Liberté • Égalité • Fraternité
RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

MINISTERE DE L'AGRICULTURE,
DE L'ALIMENTATION, DE LA PECHE ET DES AFFAIRES RURALES

Direction Générale de l'alimentation **Sous-direction de la qualité et de la protection des végétaux** **Bureau de la biovigilance, des méthodes de lutte et de l'expérimentation** **Adresse :** 251, rue Vaugirard – 75732 Paris **Suivi par :** Nelly PONS-GROLLIER, Philippe REULET **Tél : 01 49 55 81 87, 05 56 00 42 45** **Fax : 01 49 55 59 49** Réf. interne : Réf. Classement	**Direction Générale de l'alimentation** **Sous-direction de la réglementation, de la recherche et de la coordination des contrôles** **Bureau de la réglementation alimentaire et des biotechnologies** **Adresse :** 251, rue Vaugirard – 75732 Paris **Suivi par :** Isabelle TAPIE **Tél : 01 49 55 50 07** **Fax :** Réf. interne : Réf. Classement : **: OTA 43**

NOTE DE SERVICE

DGAL/SDQPV/SDRRCC/N2003-8097

Date : 30 MAI 2003

Date de mise en application : immédiate
Annule et remplace : Partie B (Dispositions spécifiques) point 1 de la note de service DGAL/SDQPV/SDRRCC N2002-8093 du 14 juin 2002
Date limite de réponse : 1er mars 2004
Nombre d'annexes : 6

Objet : plan de surveillance de la contamination des céréales stockées en silos par les résidus de produits phytopharmaceutiques et par certaines mycotoxines

Bases juridiques : Code rural articles L.253.1 à L.254-2, Règlement CEE n°315/93, LMR citée dans les arrêtés résidus modifiés 09/02/89 (16/06/94, 08/11/96, 18/09/02, 02/04/02 et 21/01/03), règlement 466/2001, DGAL/SDQPV/SDRCC/N2003-8090 du 20 mai 2003

Résumé : La présente note regroupe les dispositions spécifiques relatives au plan de surveillance mises en oeuvre par la DGAl de la contamination de céréales stockées en silos par des résidus de pesticides et certaines mycotoxines.

MOTS-CLES : : plan de surveillance, pesticides, produits phytopharmaceutiques, phytosanitaires, mycotoxines, céréales, prélèvement, résultats d'analyse

Destinataires	
Pour exécution : DRAF/SRPV Alsace, Auvergne, Basse Normandie, Bourgogne, Bretagne, Centre, Champagne Ardennes, Haute Normandie, Ile de France, Languedoc Roussillon, Midi Pyrénées, Picardie, Poitou Charentes Laboratoires nationaux de la protection des végétaux, LDA 22, LDA 40, LARA	Pour information : - Préfets - DDAF – IGREF/PV

En 2001 et 2002, les plans de surveillance des résidus phytosanitaires et des contaminants sur céréales ont été effectués au cours de la saison culturale. Au cours de ces deux campagnes, aucun résidu de produit phytosanitaire recherché n'a été quantifié sur céréales. Afin de compléter la base de données, le plan de surveillance 2003 concerne les céréales stockées en silos, préalablement traitées par des produits phytosanitaires au cours de la saison culturale et pendant la période de stockage. Les analyses porteront sur les résidus de produits phytosanitaires appliqués pendant le stockage et sur les mycotoxines recherchées dans les plans de surveillance de 2001 et 2002.

Comme pour les campagnes précédentes, pour faciliter les prélèvements, les régions étudiées pour les mycotoxines sont identiques à celles du plan de surveillance relatif aux résidus de produits phytosanitaires sur les céréales à paille et maïs.

1. Couples analytes/ matrices et nombre de prélèvements par région :

Les mycotoxines recherchées, la répartition du nombre de prélèvements et d'analyses par culture et par région sont notées en annexes 1 et 2.

Les analytes recherchés concernant les produits phytosanitaires sont indiqués dans le tableau de l'annexe 1.

2. Mode opératoire des prélèvements :

2.1 Réalisation des prélèvements

Le prélèvement sera fait au moment d'une vidange d'un silo. A cet effet, l'agriculteur volontaire ou la coopérative ou le négociant devra contacter le service régional de la protection des végétaux concerné étant entendu que tout participant aura été préalablement identifié par le SRPV. Le plan de sécurité devra être fourni.

Les agents en charge du prélèvement devront porter des équipements de sécurité (gants, masque…). Les prélèvements pourront être faits à l'aide d'une pelle cylindrique inox d'un volume de 0,5 l (matériel disponible dans les catalogues de laboratoires). 10 à 20 prélèvements élémentaires environ seront réalisés et mis dans un sac pour homogénéisation. Les prélèvements se feront en discontinu à répartir pendant la phase d'écoulement du lot, les premiers et derniers grains issus de la vidange ne seront pas échantillonnés.

Pour le laboratoire, il sera effectué des sous-échantillons **de blé et d'orge** :

- un sous- échantillon de 1 kg destiné au laboratoire du LARA (analyses de résidus)
- un sous- échantillon de 1 kg destiné au LDA 22 (analyses mycotoxines)
- un sous- échantillon de 1 kg conservé au S.R.P.V. au frais en cas de problème.

Pour le laboratoire, il sera effectué des sous-échantillons **de maïs** :

- un sous-échantillon de 1 kg destiné au laboratoire du LARA (analyses de résidus)
- un sous-échantillon de 1 kg destiné au LDA 22 (analyses mycotoxines qui transmettra au LD 40)
- un sous-échantillon de 1 kg conservé au S.R.P.V. (congelé) en cas de problème
- un sous-échantillon de 200 g destiné au LNPV de Malzéville (analyses de mycoflore).

3. Conditionnement et conservation des prélèvements :

Pour les échantillons de maïs destinés au LNPV de Malzéville (de 200 g) avec analyse de la mycoflore : réaliser un double ensachage avec des sacs papiers neufs indéchirables. Ils seront également identifiés par un double étiquetage suivant la même nomenclature que pour les

échantillons destinés au dosage des mycotoxines. Ils seront conservés à température ambiante à l'abri de la lumière et dans un endroit sec avant un acheminement vers Malzéville.

Remarque : pour un même prélèvement dans un silo (le prélèvement est sous divisé en trois ou quatre échantillons pour les différents destinataires : laboratoires d'analyses et SRPV) utiliser la même codification.

Les échantillons de blé, d'orge et de maïs doivent être conservés à température ambiante, à l'abri de la lumière et dans un endroit sec si ce type de stockage ne dépasse pas 2 à 3 semaines après leur prélèvement du silo.
Si le délai de 3 semaines est dépassé, les grains devront être séchés en étuve pour diminuer la teneur en humidité (humidité < 13 %).

Les poids des échantillons seront mentionnés sur la **fiche de prélèvement des échantillons pour l'envoi au laboratoire** et sur l'étiquette (annexes 3, 4 et 5)

On réalise un **double ensachage** avec des sacs papier neufs.
On réalise un **double étiquetage** : une étiquette sur chaque sac identifiant ces échantillons (voir paragraphe 3.1 ci-dessous).

3.1. Identification des échantillons adressés aux laboratoires :

Les **3 échantillons de blé ou d'orge** ou les **4 échantillons de maïs** prélevés chez un même **agriculteur** et **1 fiche de prélèvement** auront la **même codification** (annexe 4)**.**

Identification
Référence du silo : ECMAXX1/03/ DDD /NNN
Numéro de l'échantillon : DDD /NNN

Avec : DDD = code région et NNN = numéro de prélèvement (incrémentation successive)

3.2. Modalités d'envoi des échantillons :

Les échantillons seront à température ambiante, à l'abri de la lumière dans un endroit sec et acheminés le plus rapidement possible aux laboratoires par transport ou par un envoi rapide par la poste (type chronopost).

Les échantillons de maïs destinés au LNPV de Malzéville (sacs papiers de 200 g) seront expédiés le plus rapidement possible vers Malzéville. Il est conseillé d'effectuer l'envoi du lundi au mercredi inclus et de tenir compte, le cas échéant des jours fériés (fiche de prélèvement annexe 5).

7 à 10 jours avant l'envoi des échantillons, les préleveurs avertiront les laboratoires concernées par fax, e-mail ou courrier.

4. Analyses :

Le tableau suivant donne la répartition des travaux d'analyse dans les laboratoires :

Trichothécènes A et B	LDA 22
Fumonisines B1 et B2, Ochratoxine A, Zéaralénone	LD 40
Mycoflore pour le maïs	LNPV Malzéville - Unité de mycologie agricole et forestière
Résidus de produits phytosanitaires	L.A.R.A.

Les adresses sont précisées en annexe 3 de la note de service générale DGAL/SDRRCC/SDQPV/N2003-8090 du 20 mai 2003.

Concernant le LNPV, suite à son déménagement, l'adresse indiquée sur l'annexe 3 de la note de service générale est erronée, les échantillons sont à envoyer à :

A l'attention de Monsieur Renaud IOOS
LNPV
Unité de Mycologie Agricole et Forestière
Domaine de Pixérécourt, F-54220 MALZEVILLE, FRANCE
tel 03 83 33 86 62
fax 03 83 33 86 52

Tous les **échantillons réalisés** pour **les analyses de mycotoxines** seront adressés au **LDA22** qui se chargera de leur préparation et de leur expédition vers le Laboratoire des Landes (LD 40).

5. Transmission, saisie et synthèse des résultats :

Vous voudrez bien tenir informés l'expert résidus (Philippe REULET, SRPV – Aquitaine) et Isabelle TAPIE (DGAl, SDRCC) des difficultés rencontrées dans l'application des dispositions de ces instructions. Leurs coordonnées se trouvent en annexe 2 de la note générale DGAL/SDRRCC/SDQPV/N2003-8090.

La date limite impérative du retour des résultats est fixée au 1er mars 2004.

6. Suites à donner

Les suites à donner pour le plan de surveillance 'résidus' et pour les 'mycotoxines' sont expliquées dans le paragraphe 7 de la note générale DGAL/SDRRCC/SDQPV/N2003-8090.

L'annexe 6 précise les limites maximales réglementaires ou recommandées applicables aux mycotoxines.

Je vous saurais gré de me faire part des difficultés que vous rencontrerez dans la mise en œuvre de cette note de service.

Le DIRECTEUR GENERAL DE l'ALIMENTATION

Thierry KLINGER

ANNEXE 1 :

Nombre de prélèvements et d'analyses au plan national

PLAN DE SURVEILLANCE MYCOTOXINES :

matri-ce	Nombre d'analyses à réaliser par analyte					Nombre de prélève-ments à réaliser	Nombre de régions	Observations
	Tricho. A et B	Ochra-toxine A (OTA)	Fumo. B1 B2	Zéara-lénone	Total			
Blé	135	65			200	135	12	La totalité des prélèvements de **blé** donnera lieu à la recherche conjointe de trichothécènes A et B, et la moitié à la recherche d'OTA. Le laboratoire constituera donc deux échantillons à partir d'un même prélèvement
Orge	135	65			200	135	13	La totalité des prélèvements d'**orge** donnera lieu à la recher-che conjointe de trichothécènes A et B et la moitié à la recherche d'OTA. Le laboratoire constituera deux échantillons à partir d'un même prélèvement
Maïs	85	45	85	85	300	85	7	la totalité des prélèvements de **maïs** sera l'objet de la recherche conjointe de 3 trichothécènes A et B, de fumonisines B1 et B2 et de zéaralénone. la moitié des prélèvements fera l'objet d'une recherche en OTA. Le laboratoire constituera 4 échantillons à partir d'un même prélèvement
Total	**355**	**175**	**85**	**85**	**700**	**355**		

PLAN DE SURVEILLANCE RESIDUS :

substances actives	matrice	nombre de régions	nombre total d'analyses	Observations
Dichlorvos, Deltamethrine, Pyrimiphos méthyl, Chlorpyriphos methy	Blé	13	100	Le nombre de prélèvements n'est pas fixé *a priori*. Il est à déterminer pour permettre de réaliser le nombre d'analyses indiqué dans ce tableau
	Orge	13	100	
	Maïs	7	100	
Total			**300**	

300 analyses de résidus de produits phytosanitaires sont programmées pour cette 3ème année d'étude. Le nombre de prélèvements est à ajuster en fonction du nombre d'analyses programmées sur l'ensemble des régions.

ANNEXE 2 : **Répartition des prélèvements plan mycotoxine et plan résidus pour par région**

BLE	**Nombre de prélèvements**	**Nombre d'analyses**		
Région	(Fixé pour l'étude mycotoxine)	**Résidus**	**Tricho-thécène A et B**	**Ochra-toxine A**
Alsace	5	3	5	2
Auvergne	6	3	6	3
Basse Normandie	8	6	8	4
Bourgogne	14	11	14	7
Bretagne	8	7	8	4
Centre	15	11	15	7
Champagne Ardennes	15	11	15	7
Haute Normandie	10	7	10	5
Ile de France	13	11	13	6
Languedoc Roussillon	4	5	4	2
Midi Pyrénées	12	7	12	6
Picardie	13	11	13	6
Poitou Charentes	12	8	12	6
TOTAL	**135**	**100**	**135**	**65**

ORGE	**Nombre de prélèvements**	**Nombre d'analyses**		
Région	(Fixé pour l'étude mycotoxine)	**Résidus**	**Tricho-thécène A et B**	**Ochra-toxine A**
Alsace	5	5	5	2
Auvergne	6	5	6	3
Basse Normandie	8	5	8	4
Bourgogne	14	11	14	7
Bretagne	8	5	8	4
Centre	15	11	15	7
Champagne Ardennes	15	11	15	7
Haute Normandie	10	6	10	5
Ile de France	13	9	13	6
Languedoc Roussillon	4	3	4	2
Midi Pyrénées	12	9	12	6
Picardie	13	11	13	6
Poitou Charentes	12	9	12	6
TOTAL	**135**	**100**	**135**	**65**

MAÏS	**Nombre de prélèvements**	**Nombre d'analyses**				
Région	(Fixé pour l'étude mycotoxine)	**Résidus**	**Tricho-thécène A et B**	**Zéara-lénone**	**Fumo-nisine B1-B2**	**Ochra-toxine A**
Alsace	13	16	13	13	13	7
Aquitaine	13	16	13	13	13	8
Bretagne	13	16	13	13	13	7
Centre	13	16	13	13	13	6
Languedoc Roussillon	7	4	7	7	7	5
Poitou Charentes	13	16	13	13	13	6
Midi Pyrénées	13	16	13	13	13	6
TOTAL	**85**	**100**	**85**	**85**	**85**	**45**

ANNEXE 3 :

FICHE DE PRELEVEMENT – PLAN RESIDUS PESTICIDES 2003

Référence silo :
ECMAXX1/03/ DDD /NNN

ADRESSE EXPEDITEUR
SRPV :

Référence échantillon :
RR / NNN

Laboratoire destinataire : LARA

Culture : Blé ☐ Orge ☐ Maïs ☐
(mettre une croix pour la culture)

Date de prélèvement :

Poids de l'échantillon : g

Date d'expédition :

Date de réception :

Réf. LARA:

Mode expédition :
Frais : ☐ Ambiant : ☐

SUBSTANCES ACTIVES A RECHERCHER						
	Blé	Date traitement	Orge	Date traitement	Maïs	Date traitement
Dichlorvos						
Deltaméthrine						
Pyrimiphos-méthyl						
Chlorpyriphos-méthyl						

Autres substances actives utilisées en cours de stockage :

ANNEXE 4 :

FICHE DE PRELEVEMENT – PLAN MYCOTOXINES 2003

BLE
Trichothécènes A et B
Ochratoxine A

ADRESSE EXPEDITEUR

SRPV :

Référence silo :
ECMAXX1/03/ - - - / - - -

TEL :

Référence échantillon :
- - / - - -

Laboratoire destinataire : LDA 22

Culture (blé, orge ou maïs) : BLE
Date de prélèvement :…….
Date d'expédition :……..

Poids de l'échantillon : ……g
Date de réception :……..

RECHERCHE DE MYCOTOXINE : **Trichothécènes A et B** ☐ **Ochratoxine A** ☐
(mettre une croix pour demande d'analyse)

RESULTATS TRICHOTHECENES

Laboratoire (signature du responsable, cachet)	LDA 22	
N° d'enregistrement au laboratoire		
Date d'analyse		
Méthode d'analyse	CPG	
	Limite de quantification	Résultat
Unité utilisée	µg/kg	µg/kg
Trichothécènes de type A		
Verrucarol	20	
Diacétoxyscirpenol (DAS)	20	
HT-2-toxin	20	
T2-toxin	20	
Trichothécènes de type B		
Deoxynivalenol (DON)	20	
Fusarenone X	20	
3-acetyldeoxynivalenol (3acDON)	20	
15-O-acetyl-4-deoxynivalenol	20	
Nivalenol	20	

RESULTATS OCHRATOXINE A

Laboratoire (signature du responsable, cachet)	LD 40	
N° d'enregistrement au laboratoire		
Date d'analyse		
Méthode d'analyse		
Unité utilisée	µg/kg	
Limite de quantification		
Résultat		

FICHE DE PRELEVEMENT – PLAN MYCOTOXINES 2003

ORGE
Trichothécènes A et B
Ochratoxine A

ADRESSE EXPEDITEUR

SRPV :

TEL :

Référence silo :
ECMAXX1/03/ - - - / - - -

Référence échantillon :
- - / - - -

Laboratoire destinataire : LDA 22

Culture (blé, orge ou maïs) : ORGE
Date de prélèvement :…….
Date d'expédition :…….

Poids de l'échantillon : ……g
Date de réception :…….

RECHERCHE DE MYCOTOXINES : **Trichothécènes A et B** ☐ **Ochratoxine A** ☐
(mettre une croix pour demande d'analyse)

RESULTATS TRICHOTHECENES

Laboratoire (signature du responsable, cachet)	LDA 22	
N° d'enregistrement au laboratoire		
Date d'analyse		
Méthode d'analyse	CPG	
	Limite de quantification	Résultat
Unité utilisée	µg/kg	µg/kg
Trichothécènes de type A		
Verrucarol	20	
Diacétoxyscirpenol (DAS)	20	
HT-2-toxin	20	
T2-toxin	20	
Trichothécènes de type B		
Deoxynivalenol (DON)	20	
Fusarenone X	20	
3-acetyldeoxynivalenol (3acDON)	20	
15-O-acetyl-4-deoxynivalenol	20	
Nivalenol	20	

RESULTATS OCHRATOXINE A

Laboratoire (signature du responsable, cachet)	LD 40	
N° d'enregistrement au laboratoire		
Date d'analyse		
Méthode d'analyse		
Unité utilisée	µg/kg	
Limite de quantification		
Résultat		

FICHE DE PRELEVEMENT – PLAN MYCOTOXINES 2003

MAÏS
Trichothécènes A et B
Ochratoxine A
Fumonisines B1 et B2
Zéaralénone

ADRESSE EXPEDITEUR

SRPV :

Référence silo :
ECMAXX1/03/ - - - / - - -

TEL :

Référence échantillon :
- - / - - -

Laboratoire destinataire : LDA 22

Culture (blé, orge ou maïs) : MAIS
Date de prélèvement : Poids de l'échantillon : g
Date d'expédition : Date de réception :

RECHERCHE DE MYCOTOXINES :
Trichothécènes A et B ☐ Ochratoxine A ☐ Fumonisines B1 et B2 ☐ Zéaralénone ☐
(mettre une croix pour demande d'analyse)

Attention : remplir le tableau d'après protocole et le tableau de l'annexe 2

RESULTATS TRICHOTHECENES

Laboratoire (signature du responsable, cachet)	LDA 22	
N° d'enregistrement au laboratoire		
Date d'analyse		
Méthode d'analyse	CPG	
	Limite de quantification	Résultat
Unité utilisée	µg/kg	µg/kg
Trichothécènes de type A		
Verrucarol	20	
Diacétoxyscirpenol (DAS)	20	
HT-2-toxin	20	
T2-toxin	20	
Trichothécènes de type B		
Deoxynivalenol (DON)	20	
Fusarenone X	20	
3-acetyldeoxynivalenol (3acDON)	20	
15-O-acetyl-4-deoxynivalenol	20	
Nivalenol	20	

Référence silo : ECMAXX1/03/ - - -/ - - -

RESULTATS Fumonisines B1 et B2

Laboratoire	LD 40	
N° d'enregistrement au laboratoire		
Date de l'analyse		
Méthode d'analyse		
	Limite de quantification	Résultat
Unité utilisée	µg/kg	µg/kg
Fumonisines		
Fumonisine B1		
Fumonisine B2		

RESULTATS Zéralénone

Laboratoire	LD 40	
N° d'enregistrement au laboratoire		
Date de l'analyse		
Méthode d'analyse		
	Limite de quantification	Résultat
Zéaralénone		

RESULTATS OCHRATOXINE A

Laboratoire	LD 40	
N° d'enregistrement au laboratoire		
Méthode d'analyse		
Unité utilisée	µg/kg	
Limite de quantification		
Résultat		

ANNEXE 5 :

FICHE DE PRELEVEMENT – PLAN MYCOFLORE MaïS 2003

ADRESSE EXPEDITEUR

SRPV :

TEL :

Référence silo :
ECMAXX1/03/ - - -/ - - -

Référence échantillon :
- - / - - -

Laboratoire destinataire : LNPV Malzéville

Culture : maïs
Date de prélèvement : Poids de l'échantillon : g

Date d'expédition : Date de réception :

RECHERCHE DE MYCOFLORE

ANNEXE 6 : **Valeurs de référence applicables aux mycotoxines**

Famille de substances	Substances	Origine de la valeur de référence	Matrice	Seuil d'enquête	Seuil de retrait
mycotoxines	ochratoxine A	R n°(en cours de publication)	Céréales brutes (y compris le riz et le sarrasin)	5 µg/kg	5 µg/kg
mycotoxines	ochratoxine A	R n°(en cours de publication)	Produits dérivés de céréales	3 µg/kg	3µg/kg
mycotoxines	DON	Recommandation de la Commission européenne (en cours de publication)	Céréales brutes et farine utilisée comme matière première	750 µg/kg	
mycotoxines	DON	Recommandation de la Commission européenne (en cours de publication)	Produits céréaliers consommés en l'état et autres produits à base de céréales au stade du commerce de détail	500 µg/kg	
mycotoxines	Fumonisine B1	Proposée par la DGAL sur proposition CSHPF	céréales	1000 µg/kg	
mycotoxines	Zéaralénone	Proposée par la DGAL sur proposition CSHPF	céréales	50 µg/kg	