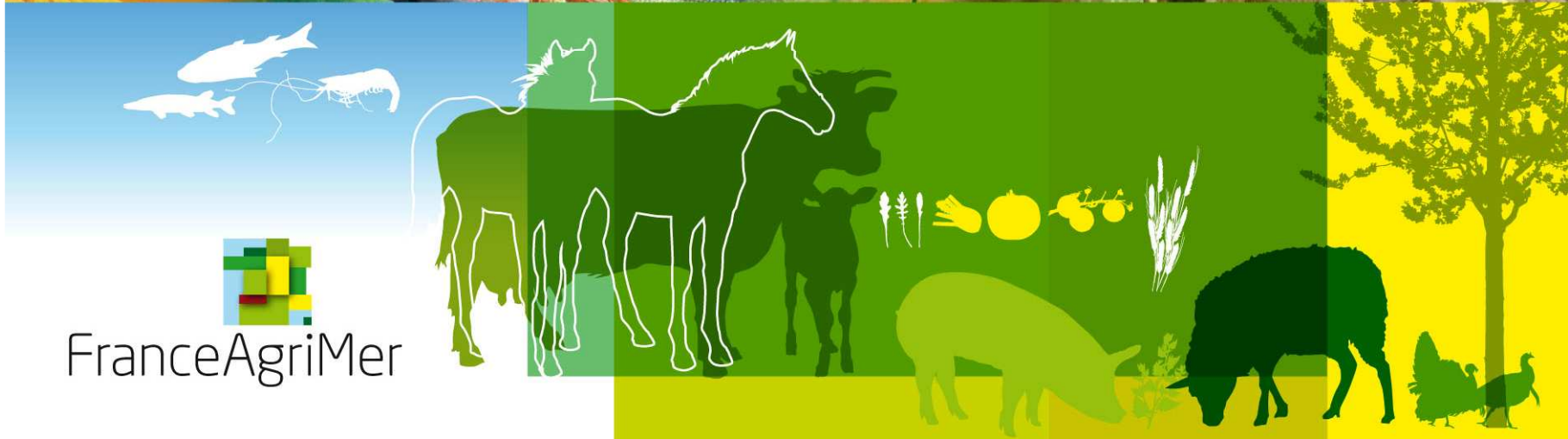


CÉRÉALES /
FRUITS ET LÉGUMES /
HORTICULTURE /
LAIT /
OLÉO-PROTÉAGINEUX /
PÊCHE ET AQUACULTURE /
PLANTES À PARFUM, AROMATIQUES ET MÉDICINALES /
SUCRE /
VIANDES BLANCHES /
VIANDES ROUGES /
VINS /

FranceAgriMer




FranceAgriMer

Echantillonnage des céréales pour le contrôle de leur teneur en mycotoxines



CONTRÔLE DES TENEURS EN MYCOTOXINES DES LOTS DE CÉRÉALES ET DE PRODUITS CÉRÉALIERS

Annexe I du règlement (CE) n°401/2006 modifié en dernier lieu par le
règlement (UE) n°519/2014

Partie B

**Partie L (*méthode d'échantillonnage des très grands lots ou des
lots stockés ou transportés de telle manière qu'il est impossible de
prélever des échantillons dans l'ensemble du lot*) + document
d'orientation de la Commission**

<http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/docs/guidance-sampling-final.pdf>

Les pratiques de l'échantillonnage

Tout travail d'analyse et toute interprétation des résultats s'avèrent inutiles si l'échantillon n'est pas représentatif du lot dont il est issu.

Un bon échantillon doit être :

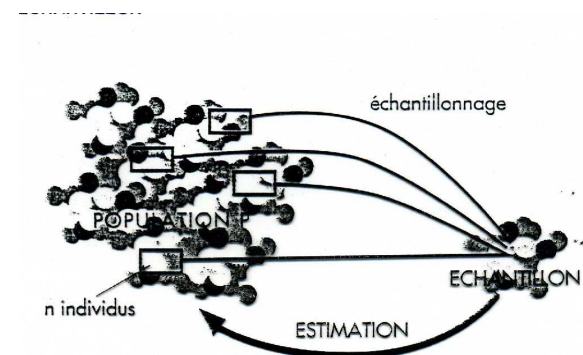
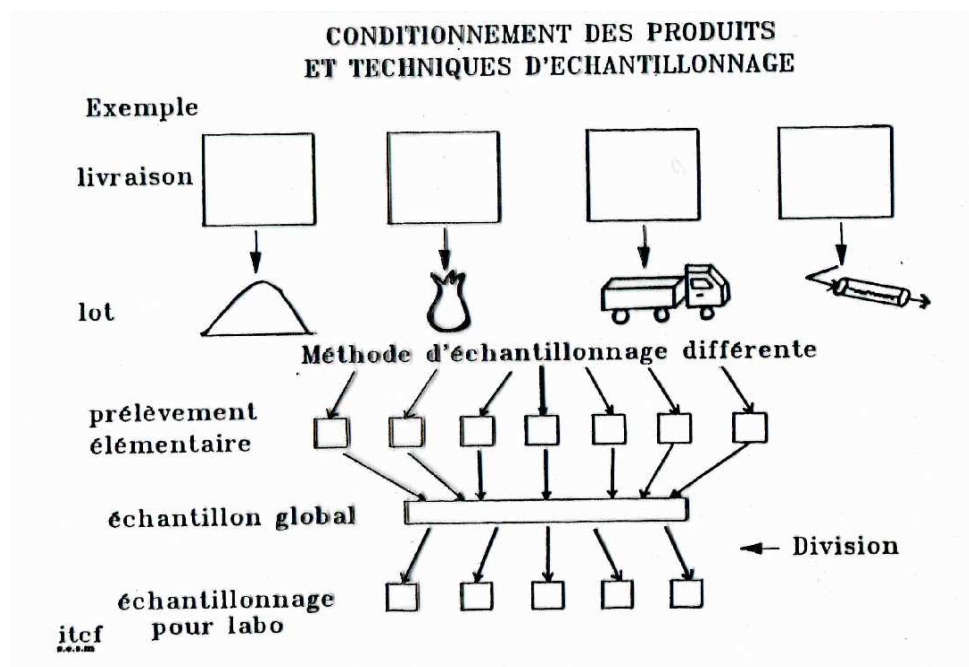
REPRESENTATIF DU LOT

La **REPRESENTATIVITE** existe lorsque le système de prélèvement utilisé donne une probabilité non nulle de prélever tous les éléments constitutifs d'un lot, sans apporter de modification de la structure des éléments.

⇒ prélever à travers la totalité de la hauteur du lot ou la totalité du flux de grain

Les pratiques de l'échantillonnage

Le plan d'échantillonnage



Le prélèvement

L'homogénéisation de l'échantillon global

La réduction de l'échantillon global

Les pratiques de l'échantillonnage

Grains , graines et produits de mouture

I - Grain statique : silos à plat ,Camions, bateaux, wagons

- prélèvement manuel
- prélèvement mécanique

II - Grain en mouvement

- prélèvement manuel
- prélèvement mécanique

Prélèvement dans un lot statique

avec sonde manuelle



Prélèvement dans un lot statique

Avec sonde par aspiration

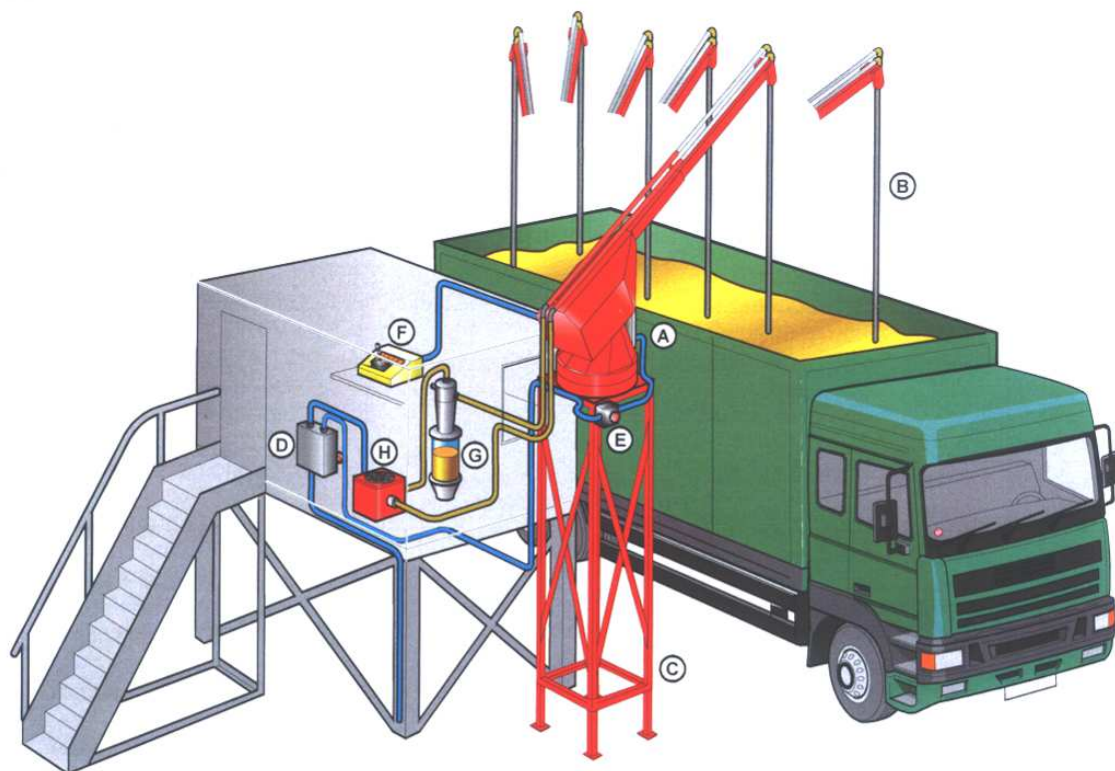


Prélèvement mécanique dans un lot statique



Prélèvement mécanique dans un lot statique

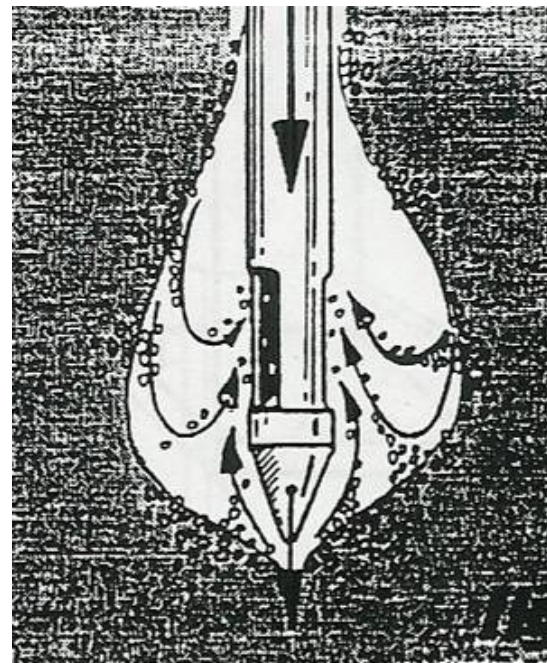
Les sondes doivent être conçues pour atteindre tous les points et
prélever sur toute l'épaisseur jusqu'au fond du chargement



Sondes par aspiration

Quelques types de sondes utilisant la technique de l'aspiration

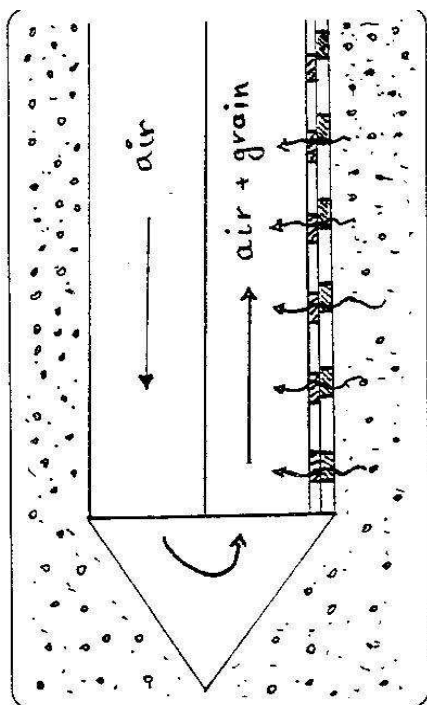
L'air prélève l'échantillon



Sondes Gravitaires

Le produit tombe de
lui-même dans la
sonde

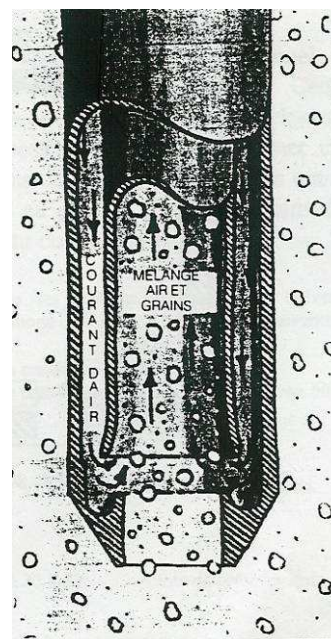
un flux d'air transporte
l'échantillon



Sondes utilisant le système par
gravitation



Sondes par carottage



PRELEVEMENT DANS UN LOT DYNAMIQUE

LE PRELEVEMENT MANUEL

Trop de facteurs non contrôlés
interviennent

Effets humains

Ségrégation des grains

Hygiène, sécurité



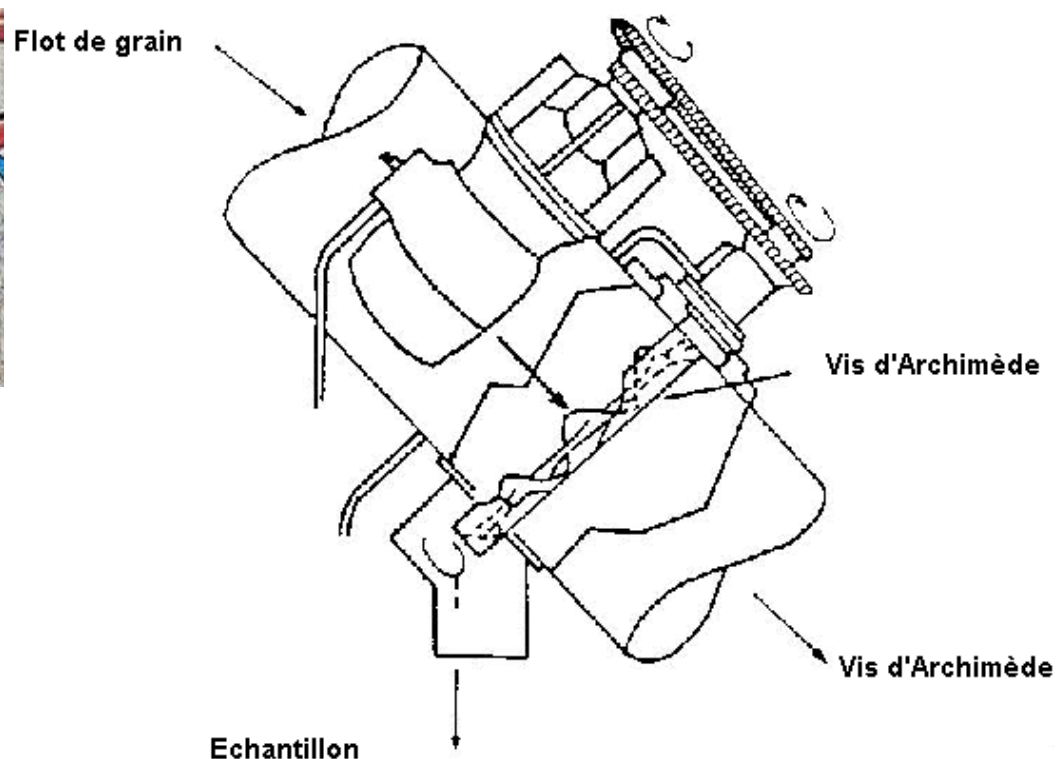
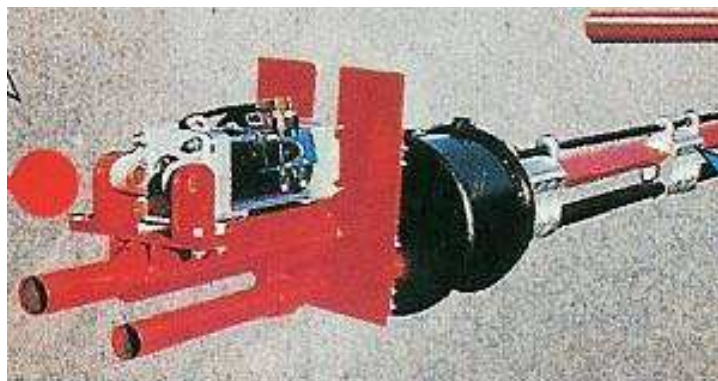
Prélèvement dans le flux du grain

LE PRELEVEMENT DANS UN LOT DYNAMIQUE

PRELEVEMENT MECANIQUE

Prélèvement sur une partie du flux

Préleveurs à tube perforé ou à vis

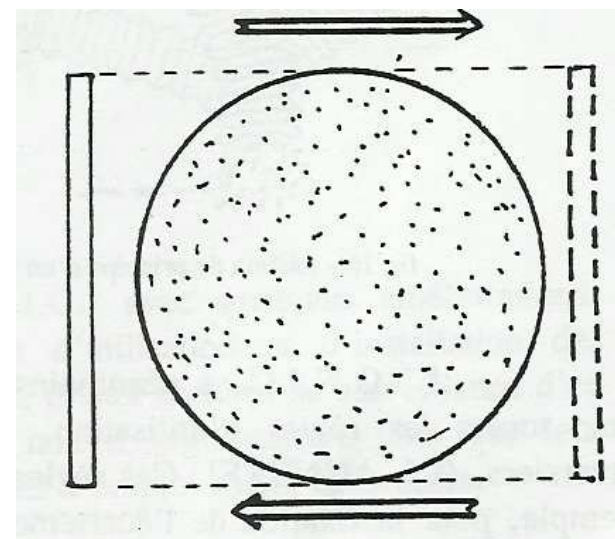
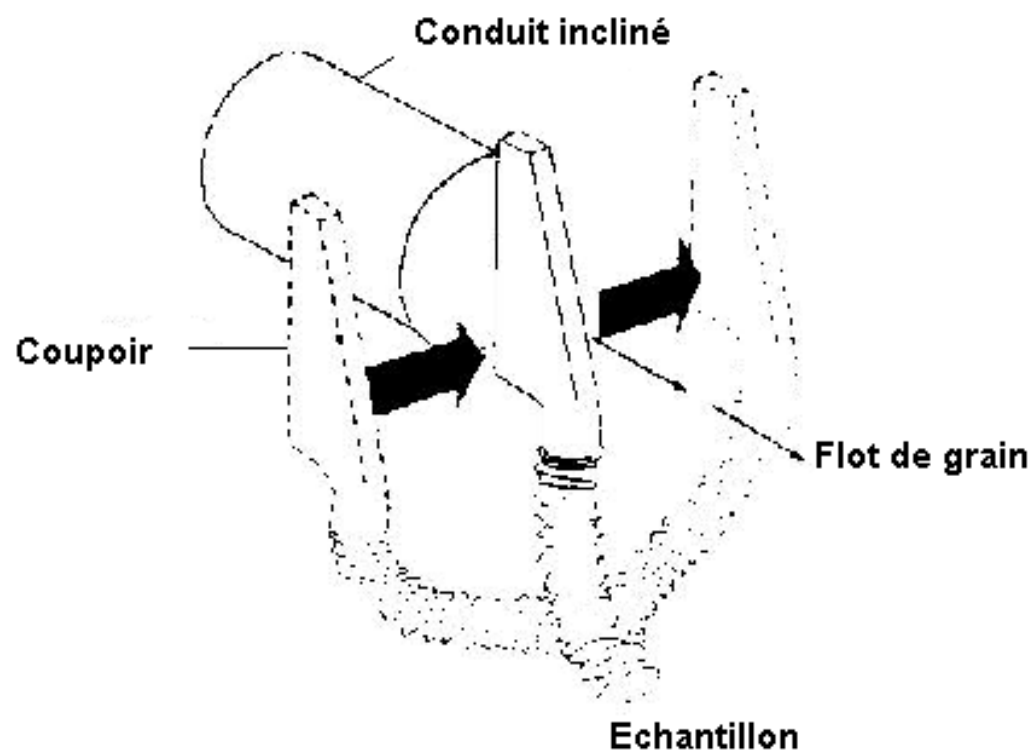


LE PRELEVEMENT DANS UN LOT DYNAMIQUE

PRELEVEMENT MECANIQUE

Prélèvement sur la totalité du flux

ECHANTILLONNEUR DE TYPE TRAVERSIER



CONTRÔLE DES TENEURS EN MYCOTOXINES DES LOTS DE CÉRÉALES ET DE PRODUITS CÉRÉALIERS

Annexe I du règlement (CE) n°401/2006 modifié en dernier lieu par le
règlement (UE) n°519/2014

Partie B

**Partie L (*méthode d'échantillonnage des très grands lots ou des
lots stockés ou transportés de telle manière qu'il est impossible de
prélever des échantillons dans l'ensemble du lot*) + document
d'orientation de la Commission**

<http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/contaminants/docs/guidance-sampling-final.pdf>

Annexe I du règlement (CE) n°401/2006 - Règles générales

Partie B : Mode de prélèvement d'échantillons pour les céréales et les produits céréaliers

Chaque sous lot doit être échantillonné séparément

Poids du prélèvement élémentaire : 100g

Nombre de prélèvements : 100- Cf tableau

Masse échantillon global : 10kg

subdivision des lots en sous lots en fonction du poids du lot

Poids du lot en T	Poids ou nombre de sous lots	Nbre de prélèvements élémentaires	Masse ech global en Kg
>300 et<1500	3 sous lots	100	10
>=50 et<=300	100T	100	10
<50		3-100	1 à 10

Annexe I du règlement (CE) n°401/2006 - Règles générales

Mode de prélèvement pour lots de moins de 50T

Nombre d'échantillons élémentaires à prélever en fonction du poids du lot

Poids du lot en T	Nbre de prélèvements élémentaires	poids échantillon global
$\leq 0,05$	3	1
$> 0,05 \leq 0,5$	5	1
$> 0,5 \leq 1$	10	1
$> 1 \leq 3$	20	2
$> 3 \leq 10$	40	4
$> 10 \leq 20$	60	6
$> 20 \leq 50$	100	10

Annexe I du règlement (CE) n°401/2006

Modifié par règlement 519/2014 :

Les règles d'échantillonnage prévues dans la **norme ISO 24333:2009** ou celles de l'Association du commerce des grains et aliments du bétail ("GAFTA 124"), appliquées par les exploitants du secteur alimentaire pour assurer le respect des dispositions légales,

➤équivalent aux règles d'échantillonnage énoncées dans la partie L.

➤équivalent aux règles d'échantillonnage énoncées dans la partie B.

Pour l'Echantillonnage en vue du contrôle des **toxines de fusarium**

Partie L : méthode d'échantillonnage des très grands lots ou des lots stockés ou transportés de telle manière qu'il est impossible de prélever des échantillons dans l'ensemble du lot

+ document d'orientation de la Commission

Domaine d'application

Ce document s'applique pour l'échantillonnage de lots >500T

Pour les lots <500T le règlement 401/2006 reste applicable.

Situations couvertes :

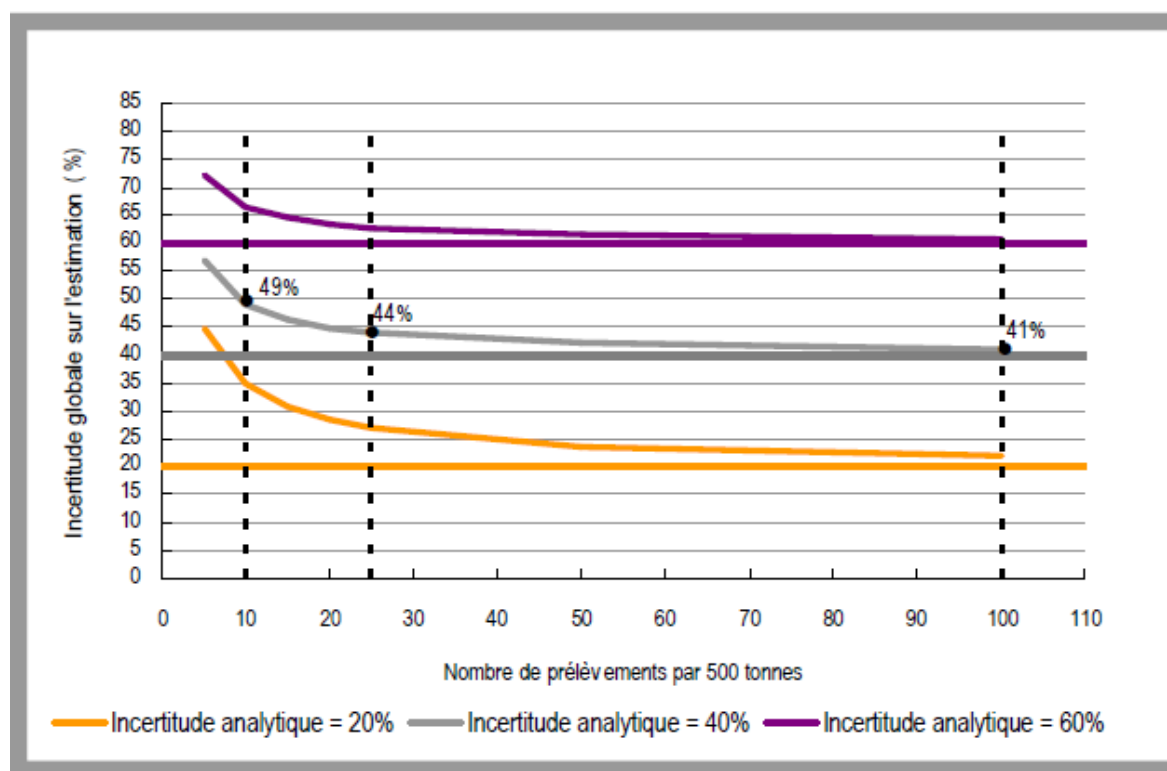
Prélèvement en dynamique ou statique dans le cas de bateaux, magasins à plat, silos, containers.

Annexe I du règlement (CE) n°401/2006

- Echantillonnage des céréales pour le contrôle des teneurs en fusariotoxines :
 - ➔ Application règlement 519/2014 ou norme ISO 24333
- Echantillonnage des céréales pour le contrôle des teneurs en toxines **autres que fusariotoxines** :
 - pour les lots <500T ➔ Application règlement 401/2006
 - pour les lots >500T ➔ Application règlement 519/2014 ou norme ISO 24333

Echantillonnage en vue d'analyse de contaminants

Des études expérimentales ont conduit à la construction d'un
Modèle d'aide à la décision – et à la rédaction de la norme 24333



Comparaison règlement / norme 24333

Prélèvement sur Grains et graines

	modalité réglementaire	ISO 24333
mouvement (par 500T)		
matériel prélèvement	pelle - main courante	pelle - main courante
nb prélèvements	100/500T	20 /500T
masse prélèvement élémentaire	100 g	environ 600g
masse ech global	10Kg	12 kg
masse mini ech labo	10Kg	10Kg
division		diviseur mécanique ou diviseur conique
Statique Camions ex 25T		
matériel prélèvement	sondes mécaniques ou sondes manuelles	sondes mécaniques ou sondes manuelles
nb prélèvements	100	8
masse prélèvement élémentaire	100 g en théorie	1000 à 2000g
masse ech global	10Kg	8 à 16 kg
masse mini ech labo	10Kg	10Kg
division	diviseur conique	diviseur conique
Silos à plat (pour lot>500T)		
matériel prélèvement	sondes aspiration ou sondes manuelles	sondes aspiration ou sondes manuelles
nb prélèvements	100+√tonnage	25 par lot de 1500T
masse prélèvement élémentaire	100 g	500g
masse ech global	10Kg	12,5
masse mini ech labo	10Kg	10Kg
division		diviseur conique

Norme NF EN ISO 24 333

Echantillonnage des grains en mouvement

Echantillonnage de grains en mouvement par des moyens mécaniques ou manuels

ISO 24333			
méthode	masse de prélèvement élémentaire	nombre minimal de prélèvements élémentaires	masse de l'échantillon pour labo (analyse contaminants)
échantillonnage mécanique	300 à 1900g	20 par lot ou sous lot de 500T 25 par sous lot de 1500T	pour Aflatoxines et ochratoxines : 10kg pour autres contaminants : 3kg
échantillonnage manuel	300 à 1900g	pour les contaminants 20 par lot ou sous lot de 500T 25 par sous lot de 1500T	

25 prélèvements par sous lot de 1500T

Norme NF EN ISO 24 333

Echantillonnage de grain en vrac statique

Echantillonnage de grains en vrac statique remorques, camions, navires,...

		ISO 24333	
taille du lot	masse de prélèvement élémentaire	nombre minimal de prélèvements élémentaires	masse de l'échantillon pour labo (analyse contaminants)
<15 t	400g à 3000 g	3 points d'échantillonnage	pour Aflatoxines et ochratoxines : 10kg
de 15 à 30t		8 points d'échantillonnage	pour autres contaminants : 3kg
de 30 à 45t		11 points d'échantillonnage	
de 45 à 100t		15 points d'échantillonnage	
100 à, 300t		18 points d'échantillonnage	
300 à 500t		20 points d'échantillonnage	pour résidus insecticides : 1kg
500à 1500t		25 points d'échantillonnage	
par sous lot de 1500t		25 points d'échantillonnage	

Annexe I au règlement 519/2014- Partie L -

Échantillonnage de gros lots en vue d'analyse de mycotoxines

Principes généraux

- Dans la mesure du possible faire échantillonnage sur **du grain en mouvement** au cours du chargement ou déchargement , rotation cellule - meilleure représentativité de l'échantillon
possibilité de prélèvement manuel
mécanique celui-ci peut éventuellement être automatique
- Faire échantillonnage sur la totalité du lot/ à travers la totalité du lot
- Possibilité de prélever sur une partie du lot, à condition que la partie échantillonnée représente **au moins 10% du lot.**
- **Nombre de prélèvements à effectuer sur très grands lots :**
100+ $\sqrt{\text{Tonnage}}$

Annexe I au règlement 519/2014- Partie L

- Échantillonnage de gros lots en vue d'analyse de mycotoxines

- Lots transportés par navire, barge,...

- 1 échantillon par cale

- Echantillonnage Dynamique

- Etre présent au démarrage de l'opération et au moins à chaque fois que le réceptacle doit être changé.

- Echantillonnage statique

- Lots entreposés dans des entrepôts ou silos

- Silos accessibles par le haut

- échantillonnage doit être effectué sur partie accessible du lot (**au moins 10%**) - prélèvement statique par le haut - nb de prélèvements fonction de la portion de lot échantillonnée.

- Silos inaccessibles : Echantillonnage Dynamique
spécificité pour lots < 100T (transfert 50 à 100kg)

Document guide sur échantillonnage applicable pour le contrôle des mycotoxines

Echantillonnage sur grain statique

➤ Utilisation de sondes de prélèvement

la longueur de la sonde doit être suffisante pour échantillonner une partie significative du lot.

Le nombre de prélèvements dépend du nombre d'ouvertures et de la hauteur de la sonde

➤ 1 prélèvement par 0.5 m

quelque soit le nombre d'ouvertures de la sonde.

Exemple une sonde de 2m avec 8 ouvertures $\Rightarrow$ 4 prélèvements par point d'échantillonnage

Avec une sonde par aspiration permettant de prélever sur une hauteur de 6m on considérera 12 prélèvements par point d'échantillonnage

Application annexe I règlement-Statique

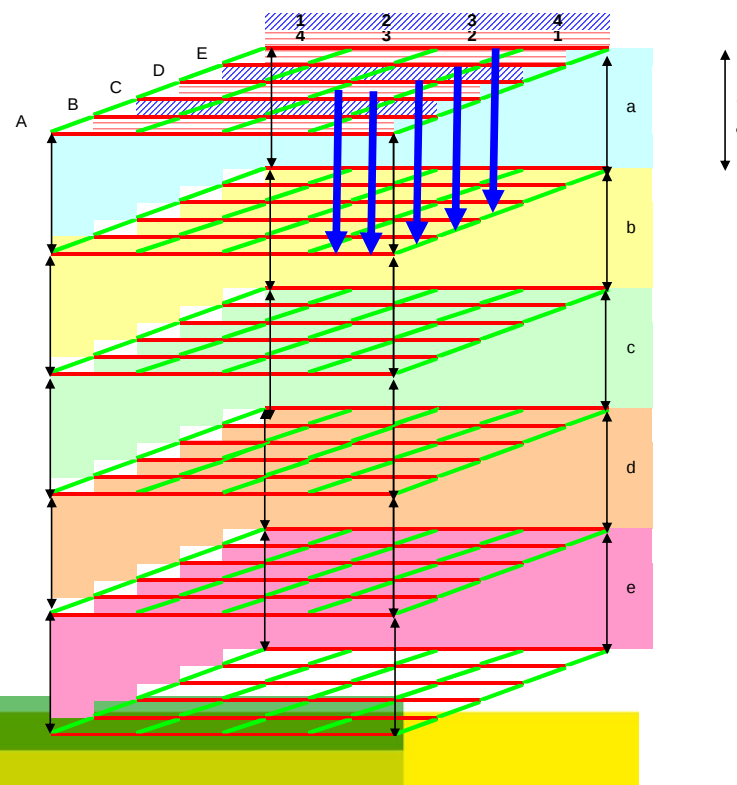
Echantillonnage sur grain statique

Exemple de prélèvement sur un magasin à plat avec sonde à 8 ouvertures, soit 4 prélèvements par point d'échantillonnage
Répartir les prélèvements à la surface du lot



La partie accessible correspond à 12x15x2m, soit 360m³ ou environ
280T $\Rightarrow$ application 401/2006
Il faut réaliser 100 prélèvements élémentaires, et donc prélever en 25 points

Application de la norme : 20 points



Application annexe I règlement-statique

Echantillonnage sur grain statique – application 519/2014

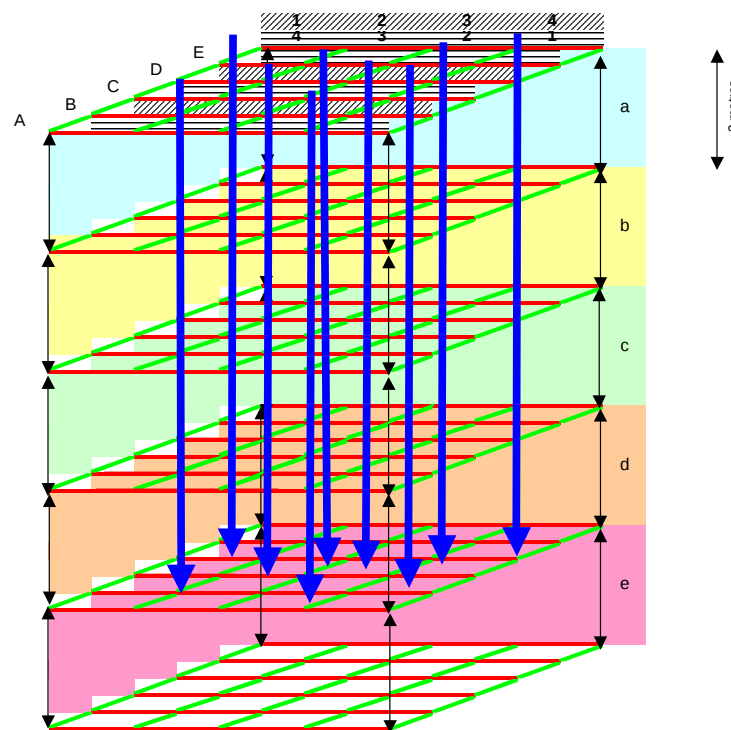
Sur le même silo si on utilise une sonde aspirateur permettant de prélever sur 8m, soit 16 prélèvements par points d'échantillonnage

La partie accessible correspond à 12x15x8 m, soit 1440 m³ ou environ 1125T

Il faut réaliser $100 + \sqrt{1125}$, soit 134 prélèvements

On réalisera des prélèvements en 9 points différents; ces points seront répartis à la surface du tas.

Application de la norme : 25 points



Application annexe I règlement-statique

Echantillonnage sur grain statique 30T – application 401/2006

Exemple d'échantillonnage sur un camion de 30 T avec sonde manuelle à 8 ouvertures , soit 4 prélèvements par point d'échantillonnage

Nombre de prélèvements à réaliser : 100 / *vs norme 8 pour les fusariotoxines*

Faire 25 points d'échantillonnage

Temps de prélèvement : 2h à 3h

Masse échantillon global: environ 25Kg

Impose homogénéisation et réduction pour obtention de l'échantillon pour analyse – durée de l'opération environ 1/2h

Si application de la norme s'assurer d'avoir une masse suffisante échantillon pour analyse

Application annexe I règlement- statique

Echantillonnage sur grain statique –30T application 401/2006

Exemple d'échantillonnage sur un camion de 30 T avec sonde mécanique , soit 3 prélèvements par point d'échantillonnage

Nombre de prélèvements à réaliser : 100 / *vs norme 8 pour les fusariotoxines*

Faire 34 points d'échantillonnage

Temps de prélèvement : 3h

Masse échantillon global: environ 35Kg à 55 kg

Impose homogénéisation et réduction pour obtention de l'échantillon pour analyse – durée de l'opération environ 1h

Si application de la norme s'assurer d'avoir une masse suffisante échantillon pour analyse

Application annexe I règlement-519/2014 grain en mouvement

Prélèvement Sur grain en mouvement- 3000T – application 519/2014

Sur grain en mouvement il est nécessaire de prendre en compte le débit pour définir le plan d'échantillonnage.

Exemple d'un lot de 3000T déchargé avec un débit de 250T/heure

La durée de déchargement sera de 12h

Nombre de prélèvements à réaliser : $100 + \sqrt{3000} = 155$

Si possibilité d'être présent pendant la durée du déchargement

⇒ faire un prélèvement toutes les 4 min30

Application annexe I règlement 519/2014

Grain en mouvement

Si possibilité d'être présent pendant 6 h , 1500T pourront être contrôlées.

Nombre de prélèvements à réaliser : $100 + \sqrt{1500} = 139$

⇒ faire un prélèvement toutes les 2 min30

Application théorique de la norme : 50 prélèvements sur les 3000 T, nécessite de rester sur place pendant 12H

⇒ *25 prélèvements sur 1500T, soit 1 prélèvement toutes les 14'30*

► **La pression d'échantillonnage n'est pas la même**

Application annexe I règlement

Si utilisation système de prélèvement mécanique s'assurer que le nombre de prélèvements élémentaires sera suffisant, par rapport aux exigences de la norme et pour obtenir la masse d'échantillon requise.

Le choix d'appliquer la norme ou le règlement peut dépendre des situations, de la taille du lot, de la facilité d'accès au lot, des moyens et du temps disponibles.

Rappel :

Echantillonnage des céréales pour le contrôle des teneurs en fusariotoxines :

→ Application règlement 519/2014 ou norme ISO 24333

■ Echantillonnage des céréales pour le contrôle des teneurs en toxines autres que fusariotoxines :

➤ pour les lots <500T → Application règlement 401/2006

➤ pour les lots >500T → Application règlement 519/2014
ou norme ISO 24333

Dans tous les cas il faut préciser le plan d'échantillonnage retenu :

- Type de produits
- Nature du chargement
- Technique d'échantillonnage (statique , dynamique),
 - Équipements utilisés : sondes manuelles, mécaniques ..
- Equipement de division
- Méthode de prélèvement – annexe Règlement 519/2014 ou norme
- Tonnage représenté par l'échantillon**
 - Et plus précisément :
 - Fréquence d'échantillonnage
 - Nombre et taille des prélèvements élémentaires
 - Nombre de points de prélèvement sur le lot
 - Taille de l'échantillon global

Application annexe I règlement

Compte tenu du nombre et de la masse des prélèvements élémentaires (de 600g à 2kg), la masse d'échantillon global est souvent importante .

Il est alors nécessaire d'homogénéiser l'échantillon global et de le réduire pour obtenir l'échantillon pour analyse ou l'échantillon de laboratoire.

MERCI DE VOTRE ATTENTION

