode du produit fini**)

Calcul:

% teneur en poisson = $(W_d/W_b) \times 100 + \text{Coefficient d'ajustement}^*$ W_d = poids de l'unité à analyser après élimination de la panure ou de l'enrobageW_b = poids de l'unité à analyser panée et/ou enrobée

*Poissons et produits de la pêche congelés enrobés crus panés: 2,0%

*Poissons et produits de la pêche congelés enrobés de pâte à frire: 2,0%

*Poissons et produits de la pêche congelés enrobés précuits: 4,0%

Référence: J. AOAC Int. 80, 1235(1997)

Autres méthodes**(1) Méthode par analyse chimique (Méthode du coefficient d'azote sur le produit fini)**

Appropriée pour les cas où il y a lieu de douter de la composition de la partie centrale (c'est-à-dire qu'elle semble contenir des ingrédients ne provenant pas de poisson). À l'exception des produits cuits, cette méthode nécessite confirmation par la Méthode AOAC 996.15 ou par la Méthode #2 (Détermination de la teneur en poisson) conjointement avec une enquête dans l'usine de transformation pour déterminer la conformité des produits avec les dispositions d'étiquetage de la présente Norme. Cette méthode devrait entraîner une enquête en usine (par exemple, contrôles des ingrédients bruts de la recette) en cas d'identification de produits suspects.

La teneur en poisson exprimée en pourcentage, corrigée pour tenir compte de l'azote ne provenant pas de la chair de poisson et apporté par l'enrobage riche en glucides, se calcule de la manière suivante:

$$\% \text{Poisson} = \frac{(\% \text{ azote total} - \% \text{ azote ne provenant pas de la chair de poisson})}{\text{Coefficient N}^*} \times 100$$

*Coefficient N (azote) approprié

L'azote ne provenant pas de la chair de poisson est calculé comme suit:

% azote ne provenant pas de la chair de poisson = % glucides X 0,02

Lorsque les glucides sont calculés par différence:

% de glucides = 100 - (% d'eau + % de lipides + % de protéines + % de cendres)

Références

Détermination de l'azote: ISO 937:1978

Détermination de l'humidité: ISO 1442:1997

Détermination de la teneur en matière grasse totale: ISO 1443:1973

Détermination des cendres: ISO 936:1978

Les coefficients d'azote moyens à utiliser pour la chair d'espèces de poissons spécifiques qui servent de matière première pour le produit sont affichés sur les sites Web ci-après:

<http://www.globefish.org/seafood-nitrogen-factors.html>

<http://www.fao.org/fishery/topic/1514/en>

L'incertitude de chaque coefficient d'azote devrait être prise en compte à partir des données statistiques fournies avec les coefficients d'azote publiés (c'est-à-dire deux écarts types de l'échantillon autour de la moyenne).

(2) Détermination de la teneur en poisson en cours de production

La teneur en poisson d'un bâtonnet de poisson est calculée à l'aide de l'équation suivante:

$$\% \text{ teneur en poisson} = \frac{\text{Poids du poisson utilisé}}{\text{Poids du produit final}} \times 100$$

Pour la plupart des produits, le poids de l'ingrédient de poisson est donc celui de l'ingrédient cru. Tout chiffre placé ou déclaré sur l'étiquette d'un produit indique une quantité type compte tenu des variations normales de fabrication du producteur, en conformité avec les bonnes pratiques de fabrication.

Annexe IV

**PREMIÈRE PARTIE : MÉTHODES D'ANALYSE DANS LA NORME SUR LES PRÉPARATIONS
DESTINÉES AUX NOURRISSONS ET LES PRÉPARATIONS DONNÉES À DES FINS MÉDICALES
SPÉCIALES AUX NOURRISSONS (CODEX STAN 72-1981)**

Méthodes officielles de l'AOAC validées dans les préparations pour nourrissons avec références ISO/FIL

Produit	Apport	Méthode	Principe	Type proposé
Préparations pour nourrissons	Vitamine B12	AOAC 2011.10 ISO 20634	Chromatographie liquide à haute performance (HPLC)	II
Préparations pour nourrissons	Myo-Inositol	AOAC 2011.18 ISO 20637	Chromatographie liquide (LC) - Ampérométrie pulsée	II
Préparations pour nourrissons	Chrome	AOAC 2011.19 ISO 20649 / FIL 235	Spectrométrie de masse couplée à un plasma inductif (ICP-MS)	II
Préparations pour nourrissons	Sélénium	AOAC 2011.19 ISO 20649 / FIL 235	SM - PI	II
Préparations pour nourrissons	Molybdène	AOAC 2011.19 ISO 20649 / FIL 235	SM-PI	II
Préparations pour nourrissons	5'-Mononucléotides	AOAC 2011.20 ISO 20638	CL	II
Préparations pour nourrissons	Vitamine A palmitate (palmitate de rétinyle), vitamine A acétate (acétate de rétinyle), vitamine E totale (dl- α -tocophérol et dl- α -tocophérol acétate)	AOAC 2012.10 ISO 20633	Chromatographie liquide à haute performance	II
Préparations pour nourrissons	Profil des acides gras	AOAC 2012.13 ISO 16958 / FIL 231	Chromatographie en phase gazeuse	II
Préparations pour nourrissons	Iode	AOAC 2012.15 ISO 20647 / FIL 234	ICP-MS	II
Préparations pour nourrissons	Acide pantothénique	AOAC 2012.16 ISO 20639	Ultra HPLC-MS/MS	II