

commission du codex alimentarius



ORGANISATION DES NATIONS
UNIES POUR L'ALIMENTATION
ET L'AGRICULTURE

ORGANISATION
MONDIALE
DE LA SANTÉ



F

BUREAU CONJOINT: Viale delle Terme di Caracalla 00153 ROME Tél: +39 06 57051 www.codexalimentarius.net Email: codex@fao.org Facsimile: 39 06 5705 4593

Point 8 de l'ordre du jour

CX/CF 10/4/8
Mars 2010

PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES COMITE DU CODEX SUR LES CONTAMINANTS DANS L'ALIMENTATION

4^{ème} session
Izmir, Turquie, 26 – 30 Avril 2010

AVANT-PROJET DES NIVEAUX MAXIMAUX POUR LES FUMONISINES DANS LE MAÏS ET LES PRODUITS DERIVES DU MAÏS ET LES PLANS D'ECHANTILLONNAGE ASSOCIES

(N10-2009)

Les membres et observateurs du Codex souhaitant soumettre des observations à l'étape 3 sur la question indiquée ci-dessus (**Annexe I et annexe II à ce document**), y compris les éventuelles implications pour leurs intérêts économiques, devraient le faire conformément à la *procédure uniforme pour l'élaboration des normes Codex et textes affiliés* (Manuel de procédure de la Commission du Codex Alimentarius) avant le **12 avril 2010**. Les observations devraient être adressées :

à:

Ms Tanja Åkesson
Codex Contact Point
Ministry of Agriculture, Nature and Food Quality
P.O. Box 20401
2500 EK The Hague
The Netherlands
Tel.: +31 70 378.4045
Fax: +31 70 378.6141
E-mail: t.z.j.akesson@minlnv.nl – *de préférence* -

avec une copie à :

Secretary, Codex Alimentarius Commission,
Joint FAO/WHO Food Standards Programme,
Viale delle Terme di Caracalla,
00153 Rome, Italy
Fax: +39 (06) 5705 4593
E-mail: codex@fao.org – *de préférence* -

HISTORIQUE

1. Lors de la 3^{ème} session du Comité du Codex sur les contaminants dans les aliments il est convenu de débiter des activités sur l'établissement des niveaux maximaux et les plans d'échantillonnage associés pour les fumonisines (FB1 et FB2) dans le maïs et dans les produits à base de maïs¹ tel que cela a été approuvé lors de la 32^{ème} session de la commission du Codex Alimentarius². Le Comité est convenu en outre de demander au JECFA de réviser les données toxicologiques et d'occurrence disponibles afin d'effectuer une réévaluation des fumonisines dans le maïs et les produits à base de maïs et que, fondé sur le résultat de cette réévaluation du JECFA, le niveau maximal pourra être révisé¹. Davantage de détails sur la discussion à propos de ce sujet peut être trouvé dans le rapport de la dernière session du Comité³.

2. Lors du développement de l'avant-projet de niveaux maximaux et les plans d'échantillonnage associés, la délégation brésilienne a reçu des données d'incidence de l'Argentine, la Belgique, la Chine, la Finlande, le Japon, le Niger, la Norvège, le Royaume-Uni et les Etats-Unis d'Amérique. Les courbes d'efficacité (OC) qui ont constitué le fondement de la discussion sur les plans d'échantillonnage ont été soumises par les USA.

¹ ALINORM 09/32/41, para. 101, App.VII.

² ALINORM 09/32/REP, App. VI.

³ ALINORM 09/32/41, paragraphes. 96-101.

REQUETE POUR OBSERVATIONS

3. Les avant-projets de niveaux maximaux pour les fumonisines dans le maïs et les produits à base de maïs et les plans d'échantillonnage associés sont présentés pour observations à l'étape 3 dans les annexes I et II. L'historique des informations soutenant l'avant-projet des niveaux maximaux et accompagnant les plans d'échantillonnage est contenu dans l'Annexe III.

ANNEXE I

**AVANT-PROJET DE NIVEAUX MAXIMAUX POUR LES FUMONISINES (FB1 + FB2)
DANS LE MAÏS ET LES PRODUITS A BASE DE MAÏS**

Les niveaux maximaux suivants de fumonisines (FB1 + FB2) dans le maïs et les produits à base de maïs sont présentés pour observations et examen par le Comité.

Produit	Niveau maximal pour les fumonisines (FB1+FB2), mg/kg
Corn/grain de maïs, non transformé	5
Corn/farine de maïs /semoule	2
Grain de maïs éclaté	2
Aliment pour nourrissons à base de maïs	0.5
Céréales à base de maïs, produits de grignotage et chips	1

Considérant:

- (a) Les données fournies par les gouvernements nationaux ont permis de conclure que, dans la plupart des pays, l'incidence des fumonisines dans les grains de corn/maïs et dans la farine de corn est élevée, avec une moyenne du niveau de la fumonisine B1+B2 d'environ 1 et 0.5 mg/kg, respectivement. L'ingestion totale des fumonisines issue de la consommation des grains du corn/maïs et des produits associés, y compris la farine de corn, à ces niveaux de contamination ont atteint la DJMTP pour les régimes H et I, ce qui comprend les pays en Afrique et en Amérique latine. Tandis qu'en Afrique, le maïs est sujet à une transformation peu importante et est généralement produit localement, dans certains pays en Amérique latine, il existe une consommation élevée de produits à base de maïs nixtamalisé.
- (b) Le niveau moyen des fumonisines dans les céréales de petit déjeuner variait largement selon les pays, atteignant 0.51 mg/kg de fumonisine B1+FB2 aux Etats-unis. Il est important d'indiquer que les fumonisines liées dans les produits à base de maïs extrudé, tels que les céréales de petit-déjeuner, ne sont pas détectés par la procédure d'extraction habituelle et l'exposition aux fumonisines ne peut pas être évaluée entièrement. Les études disponibles ont montré que les niveaux trouvés dans la forme liée sont plus élevés que ceux trouvés dans la forme libre. Des efforts devraient être faits pour élargir l'étude des fumonisines liées et générer les données de consommation à un niveau international dans les produits à base de maïs extrudé qui autoriseraient une évaluation complète des risques pour les fumonisines.
- (c) L'évaluation de la conformité et l'efficacité du code d'usages pour la prévention et la réduction de la contamination par la mycotoxine dans les céréales, sur les niveaux de la fumonisine dans le maïs sont nécessaires. Toutefois les données issues de la littérature ou fournies par les gouvernements nationaux ne permettaient pas d'effectuer cette évaluation.
- (d) Dans certaines communautés dans lesquelles les aliments de base sont le maïs et les produits à base de maïs, la cooccurrence des fumonisines, un important fondateur du cancer, et les aflatoxines, qui sont prouvées être des cancérigènes humains, est un sujet d'inquiétude. Les éventuels effets synergétiques ou combinés de ces mycotoxines sur la santé humaine devraient être examinés.

ANNEXE I

- (e) L'établissement d'un niveau maximal (ML) de la fumonisine (FB1+FB2) dans les grains de corn/maïs a été examiné basé sur les données d'incidence fournies par les pays. Un NM de 2 mg/kg impliquerait l'exclusion de 27 % des lots issus du marché; un NM de 5 et 10 mg/kg diminuerait de façon importante ce pourcentage (à 1.4 et 0.3 %, respectivement), avec une ingestion moyenne représentant 30-40 % de la DJMTP. Une limite de 5 mg/kg signifierait que 30% des 95^{ème} centiles des consommateurs excéderait la DJMTP.
- (f) En prenant en considération le risque issu de l'exposition et de l'impact sur le commerce international, un NM de 5 mg/kg pour la fumonisine B1+FB2 dans les grains de corn/maïs, non transformé, est recommandé.
- (g) L'établissement d'un NM pour la fumonisine (B1+FB2) dans la farine/semoule de corn/maïs a été examiné en se basant sur les données d'incidence fournies par les USA et les pays européens. L'ensemble de données le plus élevé a été fourni par les USA, indiquant qu'environ 8% des lots seraient exclus du marché si un NM de 2 mg/kg serait établi pour ce produit.
- (h) Les données sur le maïs éclaté ont été soumises par le Japon, la Chine, les pays européens et les USA. Un total de 252 échantillons a été analysé, dont 75 % d'eux avec des résultats positifs pour la fumonisine B1; le niveau le plus élevé était de 1.6 mg/kg FB1+FB2. un NM de 2 mg/kg pour la fumonisine B1+FB2 dans le grain de maïs éclaté est recommandé.
- (i) Des données dans uniquement 86 échantillons des aliments pour nourrissons analysés dans les pays européens ont été soumises. La plupart des échantillons n'avait pas de fumonisine B1 et le niveau le plus élevé de fumonisine B1+FB2 était de 0.32 mg/kg. Un NM de 0.5 mg/kg pour la fumonisine FB1+FB2 dans les aliments à base de maïs est recommandé.
- (j) Des données sur les céréales de petit déjeuner, les chips et les produits de grignotage ont été fournies par les pays européens, le Japon, l'Australie et les USA. Un total de 431 échantillons ont été analysés avec presque 60 % d'eux dans lesquels a été détecté la fumonisine B1. Les valeurs maximales de la fumonisine B1+FB2 étaient de 2.3 mg/kg au Japon et 1.67 mg/kg aux Etats-unis; les niveaux maximaux dans les autres pays étaient en dessous de 1 mg/kg.
- (k) Il est important de souligner que les niveaux de céréales de petit déjeuner, les chips et les produits de grignotage concernent uniquement les fumonisines libres et des données additionnelles sur des résidus liés dans ces produits sont nécessaires. En outre, ces produits ne sont pas soumis à aucune transformation avant la consommation et leur consommation par les enfants est importante. Un NM de 1 mg/kg pour la fumonisine B1+FB2 dans les céréales de petit déjeuner à base de maïs, les chips et les produits de grignotage est recommandé.
- (l) En addition aux données sur les résidus liés, les données de consommation sur les céréales de petit déjeuner, les chips, les produits de grignotage et les tortillas sont nécessaires afin d'achever l'évaluation des risques diététiques des fumonisines.

ANNEXE II

AVANT-PROJET DE PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE POUR LES FUMONISINES

Les plans d'échantillonnage suivants pour les fumonisines (FB1 + FB2) sont présentés pour observations et examen par le Comité. Les courbes d'efficacité décrivant le résultat du plan d'échantillonnage sont indiquées dans l'Annexe III.

Grains de maïs

Niveau maximal	5 mg/kg FB1 + FB2
Prélèvements	50x100g
Taille d'ensemble de l'échantillon	5 kg
Préparation de l'échantillon	Broyage à sec avec un concasseur approprié (Concasseur Romer)
Taille de l'échantillon de laboratoire	1 kg
Nombre d'échantillons de laboratoire	2
Prise d'essai	25 g prise d'essai
Méthode	CPL
Règle de décision	Si le résultat de l'échantillon d'essai de la fumonisine pour les deux échantillons de laboratoire est égal ou inférieur à 5 mg/kg, alors accepter le lot. Sinon rejetez le lot.

Farine/semoule de maïs

Niveau maximal	2 mg/kg FB1 + FB2
Prélèvements	10 x 100 g
Taille d'ensemble de l'échantillon	1 kg
Préparation de l'échantillon	aucune
Taille de l'échantillon de laboratoire	50 g
Nombre d'échantillons de laboratoire	1
Prise d'essai	Semblable à l'échantillon de laboratoire
Méthode	CPL
Règle de décision	Si le résultat de l'échantillon d'essai de la fumonisine pour les deux échantillons de laboratoire est égal ou inférieur à 5 mg/kg, alors accepter le lot. Sinon rejetez le lot.

Maïs éclaté

Niveau maximal	2 mg/kg FB1 + FB2
Prélèvements	50x100g
Taille d'ensemble de l'échantillon	5 kg
Préparation de l'échantillon	Broyage à sec avec un concasseur approprié (Concasseur Romer)
Taille de l'échantillon de	1 kg

laboratoire	
Nombre d'échantillons de laboratoire	2
Prise d'essai	25 g prise d'essai
Méthode	CPL
Règle de décision	Si le résultat de l'échantillon d'essai de la fumonisine pour les deux échantillons de laboratoire est égal ou inférieur à 2 mg/kg, alors accepter le lot.

ANNEXE III

Cette annexe contient des informations de fond en support de l'avant-projet des niveaux maximaux et des plans d'échantillonnages ainsi que présentés dans les annexes II et III.

INTRODUCTION

1. Les fumonisines sont un groupe structuralement apparenté de diesters de propane-1, 2, 3- tricarboxylique acide et divers 2-amino-12, 16-diméthylpolyhydroxyéicosanes dans lesquels les groupes hydroxyyles C14 et C15 sont estérifiés avec le groupe carboxyle terminal de l'acide tricarboxylique (Bezuidenhout, 1988) (figure 1). Il existe au moins 18 fumonisines analogues qui ont été identifiées et elles ont été classées en catégories A, B, C et P sur la base de leur structure chimique (Plattner et al., 1996, Sewram et al., 2005, Torres et al., 2007, Kumar et al., 2008). La catégorie B, qui consiste principalement en fumonisine B₁ (FB₁), et en fumosinine B₂ (FB₂), sont supposées être les plus abondantes et les plus toxiques des fumonisines analogues naturellement présentes (Sydenham et al., 1992a,b Thiel et al., 1992). Récemment, 28 isomères de fumonisine B₁ étaient détectés dans une culture solide de riz infecté avec des *Fusarium verticillioides*, par RP-HPLC/ESI-TOFMS et RP-HPLC/ESI-ITMS (Bartok et al., 2010)

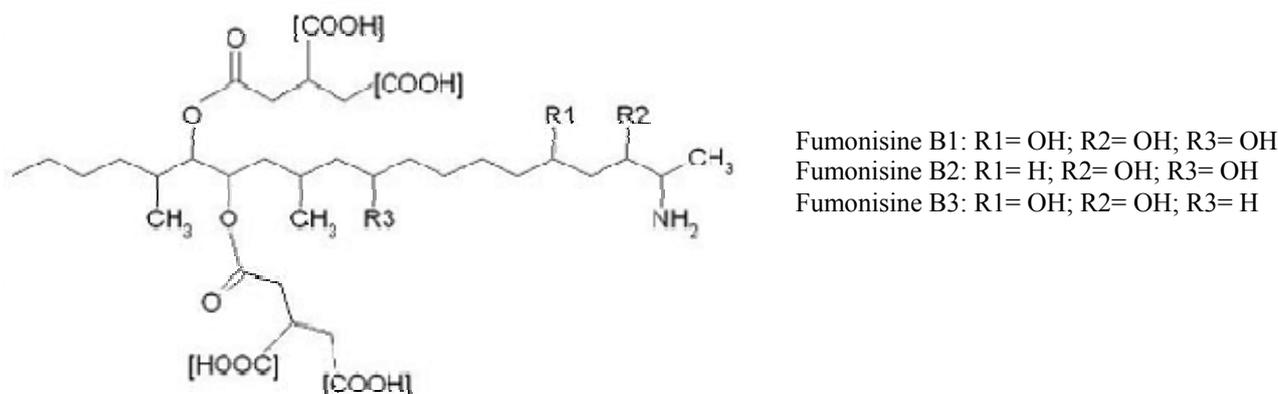


Figure 1. Structure chimique de FB₁, FB₂ et FB₃

2. Les fumonisines sont des mycotoxines produites notamment par *Fusarium verticillioides* (Sacc.) Nirenberg (synonyme *F. moniliforme* Sheldon) (téléomorphe, *Gibberella moniliformis*), *Fusarium proliferatum* (Matsushima) et *Fusarium nygamai*, ainsi que *Alternaria alternata* f. sp. *lycopersici* (Marasas et al., 2001; Rheeder et al., 2002).

3. La fumonisine B₂ a été détectée dans les cultures de l'*Aspergillus niger* pour la première fois par Frisvad *et al* (2007). Ensuite, il a été découvert que les souches *A. niger* étaient capables de produire la fumonisine B₂ et la fumonisine B₄ sur les grappes et les raisins (Morgensen et al., 2010) ainsi que la fumonisine B₂ dans le café (Noonim et al., 2010). Une nouvelle fumonisine B₆ a été isolée, ensemble avec la fumonisine B₂, des cultures stationnaires du champignon *A. niger* NRRL 326 par Månsson *et al.* (2010).

4. Les interactions biologiques entre la plante cultivée, soit le maïs et le champignon sont complexes et peuvent donner des résultats diamétralement opposés (Yates et Spaks, 2008). *F. verticillioides* se développe à l'intérieur même de la plante comme endophyte (Bacon et Hinton, 1996), une interaction favorable à la croissance de la plante chez les autres membres de la famille des graminées (Clay, 1990; Yates et al., 2005). Cependant, dans des conditions de stress dû à la croissance végétale, la relation endophyte asymptomatique peut se convertir en interaction productrice de mycotoxine et/ou de maladie (Bacon et Nelson, 1994; Abbas et al., 2006).

5. Les mécanismes déclencheurs de la conversion de l'état asymptomatique de la plante du champignon en maladie et interaction productrice de mycotoxines n'ont pas encore été identifiés (Yates et Sparks, 2008). Il est possible néanmoins que le stress hydrique et la prédation des insectes, facteurs qui ont été associés à l'apparition des aspects délétères de cette interaction végétale fongique (Dowd, 2003), soient impliqués dans la conversion d'un style de vie métabolique asymptomatique en un style de vie métabolique symptomatique

6. Ross et al. (1992) ont estimé le rapport FB₁/FB₂ dans le maïs naturellement contaminé approximativement à 3:1. Certains auteurs ont estimé que FB₁ représente approximativement 70% des fumonisines totales rencontrées dans la nature (Nelson et al., 1993; Marasas, 2001; Wang et al. 2008a,b). La fumonisine B₃ (FB₃) est de faible incidence, pour un rapport entre FB₃ et FB₁ qui va de 0,34 à 0,87 (Bacon et al., 1992; Sydenham et al., 1991; Chulze et al., 1999).

7. Les données sur l'occurrence de la fumonisine B₁, B₂ et B₃ sur les 169 échantillons de maïs soumis par le gouvernement chinois à ce comité ont indiqué que, en moyenne, la fumonisine B₁ représentait 73,8 % (± 5,6%) et la fumonisine B₂ représentait 16,1 % (± 5,0%) des fumonisines totales trouvées dans les échantillons; le taux moyen de FB₁:FB₂:FB₃ était de 10:2,3:1,4; environ 99% des échantillons étaient positifs pour FB₁ et 85% pour FB₃. Dans sa dernière évaluation des fumonisines, le JECFA (2001) a évalué le taux FB₁:FB₂:FB₃ à 10:3:1.

8. L'ampleur de la contamination du maïs par les fumonisines varie avec la situation géographique, les pratiques agricoles, et le génotype de maïs (Jackson et Jablonski, 2004). Les niveaux de fumonisines produits dans le maïs sont également influencés par les facteurs environnementaux comme la température, l'humidité, le stress hydrique et les précipitations dans les périodes de pré récolte et de récolte; l'entreposage des grains récoltés dans des conditions d'humidité inadéquates peut entraîner une accumulation supplémentaire de fumonisines (Bacon et Nelson, 1994). Des niveaux plus élevés de fumonisines sont généralement rencontrés dans les grains de maïs produits dans les régions plus chaudes du monde (Shelby et al., 1994; Miller, 1999).

ASPECTS BIOLOGIQUES

9. Les études sur les animaux de laboratoires et *in vitro* ont montré une altération du métabolisme lipidique comme site initial de l'action des fumonisines. Le mécanisme basé sur les lipides envisagé suppose l'inhibition de la céramide synthase, une enzyme clé de la biosynthèse des sphingolipides, et des changements dans les pools des acides gras polyinsaturés et des phospholipides. Les deux engendrent finalement des altérations des voies de signalisation et métaboliques cruciales pour la croissance, la mort et la différenciation des cellules (FAO/OMS, 2001).

10. Dans toutes les études d'espèces animales examinées par le JECFA, le foie était la cible de la fumonisine B₁; chez les souris, le foie est plus sensible que le rein. Le niveau sans effet observé (NOEL) pour le cancer rénal chez les rats Fischer 344N était de 0,67 mg/kg p.c. par jour, et le NOEL de toxicité rénale était de 0,2 mg/kg p.c. par jour. Le NOEL pour le cancer hépatique chez les rats BD IX mâles était de 0,8 mg/kg p.c. par jour, et le NOEL chez les souris B6C3F₁ femelles sous alimentation réduite était de 1,9 mg/kg p.c. par jour.

11. Une dose journalière maximale tolérable provisoire (DJMTP) de 2 µg/kg de poids corporel par jour a été attribuée par le JECFA à FB₁, FB₂ et FB₃ individuellement et en association, sur la base d'un NOEL de 0,2 mg/kg poids corporel par jour et d'un facteur de sécurité de 100.

12. Les études épidémiologiques chez les humains examinées par le JECFA ont indiqué qu'il y avait une association entre l'occurrence de *Fusarium verticillioides* dans le maïs et l'incidence du cancer œsophagien dans différentes régions du monde. Les différences géographiques liées à la démographie, aux groupes ethniques, à la susceptibilité génétique, à la culture, à la situation économique et nutritionnelle affectent toutes les taux d'attaque de la maladie; cependant, certains facteurs de risques communs apparaissent, tels la consommation du maïs en tant que principal aliment de base et, dans une certaine mesure, le statut socioéconomique inférieur. Par conséquent, les incidences élevées du cancer œsophagien ont été associées à un nombre restreint de régimes alimentaires comportant principalement du blé et du maïs et des teneurs faibles en certains minéraux et vitamines.

13. L'évaluation du JECFA a présenté des rapports sur les taux plus élevés d'anomalies du tube neural (ATN) dans certaines régions d'Afrique du Sud, de la Chine, et des États-Unis quand les aliments à base de maïs contenaient des niveaux élevés de fumonisines. Comme le métabolisme du folate a été apparenté au développement de l'ATN, le blocage de l'ingestion du folate par les fumonisines a pu jouer un rôle dans ce domaine (FAO/WHO, 2001).

14. Dans une étude plus récente menée en Chine, l'état de la contamination par FB₁ d'échantillons alimentaires dans les régions de faibles et de fortes incidences de cancer hépatique et œsophagien a été examiné (Sun et al., 2007). Des niveaux plus élevés de fumonisines ont été rencontrés dans les régions de forte incidence de cancer, insinuant la possibilité du rôle contributeur de FB₁ dans la cancérogenèse hépatique et œsophagienne de l'homme.

15. Dans un examen du profil toxicologique des fumonisines sur les animaux de laboratoire et des études épidémiologiques chez les humains, Marasas et al (2004) ont indiqué que les fumonisines sont des facteurs de risque potentiel pour l'ATN, les anomalies craniofaciales, et autres anomalies congénitales découlant de la crête neurale. Ceci a été confirmé plus tard dans une étude menée par Missmer et al. (2006) sur les femmes mexicaino-américaines, qui a établi un lien entre l'augmentation du rapport sphinganine:shingosine (Sa:So) dans le lait maternel et l'accroissement du risque d'ATN chez l'enfant.

16. Theumer et al (2002) ont démontré que l'ingestion subchronique de FB₁ pourrait affecter l'intestin grêle et altérer le profil interleukine et certaines fonctions principales des macrophages dans l'activité antitumorale chez les rats. Des études postérieures *in vitro* ont montré que l'exposition conjointe aux fumonisines et à l'aflatoxine B₁ (AFB₁) produisait une toxicité hépatique supérieure, en administration individuelle, en induisant l'apoptose et l'apoptose des hépatocytes. Par conséquent, le mélange de fumonisines et de AFB₁ a induit des réponses toxiques qui ne pouvaient pas être considérées comme la somme des effets causés individuellement par ces mycotoxines (Theumer et al. 2003). Bien que FB₁ soit mal absorbée et mal métabolisée dans l'intestin, certaines études ont montré qu'elle provoque des dérangements intestinaux (douleurs abdominales ou diarrhée) (Bouhet et Oswald, 2007).

17. L'Agence Internationale pour la recherche sur le cancer (IARC) a catégorisé la fumonisine B₁ comme éventuellement cancérigène pour les humains (Groupe 2B) (IARC, 2002).

PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE

18. Une étude menée par Whitaker et al (1998) qui décrit la variance aléatoire associée avec l'analyse des fumonisines dans le maïs décortiqué a été évaluée par le JECFA en 2001. Dans cette étude, un échantillon global d'environ 45 kg a été pris dans chacun des 24 lots de maïs décortiqué en Caroline du Nord, aux Etats-Unis. Chaque échantillon global a été divisé au rifle en 32 échantillons d'essai de 1,1 kg, et ceux-ci ont été fragmentés dans un broyeur Romer. L'échantillonnage hiérarchisé utilisé pour déterminer la variation était: la sélection de 10 lots contenant une large fourchette de concentrations de fumonisines; de chaque lot, 10 échantillons d'essais fragmentés ont été prélevés au hasard, et deux portions de 25-g ont été prélevées de chacun par division au rifle. Les fumonisines B₁, B₂, et B₃ ont été déterminées par la méthode officielle 995.15 de l'AOAC. L'échantillonnage, la préparation de l'échantillonnage ainsi que les variances analytiques servent de fonctions à la concentration de fumonisine et sont décrits dans l'Annexe I par les équations 1, 2, et 3, respectivement.

19. A un niveau de contamination de 2 mg/kg dans un lot donné, le coefficient de variation (CV) associé à l'échantillonnage (1.1 kg échantillon de maïs écalé) était de 17%, le CV associé à la préparation de l'échantillon (concasseur Romer et 25 g de prise d'essai) était de 9.1%, et le CV pour analyse (CLHP et 1 aliquote quantifiée) était de 9.7%. Ces valeurs étaient indépendantes du type de fumonisine. Le coefficient de variation était associé à la procédure totale d'essai qui était de 45%, ce qui était du même ordre de magnitude que celui pour la mesure de l'aflatoxine dans le maïs écalé par une procédure d'essai similaire.

20. Le plan d'échantillonnage pour l'analyse des fumonisines dans les différentes denrées incluses dans le rapport du JECFA figure au tableau 1. Ce plan suppose qu'un minimum de 30 lots d'aliments doit être prélevé dans chaque pays ou région; le coefficient de variation du plan d'échantillonnage ne doit pas dépasser 30% et le coefficient de variation de la méthode analytique complète ne doit pas dépasser 10%.

Tableau 1 - Propositions de plan d'échantillonnage pour l'analyse des fumonisines (FAO/OMS, 2001)

Denrée	Prélèvement (n x y grammes)	Taille des sous- échantillons (kg)	Notes
Maïs entier (décortiqué)	50 x 100	5,0	Whitaker et al. (1998): Variation d'échantillonnage pour les fumonisines dans le maïs similaire à celle signalée pour les aflatoxines
Maïs en épi	50 rafles	7,5	En supposant que le maïs en épi contribue environ 30% du poids total de la rafle et qu'une rafle donne environ 100 g de grains
Farine de maïs, semoule de maïs, graux de maïs, aliments à base de maïs transformé (par ex., les flocons de maïs, les chips tortilla, le maïs éclaté, les préparations pour muffins, l'amidon)	10 x 100	1,0	Il est supposé que la variance d'échantillonnage pour ces denrées était similaire à celle associée aux aflatoxines dans les aliments pour animaux fragmentés; le plan d'échantillonnage proposé est associé à une précision d'échantillonnage de 12,5% pour les aflatoxines dans les aliments pour animaux fragmentés

21. Les résultats de plusieurs modèles de plan d'échantillonnage pour le maïs décortiqué sont présentés dans l'Annexe I pour les échantillons de taille 1, 2, et 5 kg et des niveaux maximaux de 1, 2, 5, et 10 mg/kg. Les courbes d'efficacité (OC) qui décrivent le résultat de chaque modèle de plan d'échantillonnage ont été déterminés en utilisant les équations 1, 2, et 3 et la distribution binomiale négative (Whitaker et al., 1998 et Whitaker et al., 2007) pour calculer les courbes d'efficacité.

METHODES D'ANALYSE

22. Les fumonisines sont des molécules polaires, solubles dans l'eau et dans les solvants polaires et sont par conséquent parfaitement adaptées à la détermination par CLHP en phase inverse. Compte tenu du manque de chromophores sensibles aux UV, des niveaux faibles de fumonisines peuvent être détectés après dérivatisation des extraits d'échantillons suivi de la détection par fluorescence. En général, les fumonisines peuvent être extraites du maïs ou des produits à base de maïs à l'aide d'eau-méthanol ou d'eau-acétonitrile. Pour le nettoyage, les cartouches C18, SAX ou les colonnes d'immuno-affinité sont généralement utilisées (Sydenham et al., 1996; Solfrizzo et al., 2001, Caldas and Silva, 2007). La limite de quantification (LOQ) des méthodes CLHP/fluorescence se situe dans la fourchette de 0.02 à 0.5 µg/kg. HPLC/fluorescence est la méthode officielle de AOAC-IUPAC [995.15] pour les cerneaux de maïs à des concentrations de 0.5 - 8 µg/g FB1 ou 0.8 -12.8 µg/fumonisines totales (Sydenham et al., 1996c).

23. Les méthodes ELISA ont récemment suscité une grande attention car elles peuvent être utilisées à des fins de dépistage rapide sur le terrain ou en laboratoire (Castells et al., 2008). Maragos et al. (2001) ont détecté FB₁ par la méthode de détection par polarisation de fluorescence, avec une limite de détection (LOD) de 0,5µg/kg. Wang et al. (2008b) ont extrait FB₁, FB₂, FB₃ et FB₄ avec ACN-eau et les ont analysées par CLPH associée à un détecteur évaporatif à diffusion de lumière.

24. Les méthodes de couplage chromatographique CL/SM ou CL/SM-SM ont été énormément utilisées au cours des dernières années car elles fournissent une analyse quantitative ainsi que la confirmation de l'identité des fumonisines. Silva *et al.* (2009) a montré que CPL/MS-MS fournit une sensibilité plus élevée (12 µg/kg pour la fumonisine B1 et B2) lorsqu'on la compare à CPL/MS (40 µg/kg pour les deux fumonisines), et la détection de la fluorescence (20 µg/kg pour la fumonisine B1 et 15 µg/kg pour la fumonisine B2), et a montré être plus précise.

25. Les fumonisines liées à l'amidon et aux protéines rencontrées dans les aliments traités thermiquement pendant

la transformation, comme les céréales pour petit déjeuner et les tortillas, ne peuvent pas être détectées par analyse conventionnelle. Dans une méthode décrite par Kim et al (2003), FB₁ liée à la protéine a été extraite avec 1% sodium dodécylsulfate (SDS), la fumonisine liée a été hydrolysée avec 2 M KOH, l'extrait a été nettoyé par ELS avec support polymérique OASIS et les fumonisines déterminées par CLHP en tant que HFB₁ (FB₁ hydrolysé). Cette méthode a ensuite été améliorée par Park et al (2004) par complexation du SDS avec le bleu de méthylène, et en éliminant son interférence dans l'analyse CLHP

OCCURRENCE DANS LES ALIMENTS

26. L'occurrence mondiale des fumonisines dans les aliments fait l'objet d'une vaste documentation et d'études dans la littérature et par le JECFA (FAO/OMS, 2001). Bien que les fumonisines se trouvent principalement dans le maïs et les produits à base de maïs, une occurrence sporadique naturelle des fumonisines dans les autres denrées alimentaires, telles que le sorgho, le riz et les fèves blanches a été signalée (Noonim et al., 2010; Ghali et al., 2009; Park et al., 2009). Suite à leur solubilité dans l'eau, il est peu probable que les fumonisines produisent une bioaccumulation dans les tissus animaux; Elles n'ont soit pas été détectées soit elles sont détectées à des niveaux extrêmement faibles dans le lait, les œufs et la viande (Prelusky et al., 1996; Miller et al., 1996). De faibles niveaux de fumonisines ont été détectés dans la bière commerciale, probablement suite à l'emploi de gruaux de maïs en tant que grains crus à la place de, ou en supplément de l'emploi traditionnel de l'orge dans le processus de brassage (Scott et Lawrence, 1995; Hlywka et Bullerman, 1999; Maenetje et al., 2007).

27. Les niveaux de contamination plus faibles des fumonisines détectées dans les aliments traités thermiquement, comme les échantillons de farine de maïs précuite, de produits de grignotage à base de maïs précuits et de flocons de maïs précuits rencontrés dans un grand nombre d'études s'expliquent par les fumonisines liées formées au cours de la transformation et qui ne peuvent pas être détectées par les méthodes analytiques habituelles (Seefelder et al., 2003; Lu et al., 2002). Kim et al. (2003) a trouvé une moyenne de 2,6 fois plus de FB₁ présentes sous forme liée dans les flocons de maïs par rapport à l'analyse conventionnelle. Park et al. (2004) a trouvé environ 1,3 fois plus de FB₁ sous forme liée par rapport à FB₁ extractible dans les 15 échantillons d'aliments à base de maïs de traitement alcalin, comme les chips tortilla et les chips de maïs analysées.

28. Le tableau 2 montre des données sur l'occurrence des fumonisines dans le corn/maïs dans certains pays à partir de travaux publiés dans la littérature. Les études couvrent le corn/maïs qui a été récolté durant les 10 dernières années (année de culture débutant en 1999). Les échantillons ont été récoltés sur le terrain, dans des pièces d'entreposage au marché et/ou dans les ménages. La fumonisine B3 a été uniquement étudié dans certaines études. Dans la plupart des études, la fumonisine B1 a été détecté dans tous les échantillons analysés; la concentration moyenne a varié largement parmi les études se situant entre 0.5 mg/kg (échantillons du marché en Chine ou du champ en Croatie) et 15 mg/kg en Italie (échantillons issus du champ).

Tableau 2: Incidence de la fumonisine dans le "corn"/maïs rapportée dans la littérature

Pays	Origine	Fumonisin e	Analysé/ positif	Année cultur e	LOD/LOQ mg/kg	Mín., mg/kg	Max., mg/kg	Moyen ne mg/kg	SD (mg/kg)	Réf.
Brésil (SC)	Champ	FB1	76/76	2000	NR	NR	NR	1.89	1.9	Westhuizen et al., 2003
		FB2	76/76		NR	NR	NR	0.7	0.76	
		FB3	76/76		NR	NR	NR	0.28	0.28	
		total	76/76		NR	0.02	18.74	2.87	0.287	
Brésil (Paraná)	Champ, réception, pré-séchage	FB1	490/490	2003/ 2004	0.027/-	0.03	12.68	1.53	NR	Silva et al., 2008
		FB2	490/344		0.035/-	<0.035	7.89	0.775	NR	
		Total	490/490		-	0.03	18.78	1.92	NR	
Brésil (MT, RS, BA, SP)	Fraîchem ent récolté	FB1	200/196	2005	-/0.015	<0.015	9.67	1.75	58% de 149 somme >2	Rocha et al., 2009
		FB2	200/149			<0.015	3.16	0.48		
Chine	ménage	FB1	259/230	2001-2002	0.016/-	<0.016	25.5	1.59	NR	Sun et al., 2007
Chine	marché	FB1	65/28	2005	-/0.03	0.21	1.8	0.48	NR	Wang et al., 2008a
Chine	marché,	FB1	104/42	2005-	-/3 ng/µL	< 0.025	3.2	0.735	NR	Wang et al.,

Pays	Origine	Fumonisin e	Analysé/ positif	Année culture	LOD/LOQ mg/kg	Mín., mg/kg	Max., mg/kg	Moyenne mg/kg	SD (mg/kg)	Réf.
(Linxian)	grenier, ménage			2006						2008b
Chine	champ	FB1	282/281	2005	0.002/-	< 0.02	71.12	6.66/1.57 ^d	NR	Gong et al., 2009
Croatie	champ	FB1	49/49	2002	0.01/-	0.142	1.378	0.459	0.311	Domijan et al., 2005
		FB2	49/3		0.01/-	0.068	3.08	68.4, 0.109, 3.08		
Guatemala	Champ, storage, marché	FB1	1421/572	2000-2004	0.3/-	NR	NR	0.935	NR	Torres et al., 2007
	Marchés locaux ^c	FB1+FB2+FB3	236/209	2005	NR	NR	43.08	3.55	0.39	
Italie	Essais sur le terrain	FB1	40/40	2004	-/0.004	0.37	64.15	15.05	2.08*	Cavaliere et al., 2007
		FB2	40/40		-/0.002	0.19	37.09	6.74	1.02*	
		FB3	40/40		NR	0.04	16.69	2.76	0.36*	
Iran	Consommation animale et humaine	FB1	52/52	2000	0.01/-	<0.01	11.02	2.04	NR	Ghiasian et al., 2006
		FB2	52/18		0.01/-	<0.01	3.364	0.558	NR	
		FB3	52/16		0.01/-	<0.01	0.9	0.153	NR	
Iran	Maïs séché	FB1	49/48	2000	0.014/-	<0.014	12.9	6.14	3.08	Yazdanpanah et al., 2006
Espagne	Issu de l'Argentine	Total (B1+B2+B3)	92/92	2002 - 2004	0.025/-	0.337	10.61	2.60	1.81	Castells et al., 2008
Afrique de l'Ouest	0 à 6 mois d'entreposage	FB1+FB2+FB3	144/ NR	1999-2003	0.25/-	NR	NR	1.90 ^a	NR	Fandohan et al., 2005

a. moyenne de 36 ensembles de données; NR= pas reporté; * SD plus bas (0.05); PHC=cancer primitif du foie ; c. Total/ FB1 = 1.32; d. moyenne/médiane

29. Les informations sur les niveaux de fumonisines dans le corn/maïs, les produits à base de corn/maïs et autres denrées ont été soumises par le comité par douze pays dans le monde. Un sommaire des informations reçues est indiqué dans le tableau 3.

Tableau 3. Données sur les niveaux de fumonisines soumis par les gouvernements nationaux

Pays	Produits/échantillons analysés	Fumonisines	Période d'échantillonnage
Argentine	Corn/ maïs	FB1 et FB2	2005-2007
Australie	Corn/produits à base de maïs et autres denrées	FB1 et FB2	2003
Brésil	Corn/ maïs	FB1 et FB2	1999 - 2006
Belgique	Corn/ maïs, ses produits et autres denrées	FB1, FB2 et FB3	2008 -2009

Pays	Produits/échantillons analysés	Fumonisines	Période d'échantillonnage
Chine	Corn/ maïs et autres produits	FB1, FB2 et FB3	2008-2009
Finlande	Corn/ produits à base de maïs	FB1 et FB2	2006-2009
Japon ^a	Corn/ maïs, ses produits et autres denrées	FB1, FB2 et FB3	2004-2009
Nigeria	Corn/ maïs	FB1	2003
Norvège	Corn/ maïs et autres produits	FB1 et FB2	1999-2001
Afrique du Sud	Corn/ maïs	Fumonisines totales (FB1 + FB2 + FB3)	2003 - 2008
Royaume-Uni	Corn/ maïs, et ses produits	FB1, FB2 et FB3	2003 - 2009
Etats-Unis ^b	Corn/ maïs, et ses produits	FB1 et FB2	2004 - 2008

^a. Données du Ministère de la santé, du travail et de l'aide sociale et le Ministère de l'agriculture, Foresterie et les pêches; ^b sommaire des données

30. Les répartitions des niveaux de la fumonisine B1 + FB dans le corn/maïs en Argentine, Belgique, Brésil, Chine, Japon, Nigeria, Afrique du Sud et Royaume-Uni sont indiqués dans la figure 2. Quand uniquement des données sur la fumonisine B1 ou la fumonisine totale (FB1 + FB2 + FB3) ont été soumises, la fumonisine B1 et/ou B2 ont été évalués en se basant sur un taux de FB1:FB2:FB3 de 10:3:1 (FAO/OMS, 2001). A l'exception du Brésil, les répartitions ont été déformées positivement, avec une queue asymétrique élargissant vers des valeurs élevées. En utilisant le test Chi-Square, ces populations ne correspondaient pas à la répartition ($p < 0.01$) normale, log-normale et gamma. Elles ne correspondaient pas non plus à la répartition normale utilisant le test Shapiro-Wilk. Manifestement, la répartition des données brésiliennes est distincte de celle trouvée pour les autres pays. Les répartitions des données issues du Nigeria et de l'Afrique du Sud sont similaires, probablement à cause des pratiques climatiques et agricoles similaires.

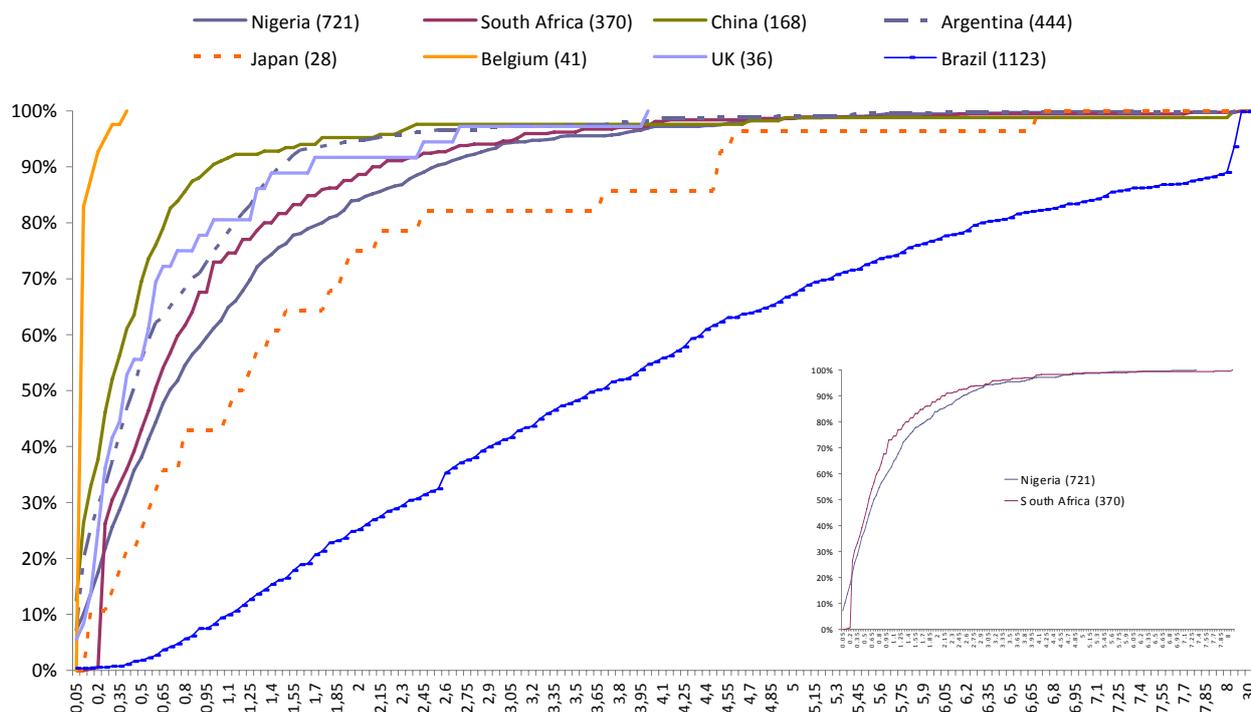


Figure 2. La distribution cumulative de la fumonisine B1 + FB2 dans le corn/maïs des données soumises par les gouvernements nationaux. Entre parenthèses, le nombre des échantillons analysé. En détail, les distributions cumulatives pour le Nigeria et L'Afrique du Sud

31. Le tableau 4 fournit un sommaire descriptif des données brutes. De 36 (UK) à 1123 échantillons (Brésil) ont été analysés, avec le nombre d'échantillons positifs (\geq LOD/LOQ for FB1) se situant de 0 à 100% (Tableau 4). La moyenne était plus basse ou autour de 1 mg/kg dans tous les cas, exception faite du Brésil, où une moyenne de 4.4 mg/kg a été trouvée. Une valeur maximale plus élevée a également été indiquée au Brésil (45.4 mg/kg). Le sommaire des données soumises par les Etats-Unis est indiqué dans le tableau 5.

Tableau 4. Résumé descriptif des données sur le niveau de fumonisine (F1+B2) issu des données brutes soumises aux gouvernements nationaux

Pays	Analysé	%Positif	Moyenne ^a	Sd	médiane	25 ^{ème} P	75 ^{ème} P	Min.	Max.
Argentine	444	90	0.73	1.1	0.44	0.15	1.0	0.01	15.8
Belgique	41	98.9	0.10	0.064	0.075	0.075	0.086	0.075	0.395
Brésil	1123	99.7	4.4	3.4	3.64	2.0	5.76	0.045	45.4
Chine	168	31.7	0.62	1.7	0.28	0.087	0.560	0.002	19.1
Japon	28	100	1.67	1.67	1.18	0.52	2.0	0.11	6.7
Nigeria ^b	721	97.2	1.1	1.13	0.70	0.290	1.42	0.01	7.34
Norvège	12	0	0.04	-	0.02	-	-	0.02	0.02
Afrique du Sud	370	75.0	0.96	1.15	0.59	0.230	1.17	0.144	11.7
RU	36	100	0.69	0.84	0.37	0.203	0.79	0.019	3.97
Total	2994	76.9	1.1						

Sd=Déviation standard. A. La moyenne a été évaluée en examinant les échantillons non détectés à la limite de détection ou, lorsque fournie, la limite de quantification; b. valeurs < 0.01 mg/kg ont été considérées comme non détectées

Tableau 5. Sommaire des données sur FB1 + FB2 (mg/kg) sur le corn/maïs soumis aux Etats-unis^a

Année	Analysé	% positif	Moyenne	Sd	Min.	Max.	% > 2
2004	64	46.9	0.91	0.79	0.11	4.38	23.3
2005	39	59.0	0.31	0.31	0.1	2.44	4.4
2006	41	63.4	0.82	0.91	0.11	4.68	19.2
2007	19	78.9	1.1	0.94	0.13	5.53	46.7
2008	24	87.5	0.48	0.33	0.11	1.48	0
Total	187	67.1^b	0.72^b	NR	0.1	4.68	18.7^b

^a Les échantillons ont été récoltés par le personnel sur le terrain de l'Organisme de surveillance des aliments et des médicaments (FDA) durant des investigations de routine des entreprises qui ont entreposé et/ou distribué les denrées alimentaires domestiques en accordance avec le programme d'adhésion du FDA pour les mycotoxines dans les aliments domestiques et importés utilisant les procédures analytiques int. De l'AOAC ; LOQ (limite de quantification) = 0.1 mg/kg; ^b moyenne évaluée à partir des valeurs ci-dessus.

32. Le tableau 6 indique le pourcentage des échantillons analysés dans chaque pays avec la fumonisine B1+B2 dans le corn/maïs au-dessus de certains niveaux. En moyenne, environ 33 % des échantillons analysés étaient au-dessus de 1 mg/kg, 18 % au-dessus de 2 mg/kg et 5% au-dessus de 5 mg/kg. Plus de 90 % des échantillons brésiliens étaient au-dessus de 1 mg/kg.

Tableau 6. Pourcentage des échantillons de corn/maïs avec les niveaux de fumonisines B1+ B2 au-dessus de certains niveaux, en mg/kg, conformément aux données brutes soumises par les gouvernements nationaux

Pays	Echantillons analysés	% > 1	% > 2	% > 4	% > 5	% > 10
Argentine	444	25.0	5.2	1.8	0.9	0.2
Chine	168	9.5	4.8	2.4	1.2	0.6
Belgique	41	0	0	0	0	0
Brésil	1123	91.8	74.8	45.2	32.8	6.4
Japon	28	57.1	25.9	14.3	3.6	0
Nigeria	721	38.8	16.0	3.1	1.4	0
Afrique du Sud	370	27.0	11.4	2.7	1.4	0.3
RU	36	18.4	8.3	0	0	0
USA	187	-	18.7	-	-	-
Total	3118	33.4^a	18.3^a	8.7^a	5.2^a	0.9^a

a. Moyenne évaluée des valeurs ci-dessus

33. Un sommaire des données sur les produits à base de maïs/corn soumis par les gouvernements nationaux est indiqué dans le tableau 7. La variété de produits qui ont été analysés est très haute, et seuls les produits les plus

ANNEXE III

communs sont répertoriés. En général, les niveaux moyens pour la fumonisine B1+ fumonisine B2 étaient en dessous de 0.10 mg/kg. Les niveaux moyens les plus élevés sont trouvés dans la farine de corn/maïs, semoule ou polenta, les produits avec différentes tailles de gruaux obtenus après la dégermination du grain et mouture. Aux USA, 9.6 % des échantillons de semoule de maïs avaient des niveaux au-dessus de 2 mg/kg et 6.4 % des échantillons de farine de corn avaient des niveaux au-dessus de 2 mg/kg. Les niveaux découverts dans le corn immature (maïs sucré ou corn en conserve) étaient bas à l'exception des données des USA (moyenne de 0.67 mg/kg). Les céréales de petit déjeuner, la tortilla et le maïs éclaté avaient des niveaux moyens se situant entre 0.20 à 0.60 mg/kg dans la plupart des cas.

Tableau 7. Niveaux des fumonisines dans les produits à base de corn/ maïs soumis par les gouvernements nationaux

Pays	Produit	Analysé	% positif ^a	Résultat	Min. ^b	Max.	Moyenne ^c	Sd
Belgique	Aliment pour nourrissons	40	0	B1+B2	<0.075	<0.075	-	-
Finlande	Aliment pour nourrissons	1	0	B1+B2	<0.03	<0.03	-	-
RU	Aliment pour nourrissons	46	26	B1+B2	<0.04	0.32	0.06	0.05
Australie	Flocon de maïs/céréales de petit déjeuner	12	0	B1+B2	<0.10	<0.10	-	-
Belgique	Flocon de maïs /céréales de petit déjeuner	51	39.2	B1+B2	<0.075	6.7	0.238	0.93
Finlande	Flocon de maïs /céréales de petit déjeuner	9	66.7	B1+B2	<0.03	0.64	0.07	0.08
Japon	Flocon de maïs /céréales de petit déjeuner	101	40.6	B1	<0.01	0.103	0.015	0.012
				B2	<0.01	0.019	0.010	0.001
RU	Flocon de maïs /céréales de petit déjeuner	64	87.5	B1+B2	<0.02	0.73	0.13	0.13
USA	Flocon de maïs /céréales	21	57.1	B1+B2	<0.2	2.3	0.51	-
Belgique	Chips de maïs	28	53.6	B1+B2	<0.075	0.30	0,17	0,29
Finlande	Chips de maïs	9	66.7	B1+B2	<0.03	0.20	0.07	0.07
Japon	Produit de grignotage au maïs	90	85.6	B1	<0.002	1.67	0.068	0.18
				B2	<0.002	0.60	0.019	0.064
RU	Produit de grignotage au maïs	46	76.1	B1+B2	<0.02	0.30	0.09	0.06
Finlande	Pain/gâteau au maïs	5	40	B1+B2	<0.03	0.52	0.127	22
RU	Pain/gâteau au maïs	11	63.6	B1+B2	<0.02	1.05	0.23	0.35
Finlande	Maïs, en conserve	5	0	B1+B2	<0.03	<0.03	-	-
USA	Maïs, en conserve	15	80	B1+B2	<0.2	2.57	0.67	-
Australie	Maïs sucré	4	0	B1+B2	<0.1	<0.1		

ANNEXE III

Pays	Produit	Analysé	% positif ^a	Résultat	Min. ^b	Max.	Moyenne ^c	Sd
Japon	Maïs sucré	177	8.5	B1	<0.01/ <0.002	0.036	0.008	0.004
				B2	<0.01/ <0.002	0.015	0.008	0.004
RU	Maïs sucré/ Maïs sucré de nourrisson	32	90.6	B1+B2	<0.02	0.25	0.08	0.05
Finlande	Gruaux de maïs	2	100	B1+B2	0.03	0.138	0.084	-
Japon	Gruaux de maïs	53	100	B1	<0.002	1.38	0.15	0.25
				B2	<0.002	0.59	0.042	0.09
USA	Gruaux de maïs	45	51.1	B1+B2	<0.2	1.3	0.345	-
USA	Farine de maïs ^d	130	61.5	B1+B2	<0.2	3.6	0.52	-
Finlande	Farine de maïs Corn/	7	85.7	B1+B2	<0.03	1.68	0.51	0.72
RU	Farine de maïs Corn/	69	87	B1+B2	<0.04	2.7	0.49	0.57
RU	Farine de maïs Corn/ et polenta	22	100	B1+B2	0.04	7.8	1.2	1.8
USA	Farine de maïs ^e	268	62.7	B1+B2	<0.2	4.07	0.53	-
Belgique	Polenta	20	90	B1+B2	<0.075	1.85	0.59	0.58
Japon	Amidon de maïs	35	28.6	B1	<0.002	0.063	0.004	0.010
				B2	<0.002	0.017	0.003	0.003
Belgique	Maïs éclaté	60	20	B1+B2	<0.075	0.26	0.087	0.034
Chine	Maïs éclaté	3	100	B1+B2	0.044	0.246	0.105	0.12
Finlande	Maïs éclaté	2	0	B1+B2	<0.03	-	-	-
Japon	Maïs éclaté	69	76.8	B1	<0.002	0.354	0.049	0.070
				B2	<0.002	0.094	0.012	0.016
RU	Maïs éclaté	9	44.4	B1+B2	<0.2	0.58	0.13	0.19
USA	Maïs éclaté	109	16.5	B1+B2	<0.02	1.63	0.59	-
Finlande	Taco	1	100	B1+B2	0.30	-	-	-
Belgique	Tortilla	30	36.7	B1+B2	<0.075	0.84	0.20	0.27
RU	Tortilla/Chips de tortilla /taco	56	92.8	B1+B2	<0.02	1.4	0.27	0.24

Pays	Produit	Analysé	% positif ^a	Résultat	Min. ^b	Max.	Moyenne ^c	Sd
Japon	Soupe de corn, liquide	63	0	B1	<0.01	-	-	-
				B2	<0.01	-		
Japon	Soupe de corn, poudre	46	15.2	B1	<0.01	0.013	0.010	0.0004
				B2	<0.01	-	-	-
RU	Huile de corn	19	26.3	B1+B2	<0.01	0.08	0.05	0.02

^a Pour les fumonisines B1; ^b les niveaux < correspondent au LOQ de la fumonisine de B1 et/ou fumonisine B2; ^c en supposant que les échantillons < LOQ sont à un niveau LOQ; ^c 9.6 % des échantillons avec des niveaux au-dessus de 2 mg/kg; ^d 6.4 % des échantillons avec des niveaux au-dessus de 2 mg/kg

ANNEXE III

ASPECTS AGRICOLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIAUX

Approches agricoles

34. Le Code d'usages pour la prévention et la réduction de la contamination des céréales par les mycotoxines y compris l'annexe sur les fumonisines (CAC/RCP 51-2003) recommande de planifier avec soin le moment de la récolte du maïs, car il a été démontré que le maïs cultivé et récolté pendant les mois chauds est susceptible de contenir des niveaux de fumonisines nettement supérieurs à ceux du maïs cultivé et récolté pendant les mois plus froids de l'année.

35. Alors que le maïs est sensible à la perte d'eau et est soumis au stress hydrique quand l'activité de l'eau (aw) est d'environ 0,98, les espèces *Fusarium* ont une croissance satisfaisante même quand l'activité de l'eau baisse jusqu'à 0,90. Par conséquent, en situation de stress de sécheresse, le champignon se développe bien et le contrôle des fumonisines dans les cultures où une infection fongique a eu lieu pendant la pré-récolte est extrêmement difficile (Hasegawa et al., 2008).

36. Les résultats de la recherche sur les pratiques agronomiques indiquent que: (a) les taux d'infection fongique sont supérieurs dans les cultures pratiquées dans les champs auparavant plantés de maïs, notamment quand les résidus de ces cultures étaient abandonnés dans le champ, (b) l'incidence de pourriture fusarienne des grains de maïs est supérieure en climat chaud dans des conditions de sécheresse, et (c) le maïs fraîchement récolté doit être immédiatement séché jusqu'au niveau d'humidité adéquat, puis entreposé (Bacon et Nelson, 1994; Munkvold et Desjardins, 1997; Warfield et Gilchrist, 1999; Miller, 1994; Fandohan et al, 2005).

37. L'infection fongique et la production des mycotoxines dans les produits cultivés biologiquement et conventionnellement sont encore des questions extrêmement controversées (Magkos et al., 2006) et il n'existe pas de preuve scientifiquement soutenable que les différences observées entre les denrées conventionnelles et les denrées biologiques produiraient quelque effet objectivement mesurable sur la santé des consommateurs (Ariño et al., 2007).

Stabilité des fumonisines pendant la transformation

38. Le destin des fumonisines pendant la transformation est affecté par un grand nombre de facteurs, y compris la température, l'humidité du produit, la concentration de la toxine dans le produit brut et la présence d'autres ingrédients dans l'aliment transformé. Les opérations de transformation subies par le maïs comprennent le triage, l'usinage (sec et humide), le traitement thermique, l'extrusion et la nixtamalisation.

39. Le triage et le nettoyage peuvent diminuer la concentration des fumonisines en éliminant la matière contaminée, mais ne détruisent pas les mycotoxines. Les grains de maïs cassés contiennent des niveaux de fumonisines près de 10 fois supérieurs aux grains intacts. Les stratégies visant à séparer les grains sains des grains contaminés comprennent le retrait du maïs contaminé dans la partie flottante après le traitement dans une solution saturée de chlorure de sodium (Shetty & Bhat, 1999) et en faisant passer de façon séquentielle les grains de maïs

d'entreposage dans le circuit de nettoyage suivi de la table gravimétrique (Malone et al., 1998). Afolabi et al. (2006) avaient proposé le triage visuel des grains de maïs comme technique de réduction des niveaux de fumonisines par les agriculteurs de subsistance.

40. L'usinage humide est utilisé pour obtenir l'amidon, le germe et les fibres de maïs. L'usinage sec donne lieu à du son (obtenu en éliminant le péricarpe) et le germe, suivi des fragments obtenus en diminuant la taille des particules – gruaux, semoule et farine de maïs (Alexander 1987). Les fumonisines ne sont pas censées être détruites pendant le processus et se retrouvent dans tous les fragments, en concentrations plus élevées dans le son et le germe (Katta et al. 1997, Brera et al, 2004). Rensik (2006) a montré que le germe et le son avaient des niveaux de fumonisines 29 fois plus élevés que la semoule et les gruaux de maïs, 13 fois plus élevés que la farine de maïs et 3 fois plus élevés que le maïs entier.

41. Les effets du traitement thermique sur la stabilité des fumonisines varient selon le processus, la température et de la durée. Une diminution importante des niveaux de la fumonisine apparaît durant les processus à des températures > 150 °C, comme ceux qui sont utilisés dans la production à sec ou à l'humidité de la semoule de maïs (Scott & Lawrence, 1995), la friture des chips de maïs (Jackson et al., 1997), la cuisson au four, le rôtissage et la cuisson alcaline (Castelo et al. 1998, Jackson et al. 1997, Katta et al. 1999). De Girolamo et al., (2001) ont montré que les processus de floconnage, de cuisson et de torréfaction réduisent les niveaux de fumonisines B₁ à 48 jusqu'à 70% et que l'ajout de glucose a augmenté le pourcentage de réduction à presque 90 % pendant les processus de cuisson et de torréfaction, respectivement.

42. La transformation par extrusion est d'utilisation courante dans la production des céréales pour petit déjeuner, des produits de grignotage et aliments granulés. Bullerman et al. (2007; 2008) ont trouvé que la plus forte réduction de fumonisines est produite à des températures d'extrusion de 160 °C ou supérieures, en présence de glucose (jusqu'à 87%). Environ 60% de l'espèce de fumonisine B₁ détectée dans le maïs (enrichi et fermenté) extrudé au glucose était la fumonisine B₁ N-(deoxy-D-fructos-1-yl), en addition à la fumonisine B₁ hydrolysée et la fumonisine B₁ N-carboxyméthyl (Castelo et al. 2001, Bullerman et al., 2008). Seefelder et al (2003) ont montré que la fumonisine B₁ et HFB₁ sont capables de se lier aux polysaccharides et aux protéines à travers leur deux coté des chaînes d'acide tricarbalyle.

43. Voss et al (2008) ont évalué la toxicité des gruaux de maïs enrichi à la fumonisine B₁ extrudée par 10% de glucose administrée à des rats. À une exception près, les produits d'extrusion fermentés et enrichis à la fumonisine B₁ ont provoqué des lésions rénales modérément sévères et diminué le poids des reins, effets normalement rencontrés chez les rats exposés aux fumonisines. Les lésions chez les rats à qui on a donné des gruaux contaminés après extrusion au glucose étaient substantiellement moins sévères et le poids des reins était inchangé. Les auteurs ont conclu que l'extrusion au complément de glucose est potentiellement utile pour réduire à un niveau sans risque la toxicité des fumonisines dans les produits à base de maïs. Lu et al (2002) étaient parvenu à la même conclusion et avaient montré que le glucose s'allie aux fumonisines par le biais du groupe amino

44. Dall'Asta et al (2009) ont montré que les fumonisines liées apparaissaient à des niveaux plus élevés que les formes libres dans tous les 21 échantillons de produits analysés à base de maïs. La concentration moyenne était de 43 mg/kg pour les produits de grignotage, 0.15 mg/kg pour les pâtes et le pain et de 0.09 mg/kg pour les flacons de maïs. Les auteurs ont conclu que l'occurrence des mycotoxines liées ou masquées devrait être examinée durant les études d'évaluation de risque.

45. La nixtamalisation est le processus de fabrication de la farine de type masa qui sert à préparer les tortillas et autres produits à base de maïs et qui consiste à bouillir et à tremper le maïs dans une solution d'hydroxyde de calcium. Le processus peut réduire la concentration des fumonisines de 50 à 80 %, avec 35 à 60 % des fumonisines détectées sous leur forme hydrolysée (Burns et al., 2008; Dombrink-Kurtzman et al., 2000). Il a été signalé que la procédure de nixtamalisation modifiée, par incorporation de diverses combinaisons de peroxyde d'hydrogène et de bicarbonate de sodium outre l'hydroxyde de calcium, engendre une réduction de 100% de FB₁, en revanche la masa obtenue a démontré une toxicité d'environ 60% de celle du maïs non traité dans la procédure de dosage effectué sur les crevettes (Park et al., 1996). Burns et al. (2008) avaient laissé entendre que les interactions des matrices de mycotoxines dans le maïs pendant la nixtamalisation réduisent la biodisponibilité et la toxicité de FB₁

46. Palencia et al (2003) ont déclaré que les tortillas préparées par la méthode de nixtamalisation traditionnelles des communautés maya contenaient FB₁, FB₂ et FB₃ et leurs homologues hydrolysés. Il y avait des quantités équimolaires de FB₁ et de HFB₁ dans les tortillas, mais les fumonisines totales avaient été réduites de 50%. Ils ont aussi découvert une élévation réduite de la sphinganine dans les cellules traitées aux extraits de tortillas par

rapport aux cellules traitées aux extraits de maïs contaminé

47. La fermentation à l'éthanol du maïs contaminé par les fumonisines entraîne une très légère dégradation des toxines; la plupart des toxines reste dans les grains, les jus, et les ingrédients solubles de distillerie (Bennett et Richard, 1996; Bothast et al., 1992). Les fumonisines ont aussi été détectées dans la bière, ce qui indique que les toxines survivent aux conditions (de température et de pH) qui prédominent pendant le brassage (Scott & Lawrence, 1995; Scott et al., 1997; Hlywka & Bullerman, 1999).

48. Visconti et al. (1996) ont démontré que l'efficacité de l'irradiation-gamma (15 kGy) stérilisait efficacement la farine de maïs, mais n'engendrait qu'une réduction d'environ 20% de sa teneur en fumonisines. Ferreira-Castro et al (2007) ont découvert la possibilité de diminuer les niveaux de fumonisines en irradiant le maïs à 5 ou 10 kGy; cependant, à 2 kGy, les champignons survivants (36%) peuvent produire plus de fumonisines que les champignons de contrôle non irradiés. Aziz et al. (2007) ont découvert que le dénombrement viable de *Fusarium* dans les semences diminuait quand les niveaux des doses de radiation augmentaient; une dose de 7 kGy était suffisante pour détruire complètement FB₁ dans le blé et le maïs.

EXPOSITION HUMAINE ET ÉVALUATION DU RISQUE

49. L'exposition aux fumonisines est considérée comme étant principalement liée à la consommation de maïs et de produits à base de maïs. La quantité ingérée peut varier considérablement, en fonction des niveaux de fumonisines dans le maïs /produits à base de maïs et la quantité de maïs /de produits à base de maïs consommés par les différents individus ou populations.

50. Le JECFA (FAO/OMS, 2001) a procédé à l'estimation internationale de l'ingestion de FB₁ à l'aide des données d'incidence trouvées dans 349 échantillons de maïs importé, la plupart provenant d'Europe, d'Amérique du Sud et des Etats-Unis et consommé aux Pays-Bas. Cette distribution a été considérée comme représentative du maïs disponible dans le commerce dans le monde entier. Les concentrations de fumonisines B1 dans les échantillons analysés ont montré avoir une log-normale avec une moyenne de 1.36 mg/kg. La distribution a été associée aux données relatives à la consommation alimentaire dans les régimes alimentaires régionaux du GEMS/Aliments concernant le maïs total (GC-645), qui comprend le maïs, la farine de maïs, le maïs doux (maïs en épi et grains) et le maïs éclaté.

51. Trois scénarios ont été examinés. Dans le premier, la consommation de maïs par habitant dans les régimes alimentaires régionaux du GEMS/Aliments a été combinée avec la distribution des concentrations de fumonisines pour donner la distribution de l'ingestion de fumonisine. Dans le deuxième scénario, une distribution hypothétique de la consommation de maïs a été estimée en supposant que sa distribution est log-normale dans chaque régime, avec une déviation type égal à 66% de la consommation moyenne. Le troisième scénario a pour but de simuler le pire des scénarios, dans lequel la seule céréale consommée par un même individu est le maïs.

52. L'ingestion moyenne de fumonisines B1 dans les scénarios 1 et 2 se situait entre 0.2 µg/kg pc/jour dans le régime européen à 2.4 µg/kg pc/jour dans le régime africain, pour un poids corporel de 60 kg. L'ingestion des fumonisines au 97,5^{ème} centile dans le scénario 2 se situe entre 1.4 µg/kg pc/jour en Europe à 16.3 µg/kg pc/jour en Afrique. En partant d'un taux de FB1:FB2:FB3 de 10:3:1, l'ingestion de la fumonisine totale (FB1 + FB2 + FB3) a été estimée en ajoutant 40% à l'ingestion de la fumonisine B₁. L'ingestion totale représente 14 % du DJMTP établi par le JECFA (2 µg/kg pc/jour) en Europe, 70 % de la DJMTP en Amérique latine et 160% de la DJMTP en Afrique.

53. L'ingestion de fumonisines prévue dans le troisième scénario se situait entre 5.2 µg/kg pc/jour en Europe à 10 µg/kg pc/jour dans l'Extrême-Orient. L'ingestion au 95^{ème} centile allait de 23 à 47 µg/kg pc/jour par personne dans ces régimes. Le JECFA a insisté sur le fait que le nombre des individus concernés par ce scénario est extrêmement faible à l'échelle mondiale et représente essentiellement les agriculteurs de subsistance ruraux qui ne sont pas représentatifs des populations nationales ou régionales dans le cadre de GEMS/Aliments.

54. L'ingestion alimentaire des fumonisines B1 + FB2 par le biais de la consommation du maïs (GC 0645: à l'exception de la farine, l'huile et de la bière; puisqu'on ne prévoit pas qu'aucun niveau significatif de fumonisines reste dans l'huile et dans la bière) sur la base des 13 régimes alimentaires par modules de consommation du GEMS/Aliments (OMS, 2006) a été calculé pour ce document de travail en utilisant des niveaux moyens de 1 mg/kg, 2 mg/kg et 5 mg/kg. L'ingestion représentait jusqu'à 1 % de la DJMTP à tous les niveaux dans sept des treize régimes. L'ingestion la plus élevée apparaissait avec les régimes C (Afrique et

Moyen-Orient), D (Europe et Moyen-Orient), K (Amérique latine) et M (Europe et Amérique latine). L'ingestion dépassait 100 % de la DJMTP uniquement au niveau le plus élevé de FB1+FB2, dans le régime C.

Table 8. Estimations de l'ingestion quotidienne des fumonisines dans le Maïs (en µg/personne) (GC 645: à l'exception de la farine, l'huile et de la bière) aux niveaux de 1, 2 et 5 mg/kg dans les 13 régimes alimentaires par module *

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M
1 mg/kg													
Ingestion, µg/personne	0	1.4	51.4	11.9	0.2	0.2	0.6	0	0.1	0	7.7	0	19.4
% DJMTP	0	1	40	10	0	0	1	0	0	0	6	0	20
2 mg/kg;													
Ingestion, µg/personne	0	2.9	102	23.8	0.5	0.3	1.3	0.1	0.1	0.1	15.3	0	38.7
% DJMTP	0	2	90	20	0	0	1	0	0	0	10	0	30
5 mg/kg													
Ingestion, µg/personne	0.1	7.2	257	59.4	1.2	0.8	3.2	0.2	0.3	0.2	38.3	0	96.8
% DJMTP	0	6	210	50	1	1	3	0	0	0	30	0	80

* un poids corporel de 60 kg a été utilisé dans tous les modules, à l'exception de G et de L (55 kg).

55. Le tableau 9 indique que le calcul de l'ingestion pour la fumonisine de B1+B2 à travers la consommation de la farine de corn/maïs à des niveaux de concentration de 0.5 mg/kg (moyenne trouvée dans la plupart de l'ensemble des données du tableau 7 pour la farine/semoule de corn et la polenta), est de 1 et d 2 mg/kg. L'ingestion n'excédait pas la DJMTP pour tout régime à un niveau de 0.5 mg/kg ; Elle excédait deux fois la DJMTP aux deux niveaux plus élevés pour les régimes H (Amérique du Sud et Central) et I (Afrique du Sud et de l'Est).

Tableau 9. I Estimations de l'ingestion des fumonisines dans la farine de Maïs (in µg/personne) (CF 1255) à des niveaux de FB1+FB2 de 0.5, 1 et 2 mg/kg dans les 13 Régimes alimentaires*

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	M
0.5 mg/kg													
Ingestion, µg/personne	34.5	7.7	25.7	8.3	7.4	1	144	124.4	103.4	23.9	23.1	5.3	10.8
% DJMTP	30	6	20	7	6	1	10	100	90	20	20	5	9
1 mg/kg;													
Ingestion, µg/personne	68.9	15.4	51.3	16.6	14.7	2	28.8	248.8	206.7	47.8	46.2	10.5	21.5
% DJMTP	60	10	40	10	10	2	30	210	170	40	40	10	20

2mg/kg;													
Ingestion, µg/personne	137.8	30.8	102.6	33.2	29.4	4.0	57.6	497.6	413.4	95.6	92.4	21.0	43.0
% DJMTP	110	30	90	30	20	3	50	410	340	80	80	20	40

* un poids corporel de 60 kg a été utilisé dans tous les modules, à l'exception de G et de L (55 kg).

56. Lors de l'examen de l'exposition chronique, il est raisonnable d'utiliser la moyenne des niveaux de la fumonisine B₁+B₂ dans les grains de maïs (1 mg/kg; Tableaux 4 et 5) et la farine de maïs (0.5 mg/kg; Tableau 7) trouvée dans les données fournies par les gouvernements nationaux afin d'évaluer l'ingestion totale issue de la consommation de ces deux denrées alimentaires. Dans cette évaluation, l'ingestion se situait entre 1 % de DJMTP dans le régime alimentaire F à 100 % de DJMTP dans le régime alimentaire H. L'inclusion du germe de maïs (y compris l'huile), la bière de maïs et le maïs éclaté (produits alimentaires pour lesquels il existe des données de consommation disponibles dans l'ensemble de données des groupes de régimes alimentaires du GEMS) au même niveau de contamination que la farine de maïs, n'ont pas conduit à un excès de la DJMTP. Dans ce cas, le régime alimentaire I a également une ingestion atteignant la DJMTP. Pour les régimes alimentaires H et I, la consommation de la farine de maïs représentait plus de 90 % de l'ingestion de la fumonisine totale.

57. Une évaluation de l'exposition alimentaire chronique des fumonisines (B₁+B₂) liée à la consommation des produits à base de maïs a été menée au Brésil à l'aide d'une enquête nationale sur les budgets des ménages pour estimer les données de la consommation (Caldas et Silva, 2007). Le niveau moyen de FB₁+FB₂ dans la farine de corn /semoule de corn était de 3.2 mg/kg. L'ingestion représentait 24,1% de la DJMTP pour la population totale et 355% de la DJMTP pour les seuls consommateurs (grands consommateurs), indiquant la nécessité d'établir des niveaux de sécurité réglementaires pour les fumonisines contenues dans le maïs et les produits à base de maïs au Brésil.

58. Dans le programme de coopération scientifique SCOOP de l'UE, l'évaluation de l'ingestion alimentaire de FB₁ + FB₂ en Europe FB₁ + FB₂ en Europe, l'ingestion journalière moyenne représentait 0.8 à 13.2% de DJMTP pour la totalité de la population et 22.3% de la DJMTP pour les nourrissons (EC, 2006). Dans une étude de l'alimentation totale menée en France, L'exposition au 95^{ème} centile représentait 3,2 % de la DJMTP pour les adultes et 8,7 % de la DJMTP pour les enfants (3 à 14 ans). Pour les adultes, les boissons alcoolisées ont contribué plus de 50% de l'ingestion; pour les enfants, les céréales pour petit déjeuner ont contribué plus de 90 % de l'ingestion (Leblanc et al., 2005). Aux Pays-Bas, une estimation prudente a montré que 97% des individus ayant une intolérance au gluten avait une ingestion journalière de fumonisine B₁ d'au moins 1 µg, et 37% avait une ingestion d'au moins 100 µg, alors que les proportions de la population générale exposée à ces concentrations de fumonisine B₁ étaient de 49% et 1%, respectivement (de Nijs et al., 1998b). Au Danemark, une estimation pour un « consommateur » montre que l'ingestion de fumonisines ne dépassera pas 0,4 µg/kg p.c./jour (Petersen et Thorup, 2001).

59. Une étude menée aux États-Unis a conclu qu'aucun risque de toxicité rénale pour l'homme n'était à prévoir dans le cadre des niveaux de contamination du maïs et des schémas de consommation pour la population des seuls consommateurs aux États-Unis. L'étude a également laissé entendre que la réduction de la consommation du maïs aurait un impact plus grand sur la baisse du risque de dommages rénaux que la baisse du niveau autorisé pour FB dans le maïs par un facteur similaire (Humphreys et al., 2001).

60. Dans une étude menée au Guatemala, Torres et al (2007) ont découvert que 50% des échantillons de maïs issus des marchés en 2005 contenaient des niveaux de fumonisines qui résulteraient en des expositions supérieures à la DJMTP. L'ingestion des femmes dans trois régions différentes du pays était de 3,5 à 15,6 µg/kg p.c./jour.

61. Yazdanpanah et al. (2006) a estimé l'exposition aux fumonisines B₁ et B₂ des individus dans deux provinces de l'Iran sur la base du maïs consommé entre 1998 et 2000. L'ingestion moyenne allait de 0,009 à 0,34 µg/kg p.c./jour, avec un maximum de 0,71 µg/kg p.c./jour.

62. Dans l'Afrique du Sud, l'exposition (FB₁+FB₂)aux fumonisines au Bizana, une région où l'incidence du cancer œsophagien est relativement faible, était de 3,43 +/- 0,15 µg/kg p.c./jour, soit substantiellement inférieure (p < 0,05) à celle de Centane. Dans chacune des régions, l'ingestion dépassait la DJMTP pour les fumonisines.

(Shephard et al., 2007).

63. En Corée, la moyenne et 95^{ème} centile estimés de l'ingestion quotidienne des fumonisines (FB1 + FB2) était de 0.03 µg/kg pc/jour (1.5% DJMTP) et 0.08 µg/kg pc/jour (4.0% DJMTP), respectivement (Chung, et al, 2008).

64. Au Mexique, la FB₁ urinaire a été comparée avec l'ingestion alimentaire après consommation de tortillas (Gong et al., 2008). La moyenne géométrique était de 35.0, 63.1, et 147.4 pg/mL pour les groupes de basse, moyenne et forte consommation, respectivement. La FB₁ urinaire a été corrélée à l'ingestion du maïs, toutefois ce biomarqueur était uniquement considéré comme praticable pour les populations à l'exposition de haut niveau.

65. En Chine, huit adultes volontaires en bonne santé ont suivi pendant 1 mois un régime alimentaire normal contenant du maïs de production locale potentiellement contaminé par FB₁ se situant entre 0.08 à 41.1 mg/kg; les ingestions journalières estimées de FB₁ allaient de 0,4 à 740 µg/kg p.c./jour. Le rapport Sa:So urinaire avant et après la consommation a suggéré que le métabolisme des sphingolipides des humains pourrait être affecté par l'ingestion de fumonisine B1, et peut être utile à l'évaluation de l'exposition élevée à la FB₁; les mâles étaient plus sensibles au dysfonctionnement à la fumonisine FB1 du métabolisme des sphingolipides que les femelles (Qiu et Liu, 2001).

66. La sphinganine et la sphingosine ont été dosées dans l'urine des résidents en Argentine et au Brésil dont la consommation de maïs est élevée et comparées aux échantillons d'urine collectés dans les régions de consommation de maïs très faible ou inexistante. Le rapport Sa:So moyen était de 1,27 dans l'urine des sujets à forte consommation de maïs (n = 123) et 0,36 dans les contrôles (n = 66) et la différence était statistiquement significative (p<0.001). Une ingestion similaire de fumonisines a été enregistrée pour les populations de l'Argentine et du Brésil mais la moyenne du taux Sa:So au Brésil (1.57) était significativement plus élevée (p<0.05) que celui de l'Argentine (0.69), suggérant aucune association avec l'exposition à la fumonisine (Solfrizzo et al., 2004).

CONSIDÉRATIONS RELATIVES À LA GESTION DES RISQUES ET PROBLÈMES DE SANTÉ PUBLIQUE

67. La technologie actuelle ne permet pas d'empêcher la contamination des cultures de maïs par les fumonisines avant la récolte. L'incidence et les niveaux des fumonisines dans les cultures de maïs dans le monde varient considérablement en fonction d'un grand nombre de facteurs y compris les conditions environnementales, l'ampleur des dommages liés aux insectes, l'hybride du maïs cultivé et les pratiques agronomiques employées

68. Les niveaux indicatifs des fumonisines (FB₁+FB₂+FB₃) dans les aliments aux États-Unis sont de 2 mg/kg pour les produits à base de maïs moulu à sec et dégermé (teneur en graisse <2,5%) et 3 mg/kg pour les grains de maïs éclaté (USFDA, 2001). Dans la Communauté européenne, la limite maximale (FB₁+FB₂) est de 4 mg/kg pour la farine de maïs non transformée, 1 mg/kg pour le maïs destiné à la consommation humaine directe, 0.8 mg/kg pour les céréales du petit-déjeuner à base de maïs et les produits de grignotage à base de maïs, 0.2 mg/kg pour les produits transformés à base de maïs et les aliments pour nourrissons et jeunes enfants; Le NM sur les fractions de mouture de maïs dépend de la taille de la particule – 1.4 mg/kg pour > 500 µm et 2 mg/kg pour ≤ 500 µm (CE No 1126/2007).

69. L'agence coréenne des produits alimentaires et pharmaceutiques avait notifié à l'OMC (WTO) (SPS(G/SPS/N/KOR/283, 6 juin 2008) d'établir les limites maximales pour les fumonisines (FB1+FB2) à 4 mg/kg pour le maïs et 2 mg/kg pour les gruaux et la farine de maïs (à l'exception des germes).

70. Le tableau 10 indique l'impact de diverses limites de mise en application pour le grain de maïs sur le % de DJMTP pour les fumonisines, utilisant le régime alimentaire C (Europe et Moyen-Orient; la population avec l'ingestion la plus élevée, Tableau 8) basé sur la distribution de la fumonisine dans le grain de maïs en Afrique du Sud et au Nigeria (N=1091). Les deux pays africains ont montré les profils de distribution (Figure 2 et tableau 4) et sont des exportateurs importants du corn/maïs. L'ingestion moyenne des fumonisines représentait une augmentation de 30 % dans le % de PTMDI lorsque la limite a été augmentée de 2 à 5 mg/kg; cette augmentation, toutefois, représentait une réduction considérable du pourcentage d'échantillons exclus du marché. L'augmentation en % de PTMDI n'était pas importante lorsque la limite augmentait de 5 à 10 mg/kg.

Tableau 10. Potentiel % de DJMTP pour les fumonisines provenant de la consommation du grain de maïs (GC 645:

à l'exclusion de la farine, de l'huile et de la bière) dans le régime alimentaire C quand diverses limites sont imposées et appliquées

Limite (mg/kg)	% de DJMTP						
	Moyenne	Minimum	Maximum	50 ^{ème}	90 ^{ème}	95 ^{ème}	% exclus
1	20	0	40	20	40	40	33.4
2	30	0	90	20	60	70	18.3
5	40	0	210	30	100	130	5.2
10	40	0	330	30	100	140	0.9
Aucun	40	0	500	30	100	140	0

REFERENCES

1. Abbas, H.K.; Cartwright, R.D.; Shier, W.T.; Abouzied, M.M.; Bird, C.B.; Rice, L.G.; Ross, P.F.; Sciombato, G.L.; Meredith, F.I. Natural occurrence of fumonisins in rice and *Fusarium sheath rot* disease. *Plant Disease* 82(1): 22-25, 1998.
2. Abbas, H.K., Williams, W.P., Windham, G.L., Pringle, H.C., Xie, W., Shier, T. Aflatoxin and Fumonisin Contamination of Commercial Corn/maize (*Zea mays*) Hybrids in Mississippi, *J. Agric. Food Chem.*, 2002, 50, 5246-5254
3. Abbas, H.K., Cartwright, R.D., Shier, W.T. Aflatoxin and fumonisin contamination of maize (maize, *Zea mays*) hybrids in Arkansas. *Crop Prot.* 25, 1-9, 2006.
4. Afolabi CG, Bandyopadhyay R, Leslie JF, Ekpo EJ. Effect of sorting on incidence and occurrence of fumonisins and *Fusarium verticillioides* on maize from Nigeria. *J. Food Prot.* 69, 2019-23, 2006.
5. Alexander, R.J. Maize dry milling: processes, products and applications. IN: *Maize: Chemistry and Technology*. S.A. Watson and P.E. Ramstad, eds. Am. Assoc. Cereal Chem.: St. Paul, MN. pp 351-376, 1987.
6. Ariño A., Estopañan, G., Juan, T., Herrera, A. Estimation of dietary intakes of fumonisins B₁ and B₂ from conventional and organic maize. *Food Control* 18: 1058-1062, 2007.
7. Aziz, N.H.; El-Far, F.M.; Shahin, A.A.M.; Roushy, S.M. Control of *Fusarium* moulds and fumonisin B₁ in seeds by gamma-irradiation. *Food Control* 18, 1337-1342, 2007.
8. Bacon, C.W.; Bennett, R.M.; Hinton, D.M. and Voss, K.A. Scanning electron microscopy of *Fusarium moniliforme* within asymptomatic maize kernels and kernels associated with equine leukoencephalomalacia. *Plant Disease* 76(2): 144-148, 1992.
9. Bacon, C.W.; Nelson, P.E.; Fumonisin production in maize by toxigenic strains of *Fusarium moniliforme* and *Fusarium proliferatum*. *J. Food Prot.* 57(6): 514-521, 1994.
10. Bacon, C.W. and Hinton, D.M.; Symptomless endophytic colonization of maize by *Fusarium moniliforme*. *Can. J. Bot./Rev. Can. Bot.* 74(8): 1195-1202, 1996.
11. Bakan, B.; Melcion, D.; Richard-Molard, D.; Cahagner, B Fungal growth and fusarium mycotoxin content in isogenic traditional maize and genetically modified maize grown in France and Spain. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 50, 728-731, 2002.
12. Bartók T, Tölgyesi L, Szekeres A, Varga M, Bartha R, Szécsi A, Bartók M, Mesterházy A, Detection and characterization of twenty-eight isomers of fumonisin B₁ (FB₁) mycotoxin in a solid rice culture infected with *Fusarium verticillioides* by reversed-phase high-performance liquid chromatography/electrospray ionization time-of-flight and ion trap mass spectrometry, *Rapid Commun Mass Spectrom*, 2010 Jan;24(1):35-42
13. Bennett, G.A. and Richard, J.L. Influence of processing on *Fusarium* mycotoxins in contaminated grains. *Food Technology* 50(5), 235-238, 1996.
14. Bezuidenhout, S.C.; Gelderblom, W.C.A.; Gorst-Allman, C.P.; Horak, R.M.; Marasas, W.F.O.; Spiteller, G.; Vlegaar, R. Structure elucidation of the fumonisins, mycotoxin from *Fusarium moniliforme*. *Chem. Soc. Chem. Commun.* 743-745, 1988.
15. Bhat, R.V.; Shetty, P.H.; Amruth, R.P. and Sudershan, R.V. A foodborne disease outbreak due to the consumption of moldy sorghum and maize containing fumonisin mycotoxins. *Clin. Toxicol* 35(3): 249-255, 1997.
16. Bothast, R.J.; Bennett, G.A.; Vancauwenberge, J.E.; Richard, J.L. Fate of fumonisin B₁ in naturally contaminated maize during ethanol fermentation. *Appl. Environ. Microbiol.* 58:233-236, 1992.

17. Bouhet, S.; Oswald, I.P. The intestine as a possible target for fumonisin toxicity. *Mol. Nutr. Food Res.* 51(8):925-31, 2007.
18. Brera, C.; Debegnach, F.; Grossi, S.; Miraglia, M.; Effect of industrial processing on the distribution of fumonisin B₁ in dry milling maize fractions. *Journal of Food Protection* 67 (6): 1261-1266, 2004.
19. Bruce G, Hammond, Keith W, Campbell, Clinton D, Pilcher, Todd A, Degooyer, Aaron E, Robinson, Brian L, Mcmillen, Steven M, Spangler, Susan G, Riordan, Larry G, Rice, John L, Richard, Lower Fumonisin Mycotoxin Levels in the Grain of Bt Corn/maize Grown in the United States in 2000-2002, *J, Agric, Food Chem*, 2004, 52, 1390-1397
20. Bullerman, L.B. Occurrence of Fusarium and fumonisins on food grains and in foods. IN: Fumonisin in Foods. L.S.Jackson, J.W.DeVries, and L.B.Bullerman, eds. Plenum Press, New York, pp 27-38, 1996.
21. Bullerman, L.B.; Bianchini, A. Stability of mycotoxins during food processing. *International Journal of Food Microbiology* 119 (1-2): 140-146, 2007
22. Bullerman, L.B.; Bianchini, Hanna, M.A., Jackson, L.S.; Jablonski, J.; Ryu, D. Reduction of Fumonisin B₁ in Corn Grits by Single-Screw Extrusion *J. Agric. Food Chem*, 56, 2400–2405, 2008.
23. Burns TD., Snook ME, Riley RT and Voss KA. Fumonisin concentration and in vivo toxicity of nixtamalized Fusarium verticillioides culture material; evidence for fumonisin-matrix interaction. *Food Chem Toxicol*, 46, 2841-2848, 2008.
24. Caldas, E.D.; Silva, A.C.S. Mycotoxins in maize based food products consumed in Brazil: An exposure assessment for fumonisins. *Journal of Agricultural and Food Chemistry* 55 (19): 7974-7980, 2007.
25. Castells, M; Marín, M; Sanchis, V; Ramos,A.J. Distribution of fumonisins and aflatoxins in corn fractions during industrial cornflake processing *Int. J. Food Microbiol.* 123: 81–87, 2008.
26. Castelo, M.M. Extrusion cooking reduces recoverability of fumonisin B₁ from extruded maize grits. *J. Food Sci* 63(4): 696-698, 1998.
27. Castelo, M.M.; Sumner, S.S., and Bullerman, L.B. Occurrence of fumonisins in maize-based food products. *J. Food Prot.* 61(6): 704-707, 1998.
28. Castelo, M.M.; Jackson, L.S.; Hanna, M.A.; Reynolds, B.H.; Bullerman, L.B. Loss of fumonisin B₁ in extruded and baked maize –based foods with sugars. *Journal of Food Science* 66: 416-421, 2001.
29. Cavaliere, C.; Foglia, P.; Guarino, C.; Motto, M.; Nazzari, M.; Samperi, R.; Lagana, A.; Berardo, N.; Mycotoxins produced by Fusarium genus in maize: determination by screening and confirmatory methods based on liquid chromatography tandem mass spectrometry, *Food Chemistry* 105(2): 700-710, 2007.
30. Chulze S.; Etcheverry M.; Lecumberry S.; Magnoli C.; Dalcero A.; Ramírez M.L.; Pascale M.; Rodriguez M.I. Fumonisin production on irradiated maize kernels: effect of inoculum size. *Journal of Food Protection* 62: 814-817, 1999.
31. Chung, S. H.; Cho, T. Y.; Oh, K. S.; Kim, D. S., and Hong, M. K. Fumonisin contamination in maize and processed maize products commercialized in Korea. *Cereal Research Communications*, 36, Supplementum B : 353-355, 2008.
32. Clay K. Fungal Endophytes of Grasses. *Annual Review of Ecology and Systematics.* 21: 275-297, 1990.
33. Clements, M.J.; Campbell, K.W.; Pilcher, C.; Headrick, J.M.; Pataky, J.K.; White, D.G Influence of cry1Ab protein and hybrid genotype on fumonisin contamination and Fusarium ear rot of maize. *Crop Science* 43: 1283-1293, 2003.
34. Codex Alimentarius, Code of Practice for the prevention and reduction of mycotoxins contamination in cereals, including annexes on ochratoxin A, zearalenone, fumonisins and tricothecenes. CAC/ RCP51, pp. 1–8, 2003.
35. Dall'Asta, C., Galaverna G, Mangia M, Sforza S, Dossena A, Marchelli R. Free and bound fumonisins in gluten-free food products. *Mol Nutr Food Res.* 2009 Apr;53(4):492-9
36. Da Silva M., Garcia, G.T., Vizoni, E., Kawamura, O. Hirooka, E.Y. E., Ono, Y.S. Effect of the time interval from harvesting to the pre-drying step on natural fumonisin contamination in freshly harvested corn/maize from the State of Parana, Brazil, *Food Additives and Contaminants*, May 2008; 25(5): 642–649,
37. De Girolamo, A.; Solfrizzo, M.; Von Holst, C.; Visconti, A. Comparison of different extraction solvents and clean-up procedures for the determination of fumonisins in maize and maize-based food products. *Food Addit. Contam.*, 18, 59–67, 2001.
38. De Nijs, M; Sizoo, E.A.; Vermunt, A.E.M.; Notermans, S.H.W.; van Egmond, H.P. The occurrence of fumonisin B₁ in maize-containing foods in the Netherlands. *Food Addit. Contam.* 15(4): 385-388, 1998.
39. de Nijs, M., van Egmond, H.P., Nauta, M., Rombouts, F.M. & Notermans, S.H.W. (1998b) Assessment of human exposure to fumonisin B₁. *J. Food Prot.*, 61, 879–884.
40. Doko, M.B.; Visconti, A. Occurrence of fumonisins B₁ and B₂ in maize and maize-based human foodstuffs in Italy. *Food Addit. Contam.* 11: 433-439, 1994.

41. Dombrink-Kurtzman, M.A.; Dvorak, T.J. Barron ME, Roney LW. Effect of nixtamalization (alkaline cooking) on fumonisin-contaminated corn for production of masa and tortillas. *J. Agric. Food Chem.* 48: 5781-86, 2000.
42. Domijan, A.M., Peraica, M., Jurjevic, Z.E., Ivic, D., Cvjetkovic, B. Fumonisin B1, fumonisin B2, zearalenone and ochratoxin A contamination of corn/maize in Croatia., *Food Additives and Contaminants*, July 2005; 22(7): 677-680
43. Dowd, P.F. Insect management to facilitate preharvest mycotoxin management. *J. Toxicol. Toxin Rev.* 22, 327-350, 2003.
44. Dvorak NJ, Riley RT, Harris M, McGregor JA. Fumonisin mycotoxin contamination of corn-based foods consumed by potentially pregnant women in southern California. *J Reprod Med.* 53(9):672-6, 2008.
45. EC-Commission Regulation. Setting maximum levels for certain contaminants in foodstuffs. Official Journal of the European Commission. No. 1881/2006 of 19 December 2006.
46. EC-Commission Regulation. Setting maximum levels for certain contaminants in foodstuffs. Official Journal of the European Commission. No. 1126/2007.
47. FAO/WHO (2000) Position paper on fumonisins. Joint FAO/WHO Food Standards Programme, Codex Committee on Food Additives and Contaminants, Thirty-second Session, Beijing, 20-24 March 2000.
48. Fandohan, P.; Gnonlonfin, B.; Hell, K.; Marasas, W.F.O.; Wingfield, M.J. Natural occurrence of *Fusarium* and subsequent fumonisin contamination in preharvest and stored maize in Benin, West Africa, *International Journal of Food Microbiology* 99(2): 173-183, 2005.
49. Ferreira-Castro, F.L.; Aquino, S.; Greiner, R.; Ribeiro, D.H.B.; Reis, T.A.; Correa, B. Effects of gamma radiation on maize samples contaminated with *Fusarium verticillioides* *Applied Radiation and Isotopes* 65, 927-933, 2007.
50. Food and Drug Administration (FDA), Unpublished findings, 1999.
51. Frisvad JC, Smedsgaard J, Samson RA, Larsen TO, Thrane U. Fumonisin B2 production by *Aspergillus niger*. *J Agric Food Chem.* 2007 Nov 14;55(23):9727-32.
52. Ghali R, Ghorbel H, Hedilli A. Fumonisin determination in tunisian foods and feeds. ELISA and HPLC methods comparison. *J Agric Food Chem.* 2009 May 13;57(9):3955-60.
53. Gong HZ, Ji R, Li YX, Zhang HY, Li B, Zhao Y, Sun L, Yu F, Yang J. Occurrence of Fumonisin B(1) in Maize from the Main Maize-Producing Areas of China. *Mycopathologia.* 2009, 67(1):31-6.
54. Hamed K, Abbas, Richard D, Cartwrightb, Weiping Xiec, W, Thomas Shierd, Aflatoxin and fumonisin contamination of maize (*Zea mays*) hybrids in Arkansas, *Crop Protection.* 2006, 25: 1-9
55. Hasegawa, R. H.; Fonseca, H.; Fancelli, A. L.; Silva da V. N., Schammas E. A., Reis, T. A.; Correa, B.; Influence of macro- and micronutrient fertilization on fungal contamination and fumonisin production in maize grains. *Food Control* 19 (1):36-43, 2008.
56. Hlywka, J.J. and Bullerman, L.B. Occurrence of fumonisin B₁ and B₂ in beer. *Food Addit. Contam.* 16(8): 319-324, 1999.
57. Humphreys, S.H.; Carrington, C.; Bolger, P.M. A quantitative risk assessment for fumonisin B₁ and B₂ in US maize. *Food Addit. Contam.* 18(3):211 - 220, 2001.
58. International Agency for Research on Cancer (IARC) Some Traditional Herbal Medicines, Some Mycotoxins, Naphthalene and Styrene. IARC Monographs on the Evaluation of Carcinogenic Risks to Humans 82: 171-301, 2002.
59. Jackson, L.S.; Katta, S.K.; Fingerhut, D.D.; DeVries, J.W.; and Bullerman, L.B. Effects of baking and frying on the fumonisin B1 content of maize-based foods. *J. Agric Food Chem.* 45:4800-4805, 1997.
60. Jackson, L.; Jablonski, J. *Mycotoxins in food: detection and control.* Woodhead Publishing 367-405, 2004.
61. FAO/WHO. Safety evaluations on certain mycotoxins in food (Fifty-sixth meeting of the Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives). WHO Food Additive Series No. 47, and FAO Food and Nutrition Paper 74, 2001. Available at: <http://www.inchem.org/documents/jecfa/jecmono/v47je03.htm> (Accessed 15 January 2009).
62. Katta, S.K.; Cagampang, A.E.; Jackson, L.S. and Bullerman, L.B. Distribution of *Fusarium* molds and fumonisins in dry-milled maize fractions. *Cereal Chem.* 74(6): 858-863, 1997.
63. Katta, S.K.; Jackson, L.S.; Sumner, S.S.; Hanna, M.A.; Bullerman, L.B. Effect of temperature and screw speed on stability of fumonisin B1 in extrusion-cooked maize grits. *Cereal Chem.*, 76, 16-20, 1999.
64. Kim, E.K.; Scott, P.M.; Lau, B.P. Hidden fumonisin in maize flakes. *Food Addit. Contam.* 20, 161-169, 2003.
65. Kumar, V.; Basu, M.S.; Rajendran, T.P. Mycotoxin research and mycoflora in some commercially important agricultural commodities, *Crop Protection* 27(6): 891-905, 2008.

66. Leblanc, J. C.; Tard, A.; Volatier, J. L.; Verger P. Estimated dietary exposure to principal food mycotoxins from The First French Total Diet Study. *Food Additives & Contaminants: Part A* 22(7): 652- 672, 2005.
67. Li, F.Q.; Yoshizawa, T.; Kawamura, O.; Luo, X.Y, Li, Y.W., Aflatoxins and fumonisins in maize from the high incidence area for human hepatocellular carcinoma in Guangxi, China. *J.of Agric. And Food Chemistry*, 49, 4122-4126, 2001.
68. Liliana Silva a, Mónica Fernández-Franzón b*, Guillermina Font b, Angelina Pena a, Irene Silveira, Celeste Lino a, Jordi Mañes. Analysis of fumonisins in corn-based food by liquid chromatography with fluorescence and mass spectrometry detectors. *Food Chemistry* 112 (2009) 1031–1037.
69. Lu, Y.; Clifford, L.; Hauck, C.C.; Hendrich, S.; Osweiler, G.; Murphy, P.A. Characterization of fumonisin B1- glucose reaction kinetics and products. *J. Agric. Food Chem.* 50, 4726-4733, 2002.
70. Maenetje PW, Dutton MF. The incidence of fungi and mycotoxins in South African barley and barley products. *J Environ Sci Health B.* 2007 Feb;42(2):229-36.
71. Malone, B.M.; Richard, J.L.; Romer, T.; Johansson, A.S. and Whitaker, T. Fumonisin reduction in maize by cleaning during storage discharge. IN: *Proceedings of the 48th Australian Cereal Chemistry Conference*. L. O'Brian, A.B. Blakeney, A.S. Ross and C.W. Wrigley eds. Cairns, Australia, pp372-379, August 1998.
72. Magkos, F.; Arvaniti, F.; Zampelas, A. Organic Food: Buying More Safety or Just Peace of Mind? A Critical Review of the Literature. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 46:23–56,2006.
73. Månsson M, Klejnstrup ML, Phipps RK, Nielsen KF, Frisvad JC, Gotfredsen CH, Larsen TO. Isolation and NMR characterization of fumonisin B2 and a new fumonisin B6 from *Aspergillus niger*. *J Agric Food Chem.* 2010 Jan 27;58(2):949-53.
74. Maragos, C.M.; Jolley, R.D.; Plattner, M.S. Fluorescence Polarization as a Means for Determination of Fumonisins in Maize. *J. Agric. Food Chem.*, 49 (2), 596 -602, 2001.
75. Marasas, W.F.O. Fumonisins: history, world-wide occurrence and impact. IN: *Fumonisins in Food*. L.S. Jackson, J.W. DeVries, and L.B. Bullerman, eds. Plenum Press, New York , pp 1-18, 1996.
76. Marasas, W.F.O. Discovery and Occurrence of the Fumonisins: A Historical Perspective. *Environmental health perspectives supplements* 109(2): 239-243, 2001.
77. Marasas, W.F.; Riley, R.T.; Hendricks, K.A.; Stevens, V.L.; Sadler, T.W.; Gelineau-van Waes J.; Missmer, S.A.; Cabrera J.; Torres, O.; Gelderblom, W.C.; Allegood, J.; Martínez, C.; Maddox, J.; Miller, J.D.; Starr, L.; Sullards, M.C.; Roman, A.V.; Voss, K.A.; Wang, E.; Merrill, A.H. Jr. Fumonisins disrupt sphingolipid metabolism, folate transport, and neural tube development in embryo culture and in vivo: a potential risk factor for human neural tube defects among populations consuming fumonisin-contaminated maize. *J Nutr.* 2004 134(4):711-6, 2004.
78. Miller, J.D. Epidemiology of *Fusarium* ear diseases of cereals. IN: *Mycotoxins in Grain-Compounds Other Than Aflatoxin*. J.D. Miller and H.L.Trenholm eds. Eagan Press, St. Paul, MN, pp 19-36, 1994.
79. Miller, M.A.; Honstead, J.P., and Lovell, R.A. Regulatory aspects of fumonisins with respect to animal feed. IN: *Fumonisins in Food*. L.S. Jackson; J.W. DeVries and L.B. Bullerman eds. Plenum Press, New York, pp 363-368, 1996.
80. Miller, J.D. Factors affecting the occurrence of fumonisin in maize. Abstracts of Papers (p.21)-International Conference on the Toxicology of Fumonisin. June 28-30, Arlington, VA, 1999.
81. Missmer ,S.A.; Suarez, L.; Felkner, M.; Wang, E.; Merrill, A.H. Jr.; Rothman, K.J.; Hendricks, K.A. Exposure to fumonisins and the occurrence of neural tube defects along the Texas-Mexico border. *Environ Health Perspect.* 114(2):237-41, 2006.
82. Mogensen JM, Frisvad JC, Thrane U, Nielsen KF, Production of Fumonisin B2 and B4 by *Aspergillus niger* on grapes and raisins, *J Agric Food Chem*, 2010 Jan 27;58(2):954-8,
83. Munkvold, G.P.; Desjardins, A.E. Fumonisins in maize - Can we reduce their occurrence? *Plant Disease.* 81(6):556-565, 1997.
84. Nelson, P.E., Desjardins, A.E.; Plattner, R.D. Fumonisins, mycotoxins produced by *Fusarium* species: Biology, chemistry, and significance. *Annu. Rev. Phytopathol.* 31:233–252, 1993.
85. Noonim P, Mahakarnchanakul W, Nielsen KF, Frisvad JC, Samson RA. Fumonisin B2 production by *Aspergillus niger* in Thai coffee beans. *Food Addit Contam Part A Chem Anal Control Expo Risk Assess.* 2009 Jan;26(1):94-100.
86. NTP (National Toxicology Program). NTP Technical Report on the Toxicology and carcinogenesis studies of fumonisin B1 in F344/N rats and B6C3F1 mice (Feed Studies). NTP TR 496. NIH Publication No. 99-3955. U.S. Department of Health and Human Services, NIEHS, P.O. Box 12233, MD E1-02, Research Triangle, NC 27709, May 1999.
87. Park, D.L.; Lopez-Garcia, R.; Trujillo-Preciado, S.; and Price, R.L. Reduction of risks associated with fumonisin contamination in maize. IN: *Fumonisins in Food*. L.S.Jackson, J.W. DeVries and L.B.

- Bullerman eds. Plenum Press, New York, pp. 335-344, 1996.
88. Park, J.W.; Scott, P.M.; Lau, B.P.; Lewis, D.A.; Analysis of heat-processed maize foods for fumonisins and bound fumonisins. *Food Addit. Contam.* 21(12):1168-78, 2004.
 89. Park JW, Choi SY, Hwang HJ, Kim YB. Fungal mycoflora and mycotoxins in Korean polished rice destined for humans. *Int J Food Microbiol.* 2005 Sep 15;103(3):305-14.
 90. Petersen A., Thorup I. preliminary evaluation of fumonisins by the Nordic countries and occurrence of fumonisins (FB1 and FB2) in corn-based food on the danish market. *Food Addit. Contam.*, 18, 221-226, 2001.
 91. Plattner, R.D.; Weisleder, D.; Poling, S.M. Analytical determination of fumonisins and other metabolites produced by *Fusarium moniliforme* and related species on maize. *Adv. Exp. Med. Biol.*, 392, 57-64, 1996.
 92. Prelusky, D.B.; Trenholm, H.L.; Rotter, B.A.; Miller, J.D.; Savard, M.E.; Yeung, J.M.; and Scott, P.M. Biological fate of fumonisin B1 in food-producing animals. IN: *Fumonisin in Food*. L.S. Jackson, J.W. DeVries, and L.B. Bullerman, eds. Plenum Press, New York, pp 265-278, 1996.
 93. Qiu, M.; Liu, X.; Wang, Y.; Zhang, C. Survey on the fumonisins intake and the urinary Sa/So ratio of people suffered from a high incidence of esophageal cancer. *Wei Sheng Yan Jiu.* 30(6):365-7, 2001.
 94. Resnik, S.L. Food processing to reduce the entry of mycotoxins to the food and feed chains. Conference on "Advances in research on toxigenic fungi and mycotoxins in South America ensuring food and feed safety in a mycoglobe context" Carlos Paz, Cordoba, Argentina, March 2006.
 95. Rheeder, J.P.; Marasas, W. F.O.; Vismer, H.F. Production of fumonisin analogs by *Fusarium* species. *Appl. Environ. Microbiol.* 68: 2101-2105, 2002.
 96. Rocha LO, Nakai VK, Braghini R, Reis TA, Kobashigawa E, Corrêa B, Mycoflora and co-occurrence of fumonisins and aflatoxins in freshly harvested corn in different regions of Brazil, *Int J Mol Sci*, 2009 Nov 24;10(11):5090-103
 97. Ross, P.F.; Rice, L.G.; Osweiler, G.D.; Nelson, P.E.; Richard, J.L.; Wilson, T.M. A review and up-date of animal toxicoses associated with fumonisin-contaminated feeds and production of fumonisins by *Fusarium* isolates. *Mycopathologia* 117: 109-114, 1992.
 98. Scott, P.M.; Lawrence, G.A. Analysis of beer for fumonisins. *J. Food Prot.*, 58, 1379-1382, 1995.
 99. Seefelder, W.; Knecht, A.; Humpf, H.U. Bound fumonisin B1: analysis of fumonisin-B1 glyco and amino acid conjugates by liquid chromatography-electrospray ionization-tandem mass spectrometry. *J. Agric. Food Chem.* 51, 5567-73, 2003.
 100. Seyed Amir Ghiasian, Amir Hossein Maghsood, Hassan Yazdanpanah, Gordon S, Shephard, Liana Van Der Westhuizen, Hester F, Vismer, John P, Rheeder, And Walter F, O, Marasas, Incidence of *Fusarium verticillioides* and Levels of Fumonisin in Corn/maize from Main Production Areas in Iran, *J, Agric, Food Chem*, **2006**, 54, 6118-6122
 101. Shelby, R.A.; White, D.G.; Bauske, E.M. Differential fumonisin production in maize hybrids. *Plant Disease* 78: 582-584, 1994.
 102. Shephard, G.S. Chromatographic determination of fumonisin mycotoxins. *J. Chromatogr. A.* 815, 31-39, 1998.
 103. Shephard, G.S.; Van der Westhuizen, L.; Gatyeni, P.M.; Somdyala, N.I.M. ; Burger, H.M.; Marasas, W.F.O. Fumonisin Mycotoxins in Traditional Xhosa Maize Beer in South Africa. *J. Agric. Food Chem.*, 53, 9634-9637, 2005.
 104. Shephard, G.S.; Marasas, W. F. O.; Burger, H. M.; Somdyala, N. I. M.; Rheeder, J. P.; Van der Westhuizen, L.; Gatyeni, P.; Van Schalkwyk, D. J. Exposure assessment for fumonisins in the former transkei region of South Africa. *Food additives and contaminants: part A*, 24 (6) 621-629, 2007.
 105. Shetty, P.H.; Bhat, R.V. Physical method for segregation of fumonisin-contaminated maize. *Food Chem.*, 66, 371-374, 1999.
 106. Silva, L.; Fernández-Franzón, M.; Font, G.; Pena, A.; Silveira, I.; Lino, C.; Mañes, J. Analysis of fumonisins in corn-based food by liquid chromatography with fluorescence and mass spectrometry detectors. *Food Chemistry* 112, 1031-1037, 2009.
 107. Solfrizzo, M.; De Girolamo A.; Visconti, A. Determination of fumonisins B1 and B2 in maize flakes by high performance liquid chromatography and immunoaffinity clean-up. *Food Additives & Contaminants: Part A*, 18(3):227-235, 2001.
 108. Solfrizzo, M.; Chulze, S.N.; Mallmann, C.; Visconti, A.; De Girolamo, A.; Rojo, F.; Torres, A.; Comparison of urinary sphingolipids in human populations with high and low maize consumption as a possible biomarker of fumonisin dietary exposure. *Food Addit Contam.* 21(11):1090-5, 2004.
 109. Sun, G.; Wang, S.; Hu, X.; Su, J.; Huang, T.; Yu, J.; Tang, L.; Gao, W. and Wang, J.-S. Fumonisin B1 contamination of home-grown corn in high-risk areas for esophageal and liver cancer in China. *Food Addit. Contam.* 24(2): 181-185, 2007.

110. Sewram, V.; Mshicileli, N.; Shephard, G.S.; Vismer, H.F.; Rheeder, J.P.; Lee, Y.W.; Leslie, J.F.; Marasas, W.F.O. Production of fumonisin B and C analogs by several *Fusarium* species. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*. 53: 4861-4866, 2005
111. Sydenham, E.W.; Shephard, G.S.; Thiel, P.G.; Marasas, W.F.O.; Stockenstrom, S. Fumonisin contamination of commercial maize-based human foodstuffs. *J. Agric. Food Chem.* 39: 2014-2018, 1991.
112. Sydenham, E.W.; Marasas, W.F.O.; Shephard, G.S.; Thiel, P.G.; Hirooka, E.Y. Fumonisin concentrations in Brazilian feeds associated with field outbreaks of confirmed and suspected animal mycotoxicoses. *Journal of Agric. And Food Chemistry*, 40, 994-997, 1992.
113. Sydenham, E.W.; Shephard, G.S.; Thiel, P.G. Liquid chromatography determination of fumonisins B₁, B₂ and B₃ in foods and feeds. *J Assoc. Off. Anal. Chem.* 75: 313-318, 1992.
114. Sydenham, E.W.; Shephard, G.S.; Thiel, P.G.; Stockenström, S.; Snijman, P.W.; Van Schalkwyk, D.J. Liquid chromatographic determination of fumonisins B₁, B₂, and B₃ in maize: AOAC-IUPAC collaborative study. *J. AOAC Int.*, 79, 688-696, 1996.
115. Theumer, M. G.; López, A. G.; Maíz, D. T.; Chulze, S. N.; Rubinstein, H. R. Immunobiological effects of fumonisin B₁ in experimental subchronic mycotoxicoses in rats. *Clinical and Diagnostic Laboratory Immunology* 9(1):149-55, 2002.
116. Theumer, M. G.; López, A. G.; Maíz, D.T.; Chulze, S. N.; Rubinstein, H. R. Immunobiological effects of AFB₁ and AFB₁+FB₁ mixture in experimental subchronic mycotoxicoses in rats. *Toxicology* 15;186(1-2):159-70, 2003.
117. Theumer, M.G.; López, A.G.; Aoki, M. P.; Cánepa, M. C; Rubinstein, H. R. Subchronic mycotoxicoses in rats. Histopathological changes and modulation of the sphinganine to sphingosine (Sa/So) ratio imbalance induced by *Fusarium verticillioides* culture material, due to the coexistence of aflatoxin B₁ in the diet. *Food Chemical Toxicology*, 2008 46(3):967-77.
118. Thiel, P.G.; Marasas, W.F.O.; Sydenham, E.W.; Shephard, G.S.; Gelderblom, W.C.A. The implications of naturally occurring levels of fumonisins in maize for human and animal health. *Mycopathologia* 117: 3-9, 1992.
119. Torres OA, Palencia E, Lopez de Pratdesaba L, Grajeda R, Fuentes M, Speer MC, Merrill AH Jr, O'Donnell K, Bacon CW, Glenn AE, Riley RT. Estimated fumonisin exposure in Guatemala is greatest in consumers of lowland maize. *J Nutr.* 2007, 137(12):2723-9
120. USFDA. Fumonisin Levels in Human Foods and Animal Feeds. Guidance for Industry Final guidance. US Food and Drug Administration. Center for Food Safety and Applied Nutrition. November, 2001. Available at: <http://www.cfsan.fda.gov/~dms/fumongu2.html>
121. Visconti, A.; Solfrizzo, M.; Doko, M.B.; Boenke, A. ; Pascale, M. Stability of fumonisins at different storage periods and temperatures in gamma-irradiated maize. *Food Addit. Contam.* 13(8): 929- 938, 1996.
122. Voss, K.A.; Riley, R.T. Differential sensitivity of rat kidney and liver to fumonisin toxicity: organ-specific differences in toxin accumulation and sphingoid base metabolism. *Toxicol. Sci.* 92: 335-345, 2006.
123. Wang, J.; Zhou, Y.; Liu, W.; Zhu, X.; Du, L.; Wang, Q. Fumonisin level in corn-based food and feed from Linxian County, a high-risk area for esophageal cancer in China. *Food Chemistry* 106:241-246, 2008.a
124. Wang, J.; Zhou, Y.; Wang, Q. Analysis of mycotoxin fumonisins in corn products by high-performance liquid chromatography coupled with evaporative light scattering detection. *Food Chemistry* 107(2): 970-976, 2008.b
125. Warfield, C.Y. and Gilchrist, D.G. Influence of kernel age on fumonisin B₁ production in maize by *Fusarium moniliforme*. *Appl. Environ. Microbiol.* 65(7): 2853-2856, 1999.
126. Westhuizen, L; Shephard, G.S.; Scussel, V.M.; Costa, L.L.F.; Vismer, H.F.; Rheeder, J.P.; Marasas, W. F. O. Fumonisin Contamination and *Fusarium* Incidence in Corn from Santa Catarina, Brazil. *J. Agric. Food Chem.* 2003, 51, 5574-5578
127. Whitaker, T.B.; Trucksess, M.W.; Johansson, A.S.; Giesbrecht, F.G.; Hagler, W.M.; and Bowman, D.T. Variability associated with testing shelled maize for fumonisin. *J AOAC Intl.* 81(6): 1162-1168, 1998.
128. Whitaker, T.B.; Doko, M.B.; Maestroni, B.M.; Slate, A.B.; Ogunbanwo, B.F.; Evaluating the Performance of Sampling Plans to Detect Fumonisin B₁ in Maize Lots Marketed in Nigeria. *J AOAC Intl.* 90(4): 1050-1059, 2007.
129. World Health Organization (WHO), Food Safety Unit, Programme of Food Safety and Food Aid. GEMS/FOOD Regional Diets. Geneva: WHO, 1998.
130. WHO – World Health Organization. GEMS/Food Custers Diet (Global Environment Monitoring

- System/ Food Contamination Monitoring and Assessment Program). 2006. Available at <http://www.who.int/foodsafety/chem/gems/en/index1.html>
131. Yates, I.E., Widstrom, N.W., Bacon, C.W., Glenn, A., Hinton, D.M., Sparks, D., Jaworski, A.J. Field performance of maize grown from *Fusarium verticillioides*-inoculated seed. *Mycopathologia* 159: 65–73, 2005.
 132. Yates, I.E.; Sparks, D. *Fusarium verticillioides* dissemination among maize ears of field-grown plants. *Crop Protection Journal*. 27:606-613, 2008.
 133. Yazdanpanah, H.; Shephard, G. S.; Marasas, W. F. O.; van der Westhuizen, L.; Rahimian, H.; Safavi, S. N.; Eskandari S.; Ghiasian, S. A. Human Dietary Exposure to Fumonisin B1 from Iranian Maize Harvested During 1998–2000. *Mycopathologia*, 161(6): 395-401, 2006

PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE POUR LES FUMONISINES CONTENUES DANS LE MAÏS ET LES PRODUITS À BASE DE MAÏS

DÉFINITION

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

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

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

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

Prise d'essai – portion de l'échantillon de laboratoire 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 fumonisines aux fins de l'analyse chimique.

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

CONSIDÉRATIONS RELATIVES AUX MODÈLES DE PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE

1. Les statistiques en matière d'échantillonnage, figurant dans les équations 1 à 4, sont fondées sur la variabilité et la répartition des fumonisines dans les échantillons de laboratoire de maïs décortiqué (Whitaker et al, 1998; Whitaker et al, 2007). La taille des échantillons de laboratoire est exprimée en nombre de grains de maïs à des fins statistiques. Le nombre de grains de maïs décortiqué est supposé être de 3000 par kg. Le nombre de grains par kg permet de convertir la taille de l'échantillon de laboratoire du nombre de grains en poids et vice versa.
2. Les estimations de variabilité associées à l'échantillonnage, à la préparation des échantillons et à l'analyse, figurant dans les équations 1 à 4, et la distribution binomiale négative (Whitaker et al, 2007) permettent d'établir les courbes d'efficacité (OC) qui décrivent l'efficacité des plans d'échantillonnage proposés pour les fumonisines.
3. La variance analytique (équation 3) reflète la variabilité analytique dans un même laboratoire, qui est inférieure à la variabilité analytique entre différents laboratoires.
4. La question concernant la correction des résultats des tests analytiques pour la récupération n'est pas abordée dans la présente annexe. Cependant, la réglementation CE No 401/2006 (tableau 1) peut être utilisée en tant que norme possible pour plusieurs critères d'efficacité appliqués aux méthodes analytiques y compris les

recommandations sur la fourchette de taux de récupération acceptables.

5. Les niveaux maximaux devront être définis avant de prendre la décision finale concernant un modèle de plan d'échantillonnage.

PROCÉDURE D'ESSAI ET NIVEAUX MAXIMAUX POUR LES FUMONISINES

6. Un plan d'échantillonnage pour les fumonisines est défini par la procédure d'essai et le niveau maximal pour les fumonisines. Comme le niveau maximal pour les fumonisines n'a pas été défini par les membres du CCCF, les plans d'échantillonnage dans une fourchette de niveaux maximaux sont évalués dans la présente annexe.
7. Les niveaux maximaux pour les fumonisines dans le maïs décortiqué évalué dans la présente annexe sont de 1, 2, 5, et 10 mg/kg.
8. Le choix du nombre et de la taille des échantillons de laboratoire est un compromis entre la minimisation des risques (les faux positifs et les faux négatifs) et les coûts liés à l'échantillonnage et aux restrictions commerciales. Diverses tailles d'échantillons de laboratoire (1, 2, et 5 kg) sont évaluées quand 1 ou 2 échantillons de laboratoire sont utilisés pour accepter ou rejeter un lot.
9. Préparation de l'échantillon – broyage à sec à l'aide d'un broyeur approprié et une prise d'essai de 25 g.
10. Méthode analytique – axée sur l'efficacité (réglementation CE No 401/2006).
11. Règle de décision – Si le résultat de l'analyse de l'échantillon concernant les fumonisines est inférieur au niveau maximal établi, le lot est alors accepté.
12. Pour aider les pays membres à mettre en œuvre un plan d'échantillonnage, les méthodes de prélèvement des échantillons, les méthodes de préparation des échantillons et les méthodes analytiques nécessaires à quantifier les fumonisines dans les échantillons de laboratoire prélevés dans des lots de maïs décortiqué en vrac sont décrites dans les sections suivantes.

PRÉLÈVEMENT DES ÉCHANTILLONS

Matériau à échantillonner

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

Sélection des échantillons par la méthode progressive

17. Les procédures relatives à l'échantillonnage progressif dans un lot de maïs décortiqué sont extrêmement importantes. Chaque grain individuel dans le lot doit avoir une chance égale d'être prélevé. Les biais introduits dépendront des méthodes de sélection des échantillons si le matériel et les procédures utilisés pour sélectionner les échantillons progressifs entravent ou réduisent les chances qu'un grain dans un lot soit choisi.
18. Comme il n'y a aucun moyen de savoir si les grains de maïs contaminé sont uniformément répartis dans le lot,

il est essentiel que l'échantillon global soit l'accumulation de nombreux échantillons progressifs du produit prélevés dans des endroits différents de l'ensemble du lot. Si l'échantillon global est plus important que prévu, il faudra le mélanger et le subdiviser jusqu'à obtention de la taille désirée pour l'échantillon de laboratoire.

Nombre d'échantillons progressifs pour les lots de poids divers

19. Le nombre d'échantillons progressifs à prélever dans un lot (sous-lot) dépend du poids du lot et de la taille de l'échantillon global. Une fois que le nombre et la taille de l'(des) échantillon(s) de laboratoire ont été définis par le CCCF, des recommandations spécifiques pourront être formulées pour diverses tailles de lots.

Poids de l'échantillon progressif

20. Le poids minimum recommandé pour un échantillon progressif sera approximativement de 100 grammes pour les lots de 50 tonnes métriques (50,000 kg).

Lots statiques

21. 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. Prélever de façon purement aléatoire un échantillon dans un lot statique peut être difficile car tous les conteneurs du lot ou du sous-lot ne sont pas nécessairement accessibles.
22. Prélever un échantillon global dans un lot statique exige habituellement l'emploi de sondes pour collecter le produit dans le lot. Les sondes utilisées doivent être conçues en fonction du type de conteneur. La sonde 1) doit être assez longue pour atteindre tout les produits, 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 devra être un mélange de nombreux petits fragments de produit pris en différents points du lot.
23. 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 d'un paquet individuel (IP), comme suit:

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

24. 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

25. Il est plus facile d'obtenir des échantillons globaux représentatifs quand les échantillons progressifs sont prélevés dans un flot de maïs décortiqué quand le lot est transféré d'un endroit à un autre. Quand les échantillons sont prélevés dans le flot, prendre de petits échantillons progressifs de maïs décortiqué tout au 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.
26. 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 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 de maïs au point d'échantillonnage.
27. Les échantillonneurs transversaux doivent être installés de la manière suivante: (1) le plan d'ouverture du bec déflecteur doit être perpendiculaire à la direction du flot; (2) le bec déflecteur doit traverser la totalité de la section transversale du flot; et (3) l'ouverture du bec déflecteur doit être suffisamment large pour collecter tous les éléments intéressants du lot. En règle générale, la largeur de l'ouverture du bec déflecteur doit être d'environ deux ou trois fois les dimensions les plus grandes des éléments du lot.

28. La taille de l'échantillon global (S) en kg, prélevé dans un lot à l'aide d'un bec déflecteur est:

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

où D est la largeur de l'ouverture du bec 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).

29. Si le débit massique du flot, MR (kg/sec), est connu, 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

30. 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 dû au transport ou à l'entreposage. Toutes les précautions nécessaires devront être prises pour éviter tout changement dans la composition de l'échantillon de laboratoire qui pourrait survenir durant le transport ou l'entreposage. Les échantillons devront être entreposés dans un endroit frais et dans l'obscurité.

Plombage et étiquetage des échantillons

31. 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

32. 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.

Homogénéisation - Broyage

33. 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.

34. 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

35. Le poids recommandé de la prise d'essai prélevée dans un échantillon de laboratoire pulvérisé doit être d'environ 25 grammes.

36. 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.

37. 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.

MÉTHODES ANALYTIQUES

Généralités

38. Il conviendra d'utiliser une approche à base de critères, qui fixe une série de critères d'efficacité auxquels la méthode d'analyse utilisée doit être conforme. Cette approche à base de 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. Les critères d'efficacité établis pour les différentes méthodes devront inclure tous les paramètres à respecter par chaque laboratoire, 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 nécessaire 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 font régulièrement l'objet d'un suivi et d'une mise à jour en fonction des progrès technologiques.

Critères d'efficacité pour les méthodes d'analyse

39. Sur la base de la réglementation CE No 401/2006, une liste des critères possibles et des niveaux d'efficacité figure au tableau 1. A partir de cette approche, les laboratoires seront libres d'utiliser la méthode analytique la mieux adaptée à leurs installations.

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

Niveau (mg/kg)	RSDr (%)	Précision RSDR (%)	Récupération (%)
≤500	≤30	≤60	60 à 120
> 500	≤20	≤30	70 à 110

PROCÉDURE D'ESSAI ET NIVEAUX MAXIMAUX POUR LES FUMONISINES

40. Un plan d'échantillonnage pour les fumonisines est défini par la procédure d'essai et le niveau maximal pour les fumonisines. Comme le niveau maximal pour les fumonisines n'a pas été défini par les membres du CCCF, les plans d'échantillonnage relatifs à une fourchette de niveaux maximaux sont évalués dans la présente annexe.
41. Les niveaux maximaux pour les fumonisines dans le maïs décortiqué évalué dans la présente annexe sont de 1, 2, 5, et 10 mg/kg.
42. Le choix du nombre et de la taille des échantillons de laboratoire est un compromis entre la minimisation des risques (les faux positifs et les faux négatifs) et les coûts liés à l'échantillonnage et aux restrictions commerciales. Diverses tailles d'échantillons de laboratoire (1, 2, et 5 kg) sont évaluées quand 1 ou 2 échantillons de laboratoire sont utilisés pour accepter ou rejeter un lot.
43. Préparation de l'échantillon – broyage à sec à l'aide d'un broyeur approprié et une prise d'essai de 25 g.
44. Méthode analytique – axée sur l'efficacité (voir tableau 1).
45. Règle de décision – Si le résultat de l'analyse de l'échantillon concernant les fumonisines est inférieur au niveau maximal établi, le lot est alors accepté.

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

46. L'efficacité de plusieurs modèles de plans d'échantillonnage pour les fumonisines dans le maïs décortiqué évaluée à partir d'échantillons de laboratoire de 1, 2, et 5 kg et de niveaux maximaux de 1, 2, 5, et 10 mg/kg est présentée dans les figures 1 à 8 (voir le tableau 6 du document de travail sur les fumonisines de la 3^{ème} session du CCCF, point 9(a) de l'ordre du jour, CX/CF/09/3/09, février 2009 pour l'examen des niveaux). L'efficacité de chaque modèle de plan d'échantillonnage est illustrée par une courbe d'efficacité (OC). Chaque courbe a été élaborée sur la base des relations de variabilité pour l'échantillonnage, la préparation des échantillons, et l'analyse (équations 1, 2, 3, et 4) et la distribution binomiale négative (Whitaker et al., 1998 et Whitaker et al. 2007). La variance de l'échantillonnage (S^2_s) par rapport à la taille de l'échantillon en nombre (ns) de grains, la variance de la préparation des échantillons (S^2_{sp}) pour le broyeur Romer et la taille de la prise d'essai (nss) en g, et la variance analytique (S^2_a) pour LC pour un nombre d'aliquotes (na) est décrite dans les équations 1, 2, et 3, respectivement, en tant que fonction de la concentration C de fumonisines en

mg/kg.

Échantillonnage $S_s^2 = (3,300/ns) 0.033 C^{1.75}$ (1)

Préparation de l'échantillon $S_{sp}^2 = (25/nss) 0.033 C^{1.59}$ (2)

Analytique $S_a^2 = (1/na) 0.033 C^{1.44}$ (3)

Variance totale $S_t^2 = S_s^2 + S_{sp}^2 + S_a^2$ (4)

Effet produit par l'accroissement de la taille des échantillons de laboratoire

47. Les courbes d'efficacité qui décrivent l'efficacité du plan d'échantillonnage pour les fumonisines dans le maïs décortiqué sur la base des échantillons de laboratoire de 1, 2, et 5 kg et des niveaux maximaux 1, 2, 5, et 10 mg/kg sont reproduites dans les figures 1, 2, 3, et 4, respectivement. La courbe d'efficacité reflète l'incertitude associée à l'utilisation d'échantillons de laboratoire de 1, 2, et 5 kg, pulvérisés dans un broyeur Romer, d'une prise d'essai de 25 g, et de la quantification des fumonisines dans la prise d'essai par LC.

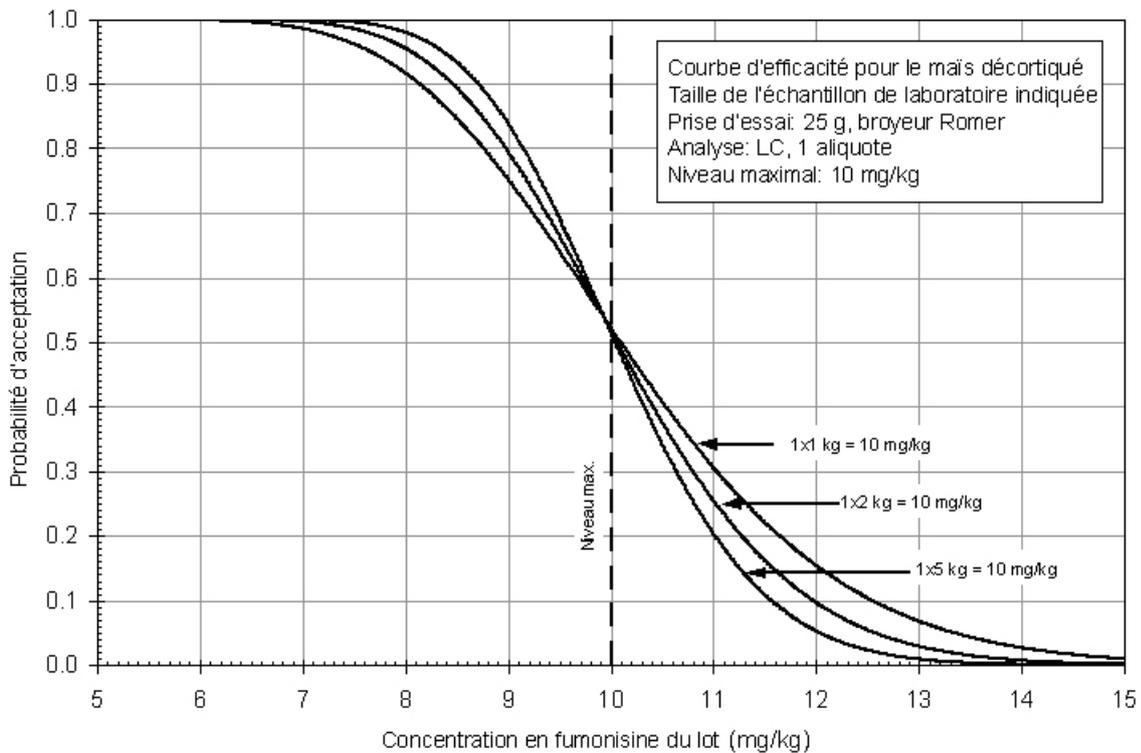


Figure 1. Courbe d'efficacité montrant l'efficacité des modèles de plan d'échantillonnage à partir d'échantillons de 1, 2, et 5 kg pour la détection des fumonisines dans des lots de maïs décortiqué pour un niveau maximal de 10 mg/kg.

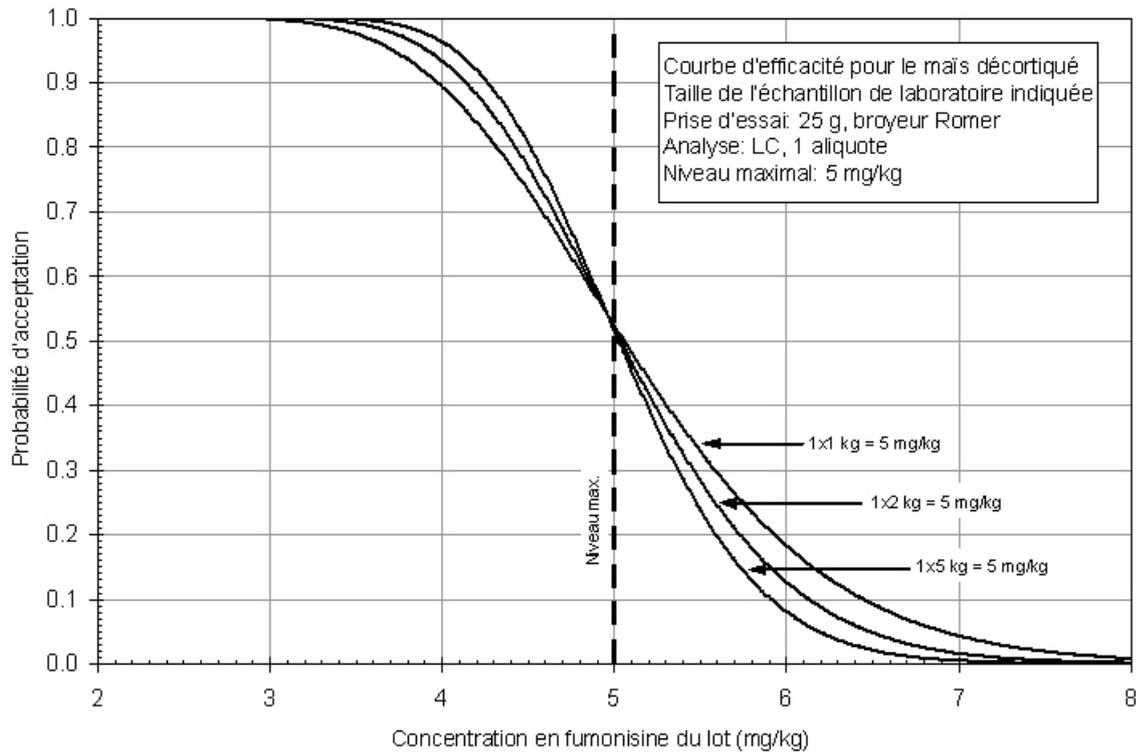


Figure 2. Courbe d'efficacité montrant l'efficacité des modèles de plan d'échantillonnage à partir d'échantillons de 1, 2, et 5 kg pour la détection des fumonisines dans des lots de maïs décortiqué pour un niveau maximal de 5 mg/kg.

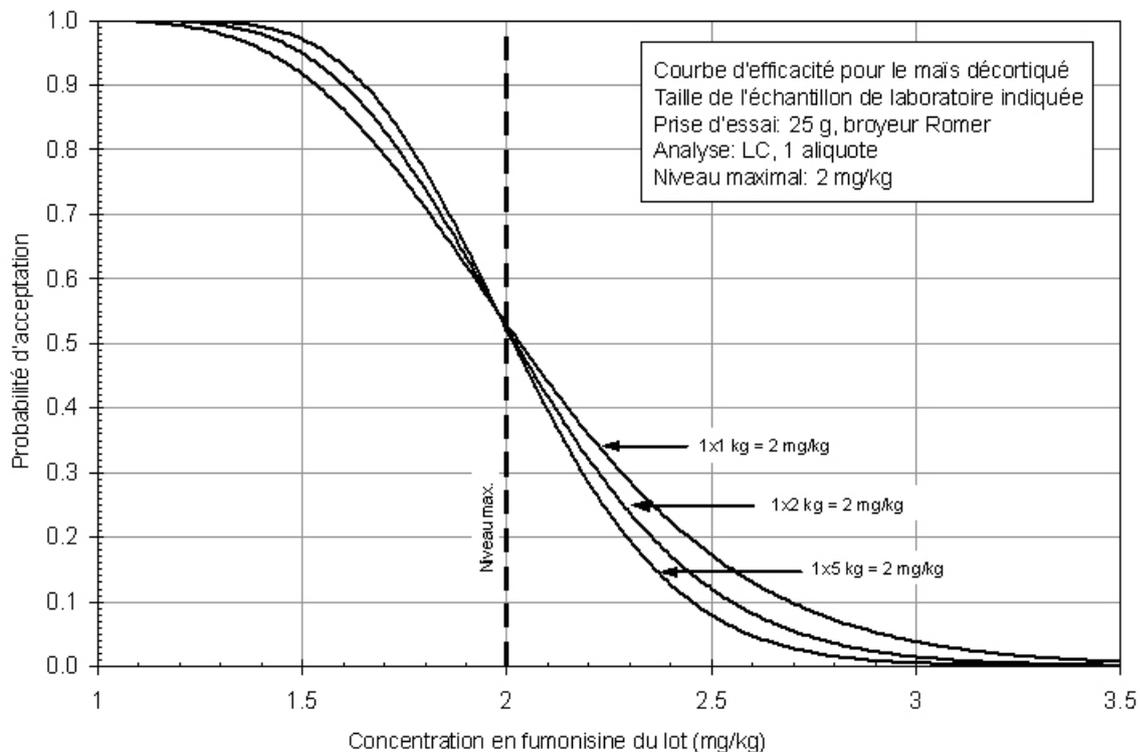


Figure 3. Courbe d'efficacité montrant l'efficacité des modèles de plan d'échantillonnage à partir d'échantillons de 1, 2, et 5 kg pour la détection des fumonisines dans des lots de maïs décortiqué pour un niveau maximal de 2 mg/kg.

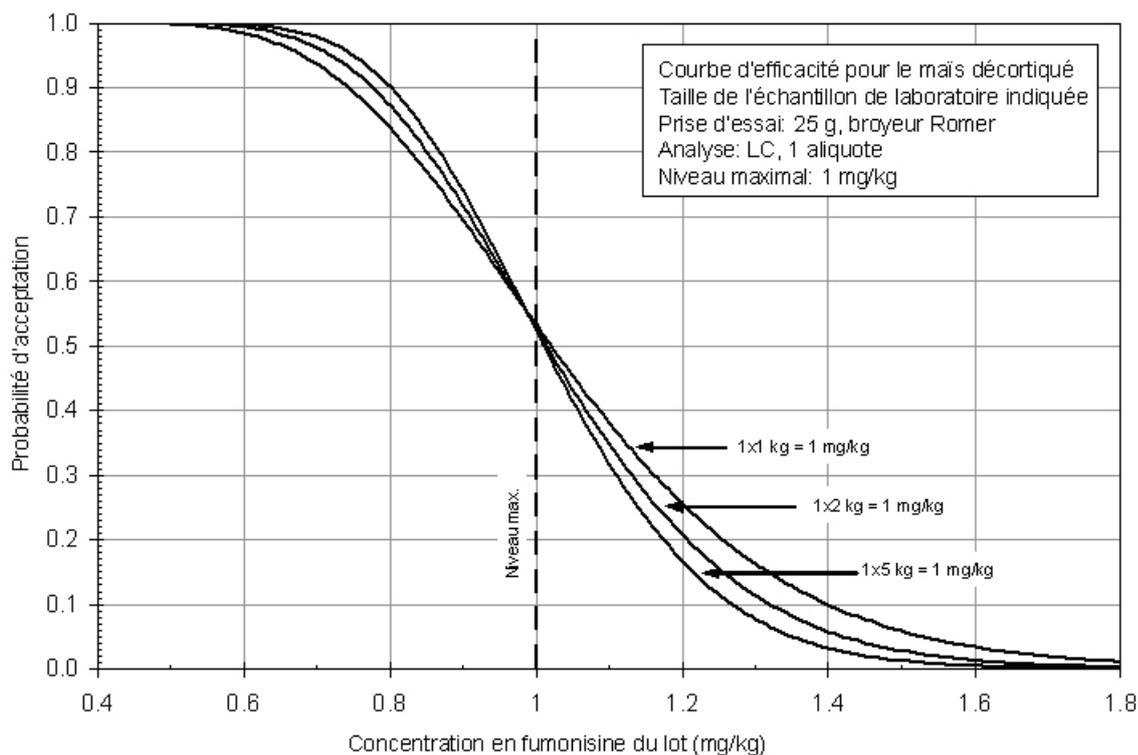


Figure 4. Courbe d'efficacité montrant l'efficacité des modèles de plan d'échantillonnage à partir d'échantillons de 1, 2, et 5 kg pour la détection des fumonisines dans des lots de maïs décortiqué pour un niveau maximal de 1 mg/kg.

48. Chaque plan d'échantillonnage dans les figures 1, 2, 3, et 4 montre l'effet produit par l'accroissement de la taille d'un échantillon de laboratoire unique sur les chances d'accepter ou de rejeter les lots sur une large fourchette de concentrations de fumonisines dans les lots. Pour chaque niveau maximal, quand la taille de l'échantillon augmente, les chances de rejeter des lots (chances de rejeter un lot = 1.0 – chances d'accepter un lot) de concentration inférieure au niveau maximal diminue (diminution des faux positifs) et les chances d'accepter des lots de concentration supérieure au niveau maximal diminue (diminution des faux négatifs). L'accroissement de la taille des échantillons produit l'effet désirable de réduire à la fois les faux positifs et les faux négatifs simultanément.

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

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

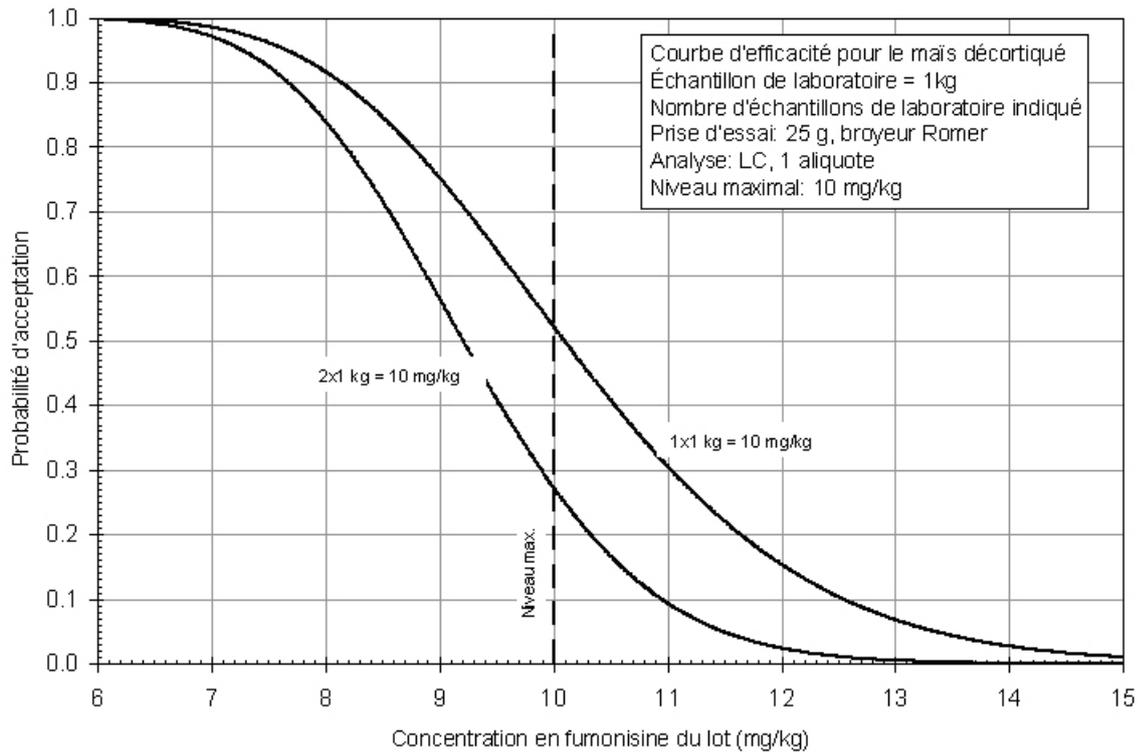


Figure 5. Courbe d'efficacité montrant l'efficacité des modèles de plan d'échantillonnage qui utilisent 1 ou 2 échantillons de 1.0 kg chacun pour la détection des fumonisines dans des lots de maïs décortiqué pour un niveau maximal de 10 mg/kg..

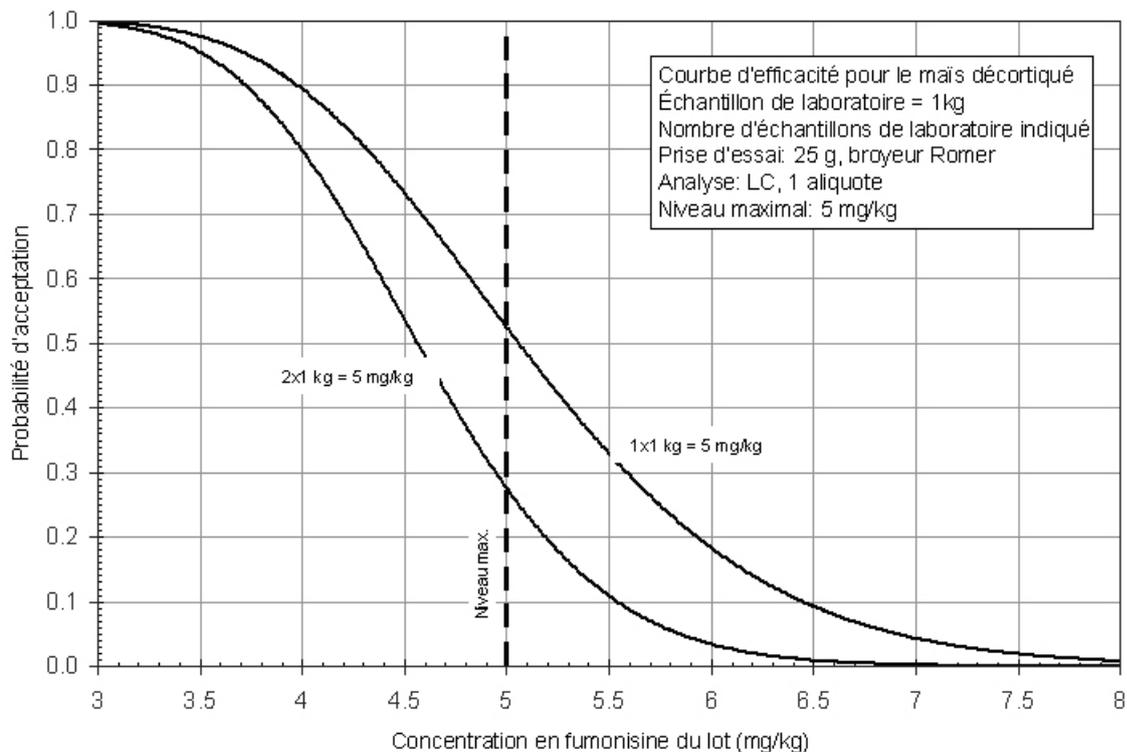


Figure 6. Courbe d'efficacité montrant l'efficacité des modèles de plan d'échantillonnage qui utilisent 1 ou 2 échantillons de 1.0 kg chacun pour la détection des fumonisines dans des lots de maïs décortiqué pour un niveau maximal de 5 mg/kg.

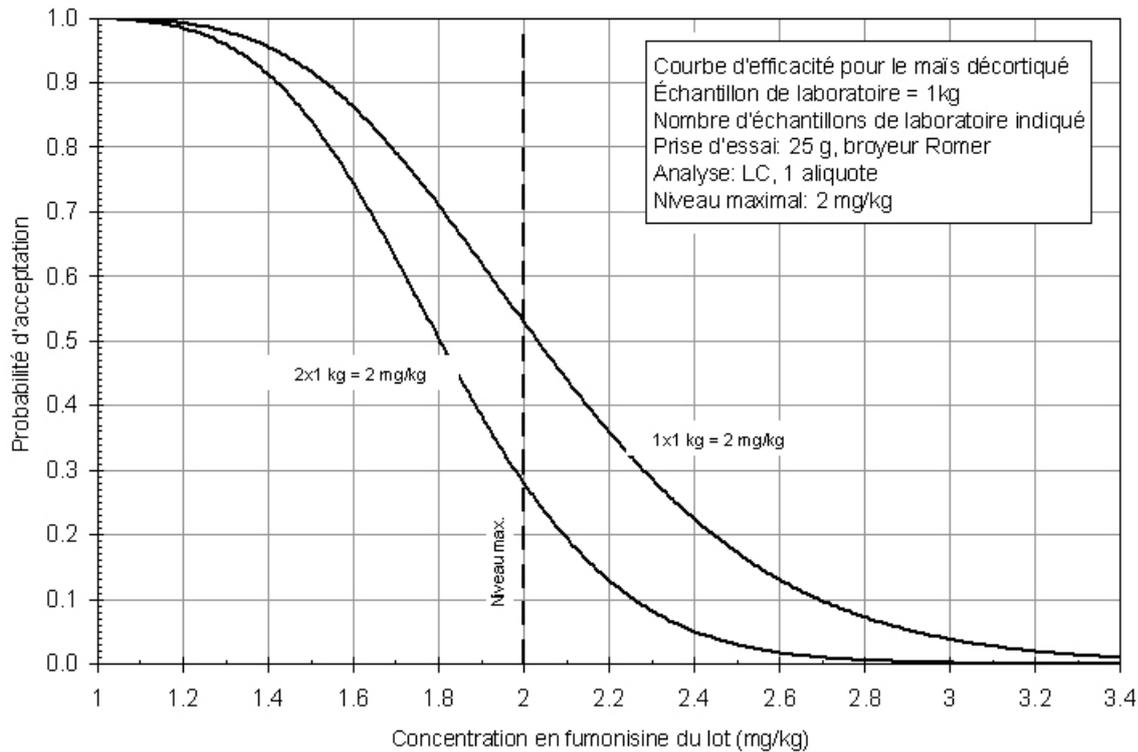


Figure 7. Courbe d'efficacité montrant l'efficacité des modèles de plan d'échantillonnage qui utilisent 1 ou 2 échantillons de 1.0 kg chacun pour la détection des fumonisines dans des lots de maïs décortiqué pour un niveau maximal de 2 mg/kg.

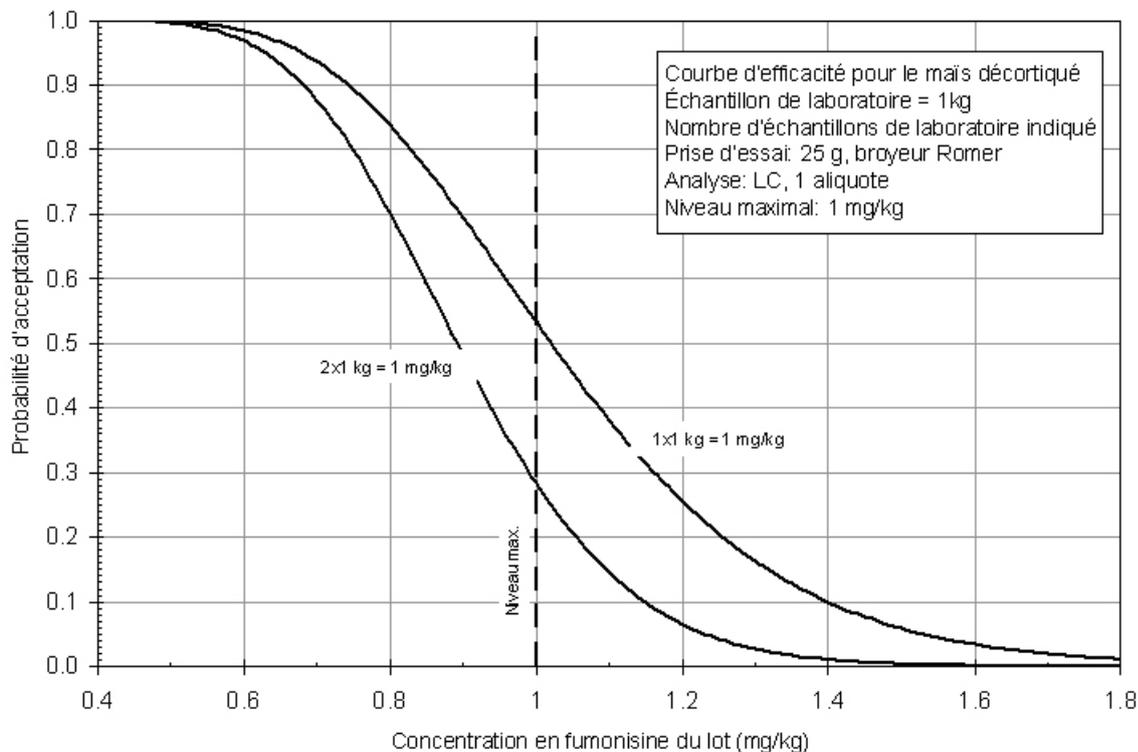
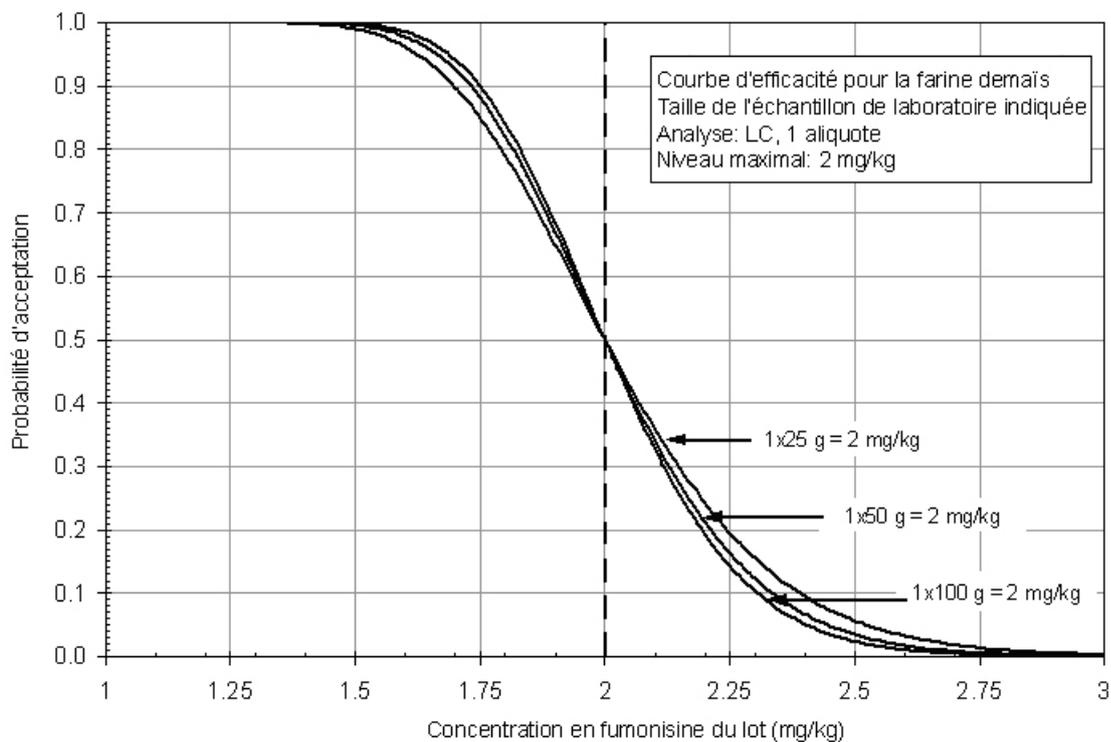
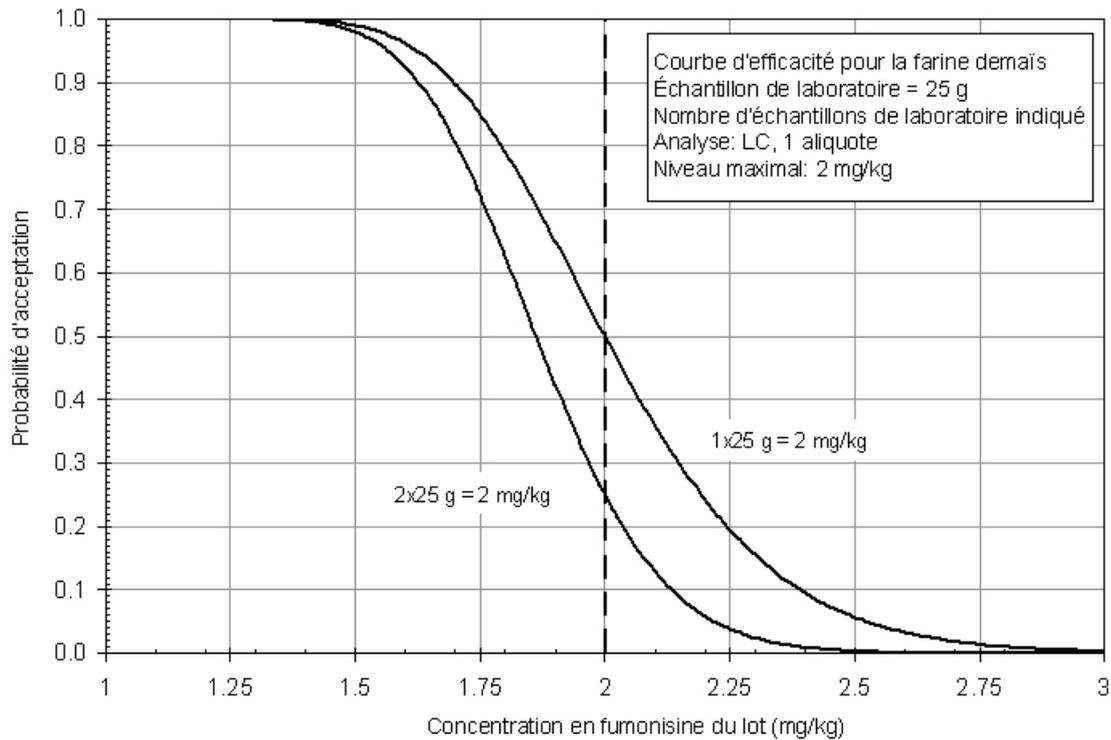


Figure 8. Courbe d'efficacité montrant l'efficacité des modèles de plan d'échantillonnage qui utilisent 1 ou 2 échantillons de 1.0 kg chacun pour la détection des fumonisines dans des lots de maïs décortiqué pour un niveau maximal de 1 mg/kg.

50. Les figures 5, 6, 7, et 8 montrent l'effet produit par l'accroissement du nombre des échantillons de laboratoire de concentration en fumonisines inférieure au niveau maximal sur les chances d'accepter ou de rejeter les lots sur une large fourchette de concentrations. Pour chaque niveau maximal, quand le nombre d'échantillons augmente de 1 à 2 échantillons (chaque échantillon = 1.0 kg), les chances de rejet des lots de concentration inférieure au niveau maximal augmente (augmentation des faux positifs) et les chances de rejet des lots de concentration inférieure au niveau maximal diminuent (diminution des faux négatifs). L'accroissement du nombre des échantillons testés par lot est une méthode efficace de réduire les chances de faux négatifs, mais le coût est élevé pour l'exportateur car elle augmente les chances de faux positifs.
51. Comme le montre les courbes d'efficacité dans les figures 1 à 8, l'interaction entre le niveau maximal, la taille de l'échantillon de laboratoire et le nombre d'échantillon de laboratoire peut être utilisée pour minimiser les chances d'accepter des lots contenant des fumonisines en concentration supérieure à un certain niveau. Par exemple, si le CCCF décide de ne pas vouloir plus de 10% des lots de concentration de 6 mg/g ou plus qui soient acceptés dans un plan d'échantillonnage, alors soit $1 \times 5 \text{ kg} \leq 5 \text{ mg/kg}$ (figure 2) ou $2 \times 1 \text{ kg} \leq 5 \text{ mg/kg}$ (figure 6) seront conformes à ce critère.

Échantillonnage du maïs décortiqué pulvérisé (farine de maïs) pour la détection des fumonisines





Les courbes d'efficacité relatives à l'échantillonnage du maïs décortiqué pulvérisé (farine de maïs) sur la base de tailles des échantillons et de méthodes analytiques données ont été calculées au moyen de la mesure de la variance par Whitaker et al, 1998. L'échantillonnage et les variances analytiques sont:

$$\text{Variance de l'échantillonnage} = (25/ns) 0.011 C^{1.59} \quad (1)$$

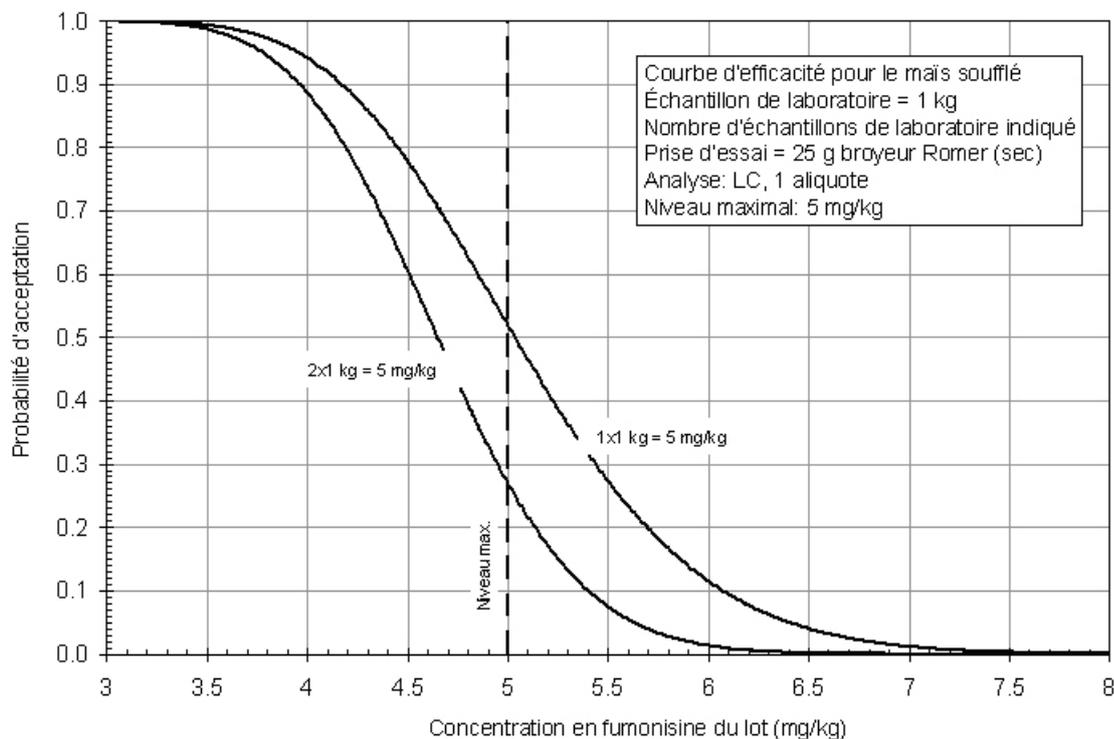
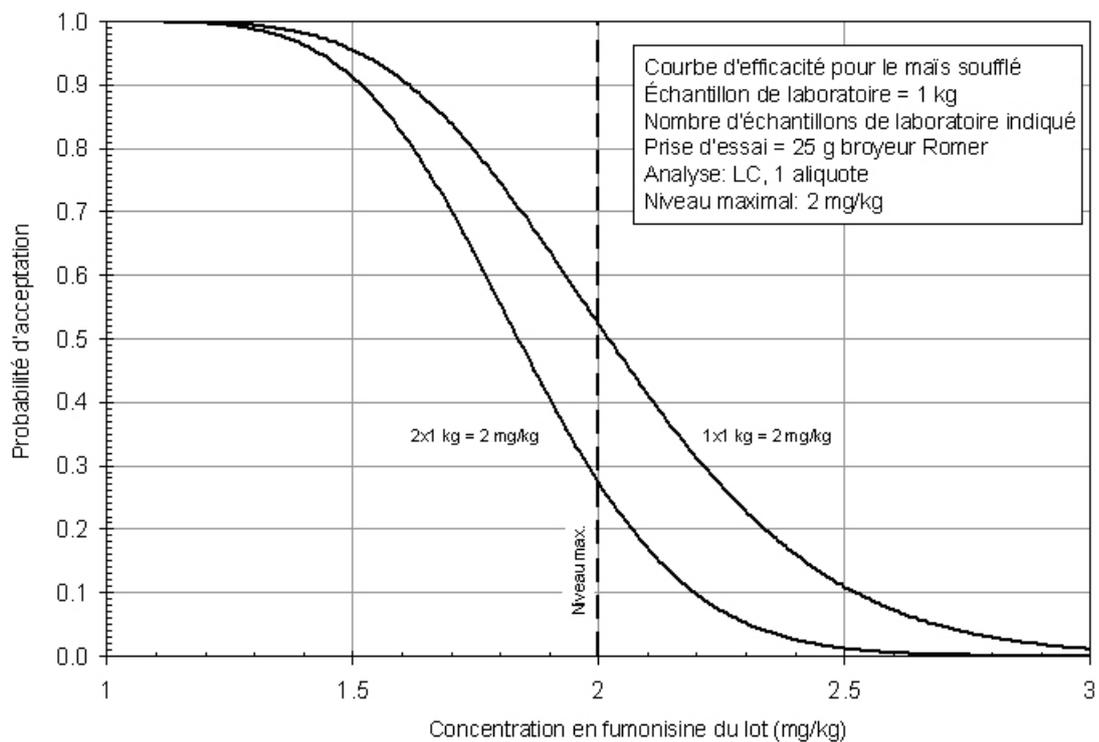
$$\text{Variance analytique} = (1/na) 0.014 C^{1.44} \quad (2)$$

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

La variance de l'échantillonnage (équation 1) reflète une répartition des particules conforme au maïs décortiqué au moyen du broyeur Romer.

La variance analytique (équation 2) reflète la quantification des fumonisines dans une aliquote unique déterminée par les méthodes CPL.

Échantillonnage du maïs soufflé pour la détection des fumonisines



Les courbes d'efficacité relatives à l'échantillonnage du maïs soufflé sur la base de tailles des échantillons, de préparation des échantillons et de méthodes analytiques données ont été calculées au moyen de la mesure de la variance par Whitaker et al, 1998. L'échantillonnage et les variances analytiques sont:

$$\text{Variance d'échantillonnage} = (3300/ns) 0.033 C^{1.75} \quad (1)$$

$$\text{Variance de la préparation. des échantillons} = (25/nss) 0.011 C^{1.59} \quad (2)$$

$$\text{Variance analytique} = (1/na) 0.014 C^{1.44} \quad (3)$$

La variance d'échantillonnage (équation 1) reflète un nombre de grains de 73 grains de maïs soufflé par 10 g. Ce nombre par gramme est la moyenne des nombres par gramme qui varient de 59 à 94 grains par 10 g (Université de l'état d'Iowa, <http://www.ag.iastate.edu/centers/cad/popcorn.html>). Le nombre de grains, ns, dans un échantillon de laboratoire de 1 kg est de 8030.

La variance de la préparation reflète la pulvérisation d'un échantillon de laboratoire à l'aide d'un broyeur Romer et la prise d'essai de 25 g prélevée dans un échantillon de laboratoire pour extraction par CPL.

La variance analytique (équation 2) reflète la quantification dans une aliquote unique par les méthodes CPL.