Liberté • Égalité • Fraternité
RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

MINISTERE DE L'AGRICULTURE
ET DE LA PECHE

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, Florence GERAULT, Hélène BONNEFOY** **tél. : 01 49 55 81 87, 02 41 72 32 34 et 31** **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 : 01 49 55 59 49** **Réf. interne :** **Réf. Classement**
NOTE DE SERVICE **DGAL/SDQPV/SDRRCC/N2005-8190** **Date: 25 juillet 2005**	

Date de mise en application : immédiate

Annule et remplace : la note de service DGAL/SDQPV/SDRRCC N2004-8195 du 2 août 2004
Nombre d'annexe: 0
En complément à la note de service DGAL/SDQPV/SDRCC/N2005-8067 du 1er mars 2005

Objet : plan de surveillance de la contamination de céréales stockées en silos par certaines mycotoxines

Bases juridiques : Règlement CEE n°315/93, règlement CEE N°856/2005.

Résumé : La présente note regroupe les dispositions spécifiques relatives au plan de surveillance mis en œuvre par la D.G.Al. de la contamination de certaines céréales stockées en silos par des mycotoxines.

MOTS-CLES : plan de surveillance, mycotoxines, céréales, prélèvements, résultats d'analyse

Destinataires	
Pour exécution : D.R.A.F./S.R.P.V. Alsace, Auvergne, Basse Normandie, Bourgogne, Bretagne, Centre, Champagne Ardennes, Haute Normandie, Ile de France, Languedoc Roussillon, Midi Pyrénées, Picardie, Poitou Charentes. L.D.A. 22, L.D.A. 40, L.N.P.V. de Malzéville	Pour information : - Préfets - D.D.A.F. - I.G.R.E.F./P.V.

L'objectif de ce plan de surveillance est d'évaluer le niveau de contamination de certaines céréales françaises par des mycotoxines. L'incidence des contaminations par les mycotoxines étant très variable d'une année sur l'autre en fonction des conditions climatiques, il est nécessaire de disposer de données de contamination portant sur plusieurs années pour avoir une idée plus juste de la contamination des céréales françaises. Cette meilleure connaissance doit également permettre l'élaboration de codes de bonnes pratiques.

En 2004, les plans de surveillance de résidus phytosanitaires et de contaminants ont été effectués sur des céréales stockées en silos. Les analyses portaient sur les résidus de produits phytosanitaires appliqués pendant le stockage et sur les mycotoxines et la mycoflore recherchées dans les plans de surveillance de 2001, 2002 et 2003.

En 2005, les plans de surveillance ne portent que sur les mycotoxines et la mycoflore, ils sont reconduits à l'identique par rapport à la campagne précédente, excepté pour la zéaralénone qui sera également recherchée sur blé et orge alors qu'elle n'a été recherchée que sur le maïs en 2003 et 2004.

Les régions concernées sont identiques à celles des campagnes précédentes.

Le plan de surveillance mycotoxines sur céréales sera complété comme l'année passée par des analyses réalisées sur les parcelles de maïs du réseau de biovigilance, en complément du suivi de la pression de fusariose en tant que bio-indicateur, marqueur global de l'activité des déprédateurs et des modifications de pratiques. Dans cette optique, le protocole à suivre est inclus dans le vade-mecum associé à la note de service présentant le programme national de biovigilance 2005. Les régions concernées par le suivi de la pression de fusariose sont les suivantes : Alsace, Auvergne, Aquitaine, Basse Normandie, Bourgogne, Bretagne, Centre, Champagne Ardennes, Franche Comté, Haute Normandie, Ile de France, Languedoc Roussillon, Limousin, Lorraine, Midi Pyrénées, Picardie, Poitou Charentes, Rhône-Alpes (répartition des prélèvements en annexes 1 et 2).

1. Mode opératoire des prélèvements :

1.1 Réalisation des prélèvements :

Les prélèvements pourront être effectués sur des céréales de la récolte 2004 toujours stockées, sur celles de la récolte 2005 et sur des céréales biologiques, de la façon suivante :

- au moment d'une vidange d'un silo,
- par la trappe de visite ou par le haut lors d'un transfert de silos (en marche en circuit fermé),
- par la trappe de visite ou par le haut à l'arrêt à l'aide d'une canne ou d'une sonde.

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 S.R.P.V..

Le plan de sécurité devra être fourni et les agents en charge du prélèvement devront porter des équipements de sécurité (gants, masque anti-poussière…). Le cas échéant, il sera possible de déléguer les prélèvements à un agent du site tout en s'assurant de la bonne application du protocole d'échantillonnage.

Comme cette note couvre uniquement le champ d'un plan de surveillance, les modalités d'échantillonnage sont allégées par rapport à celles obligatoires dans le cadre de plans de contrôles officiels.

Entre 10 et 20 prélèvements élémentaires seront réalisés, mis dans un sac pour homogénéisation pour former un échantillon, ce dernier divisé ensuite en sous-échantillons. Le

poids final d'un sous-échantillon représentatif pour l'analyse en laboratoire doit excéder 1 kilogramme (directive 2002/26/CE de la commission européenne). Un échantillon d'orge devra donc peser environ 2 kg et ceux de blé et de maïs 2,2 kg.

Les prélèvements pourront être faits par canne-sonde (utilisées pour les O.G.M.) préférable à la pelle cylindrique inox par souci d'homogénéité de l'échantillon.

- Pour une vidange, les prélèvements se feront en discontinu à répartir pendant la phase d'écoulement du lot, les premiers et derniers grains ne seront pas échantillonnés.

- Pour un fonctionnement en circuit fermé, les prélèvements se feront en discontinu à répartir pendant la phase de circulation.

- Pour un échantillonnage à l'arrêt, les prélèvements se feront en différents endroits : l'endroit est choisi de façon aléatoire dans les parties accessibles du lot (directive 2002/63/CE de la commission européenne) en évitant les grains en contact direct avec les parois. Si le prélèvement se fait en stock ouvert à la lumière, il faudra prélever au moins à 50 cm de la surface pour écarter le biais dû à la photo dégradation des substances actives.

Dans tous les cas, les conditions de prélèvement seront consignées dans les différentes rubriques des fiches de prélèvements (récolte 2004 ou 2005, type de silos, ...) et des détails spécifiques à chaque prélèvement pourront être inscrits dans l'encart des observations (par la trappe, au-dessus d'un stock ouvert, par canne-sonde…). La température du silo, indicatrice de la qualité de stockage, sera également intéressante à noter.

1.2 Couples analytes/ matrices et nombre de prélèvements par région :

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

2. <u>Conditionnement et conservation des prélèvements :</u>

2.1. Conditionnement des échantillons :

Pour les laboratoires, il sera effectué des sous-échantillons **d'orge** :

- un sous-échantillon de 1 kg destiné au L.D.A. 22 (analyses mycotoxines)
- un sous-échantillon de 1 kg conservé au S.R.P.V. (congelé) en cas de problème.

Pour les laboratoires, il sera effectué des sous-échantillons **de maïs et de blé** :

- un sous-échantillon de 1 kg destiné au L.D.A. 22 (analyses mycotoxines)
- un sous-échantillon de 200 g destiné au L.N.P.V. de Malzéville (analyses de mycoflore).
- un sous-échantillon de 1 kg conservé au S.R.P.V. (congelé) en cas de problème

Un diviseur à grain pourra être utilisé pour la séparation de ces sous-échantillons.

On réalise un double ensachage avec des sacs plastiques neufs et un double étiquetage (une étiquette sur chaque sac).

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 %).

2.2. Identification des échantillons adressés aux laboratoires :

Pour un même prélèvement dans un silo, sous divisé en 2 ou 3 échantillons pour les différents destinataires, et pour les fiches de prélèvement qui les accompagnent, le même code doit être utilisé.

L'étiquette et la codification à respecter sont présentées dans les dispositions générales de la note service DGAL/SDRRCC/SDQPV/N2005-8067.

Le poids des sous-échantillons sera mentionné sur chaque fiche de prélèvement jointe lors de l'envoi aux laboratoires (annexes 3, 4 et 5). Les trames des différents documents nécessaires peuvent vous être fournies en format informatique (étiquettes, fiche de renseignement, d'expédition, tableau prévisionnel d'analyses) sur demande auprès de Hélène Bonnefoy, à la DRAF-SRPV Pays de la Loire (Tél. : 02-41-72-32-31).

Remarques importantes : si plusieurs agents vont sur le terrain en même temps pour prélever des échantillons, ils doivent se mettre d'accord sur le nombre d'échantillons à prélever et leurs codifications afin qu'il n'y ait pas d'échantillons supplémentaires ou de confusion possible (doublon au niveau du laboratoire).

2.3. Modalités d'envoi des échantillons :

Les échantillons seront acheminés aux laboratoires par transport ou par un envoi rapide par la poste (type Chronopost).

Tous les échantillons réalisés pour les analyses de mycotoxines seront adressés au L.D.A. 22 accompagnés des fiches de prélèvement concernant les analyses de mycotoxines (annexes 3 et 4) qui se chargera de leur préparation et de leur expédition vers le Laboratoire des Landes (L.D. 40).

Les échantillons de maïs et de blé destinés au L.N.P.V. de Malzéville seront expédiés le plus rapidement possible accompagnés de la fiche de prélèvement correspondante (annexe 5). Il est conseillé d'effectuer l'envoi du lundi au mercredi inclus et de tenir compte, le cas échéant des jours fériés.

7 à 10 jours avant l'envoi des échantillons, les préleveurs avertiront les laboratoires concernés par téléphone, fax, e-mail ou courrier et **enverront un tableau récapitulatif des échantillons à l'expert national Résidus, Florence Gérault ou Hélène Bonnefoy** (coordonnées disponibles en annexe 2 de la note de service DGAL/SDRRCC/SDQPV/N2005-8067).

Les derniers échantillons seront acheminés vers les laboratoires destinataires au plus tard le 31 décembre 2005. Passé ce délai, les laboratoires ne pourront plus les accepter.

3. Analyses :

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

Trichothécènes A et B, Fumonisines B1 et B2, Zéaralénone	L.D.A. 22
Ochratoxine A	L.D. 40
Mycoflore	L.N.P.V. Malzéville

Les coordonnées et interlocuteurs privilégiés de chaque établissement sont précisés en annexe 3 de la note de service générale DGAL/SDRRCC/SDQPV/N2005-8067 du 1er mars 2005.

Cette année, les résultats d'analyse seront présentés de la façon suivante :

- **< S.D.** (inférieur au seuil de détection) ou **N.D.** (non déterminé) pour les analyses où aucune trace de la mycotoxine concernée n'a été décelée,

- **S.D.< X <L.Q.** (entre le seuil de détection et la limite de quantification) ou **D., N.Q.** (déterminée, non quantifiée) pour les analyses où une trace a été décelée mais en deçà de la limite de quantification,

- une valeur dans le cas où l'échantillon présente une teneur supérieure à la limite de quantification.

Les limites de quantification de ces mycotoxines fournies par les laboratoires concernés par les analyses sont les suivantes :

Limite de Quantification en µg/kg							
Trichothécènes A	Verrucarol	**20**	**Trichothécènes B**	Nivalénol	**20**	Zéaralénone	**20**
	DAS	**20**		DON	**20**	Fumonisine B1	**20**
	HT-2	**20**		3ac DON	**20**	Fumonisine B2	**20**
	T-2	**20**		15ac DON	**20**	Ochratoxine A	**0,5**
	15 acetoxy scirpenol	**20**		Fusarénone X	**20**		

4. Transmission, saisie et synthèse des résultats :

Les laboratoires expédieront les résultats et l'ensemble des fiches de prélèvement originales à l'attention de l'expert national Résidus **Florence Gérault**.

Les résultats seront ensuite renvoyés aux différentes régions concernées par ces plans de surveillance afin de les transmettre à chaque participant.

Chaque région devra saisir les données concernant les parcelles et les résultats d'analyses de mycotoxines sur le logiciel résidus. L'ensemble des données saisies sera transmis via Internet à l'expert résidus (Florence.gerault@agriculture.gouv.fr) pour faire une synthèse nationale de tous ces résultats.

Vous voudrez bien tenir informée **Florence Gérault ou Hélène Bonnefoy (02-41-72-32-31)** au S.R.P.V. de Pays de la Loire des difficultés rencontrées dans l'application des dispositions de ces instructions.

5. Suites à donner :

Les suites à donner pour le plan de surveillance « mycotoxines » sont expliquées dans le paragraphe X de la note générale DGAL/SDRRCC/SDQPV/N2005-8067.

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

Dans le cas de présence avérée de mycotoxines à des teneurs non conformes à la réglementation en vigueur (ou en projet), les préconisations suivantes tirées du *Code d'usage en matière de prévention et réduction de la contamination des céréales par les mycotoxines, y compris les appendices sur l'Ochratoxine A, la Zéaralénone, les Fumonisines et les Trichothécènes - CAC/RCP 51-2003*, peuvent être données aux producteurs et organismes stockeurs (extrait du document) :

- ✓ Envisager la mise en place et le maintien d'un plan de rotation des cultures afin d'éviter de planter le même produit dans un champ durant deux années consécutives.

- ✓ Réduire au minimum les dégâts causés par les insectes et par les infections.

- ✓ Procéder à la récolte lorsque la teneur en eau des plantes est faible et qu'elles sont arrivées à pleine maturité.

- ✓ Les conteneurs à utiliser pour la collecte et le transport des grains récoltés, les installations de séchage, et d'entreposage, devraient être propres, secs et non infestés par des insectes, exempts de moisissures visibles.

- ✓ Sécher les céréales jusqu'au taux d'humidité recommandé pour l'entreposage (généralement moins de 15 %) et les faire refroidir aussi vite que possible après la récolte.

- ✓ Réduire au minimum la quantité de matières étrangères et de grains endommagés dans les céréales entreposées. Certains procédés de nettoyage, comme par exemple les tables de gravité ou le vannage au moment de la récolte, permettent d'éliminer quelques grains contaminés.

- ✓ Aérer si possible les céréales en faisant circuler de l'air dans la zone d'entreposage pour maintenir une température appropriée et uniforme dans toute cette zone.

Le sous-échantillon conservé au S.R.P.V. pourra être détruit à la réception complète des résultats d'analyses de mycotoxines.

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

La directrice générale de l'alimentation,

Sophie VILLERS

ANNEXE 1 : **Nombre de prélèvements et d'analyses au plan national dans le cadre du plan de surveillance céréales en silos**

Matrice	Nombre d'analyses à réaliser par analyte					Nombre de prélèvements à réaliser	Nombre de régions	Observations
	Trichothécènes A et B	Ochratoxine A (OTA)	Fumonisines B1 et B2	Zéaralénone	Total			
Blé	50	50		50	150	50	13	La totalité des prélèvements de **blé** et d'**orge** donnera lieu à la recherche conjointe de trichothécènes A et B, de zéaralénone et d'OTA.
Orge	50	50		50	150	50	13	
Maïs	50	50	50	50	200	50	7	La totalité des prélèvements de **maïs** sera l'objet de la recherche conjointe de trichothécènes A et B, de fumonisines B1 et B2, de zéaralénone et d'OTA.
Total	**150**	**150**	**50**	**150**	**500**	**150**	**14**	

POUR INFORMATION - Répartition des prélèvements pour les mycotoxines dans les parcelles de maïs du réseau de biovigilance.

Région	**Nombre de prélèvements pour les mycotoxines**	**Effectif des parcelles pour le suivi fusariose**	**Nombre d'analyses de mycotoxines***	**Nombre d'analyses de mycoflore**
Alsace	5	5	5	5
Aquitaine	5	5	5	5
Auvergne	3	3	3	3
Basse Normandie	2	2	2	2
Bourgogne	3	3	3	3
Bretagne	3	3	3	3
Centre	3	3	3	3
Champagne Ardenne	2	2	2	2
Franche-Comté	3	3	3	3
Haute Normandie	1	1	1	1
Ile de France	1	1	1	1
Languedoc Roussillon	1	1	1	1
Limousin	3	3	3	3
Lorraine	4	4	4	4
Midi Pyrénées	5	5	5	5
PACA	1	1	1	1
Pays de la Loire	5	5	5	5
Poitou Charentes	5	5	5	5
Rhône-Alpes	5	5	5	5
TOTAL	**60**	**60**	**60**	**60**

* une analyse de mycotoxines comprend : les trichothécène A et B, les fumonisines B1 et B2 et la zéaralénone.

Les fiches de renseignements et de prélèvements des échantillons dans le cadre du réseau de biovigilance sont à prendre dans le vade - mecum biovigilance 2005.

ANNEXE 2 : **Répartition des prélèvements pour le plan de surveillance mycotoxines par région**

BLE	**Nombre de prélèvements**	**Nombre d'analyses**			
Région		**Trichothécènes A et B**	**Zéaralénone**	**Ochratoxine A**	**mycoflore**
Alsace	2	2	2	2	2
Auvergne	2	2	2	2	2
Basse Normandie	3	3	3	3	3
Bourgogne	6	6	6	6	6
Bretagne	3	3	3	3	3
Centre	5	5	5	5	5
Champagne Ardennes	5	5	5	5	5
Haute Normandie	3	3	3	3	3
Ile de France	5	5	5	5	5
Languedoc Roussillon	2	2	2	2	2
Midi Pyrénées	4	4	4	4	4
Picardie	6	6	6	6	6
Poitou Charentes	4	4	4	4	4
TOTAL	**50**	**50**	**50**	**50**	**50**

ORGE	**Nombre de prélèvements**	**Nombre d'analyses**		
Région		**Trichothécènes A et B**	**Zéaralénone**	**Ochratoxine A**
Alsace	2	2	2	2
Auvergne	2	2	2	2
Basse Normandie	2	2	2	2
Bourgogne	5	5	5	5
Bretagne	3	3	3	3
Centre	6	6	6	6
Champagne Ardennes	6	6	6	6
Haute Normandie	3	3	3	3
Ile de France	5	5	5	5
Languedoc Roussillon	2	2	2	2
Midi Pyrénées	5	5	5	5
Picardie	5	5	5	5
Poitou Charentes	4	4	4	4
TOTAL	**50**	**50**	**50**	**50**

MAÏS	**Nombre de prélèvements**	**Nombre d'analyses**				
Région		**Trichothécènes A et B**	**Zéaralénone**	**Fumonisines B1-B2**	**Ochratoxine A**	**Mycoflore**
Alsace	8	8	8	8	8	8
Aquitaine	8	8	8	8	8	8
Bretagne	8	8	8	8	8	8
Centre	8	8	8	8	8	8
Languedoc Roussillon	2	2	2	2	2	2
Poitou Charentes	8	8	8	8	8	8
Midi Pyrénées	8	8	8	8	8	8
TOTAL	**50**	**50**	**50**	**50**	**50**	**50**

ANNEXE 3 : **FICHE DE PRELEVEMENT – PLAN MYCOTOXINES 2005**

ANALYSE MULTIRESIDUS MYCOTOXINES

COORDONNEES EXPEDITEUR

NOM :

SRPV :

TEL :

LABORATOIRE DESTINATAIRE :

LDA 22
M. Eric MARENGUE
7 rue du Sabot BP 54
22440 PLOUFRAGAN
Tel : 02-96-01-37-22
Fax : 02-96-01-37-50

Date d'expédition : … / … / …..

Date de réception : … / … / …..

Céréales :
☐ blé
☐ orge
☐ maïs

Référence silo :
ECMAXX1/05/ - - - / - - -

Référence échantillon :
- - / - - -

Date de prélèvement : … / … / ……

Poids de l'échantillon : ……g

Type de silos : …….

Température du silo : ……°C

Numéro d'enregistrement au laboratoire :

Méthode et date d'analyse :

OBSERVATIONS :

Les résultats sont à envoyer à :
Florence Gérault – SRPV Pays de la Loire – 10, rue le Notre – 49044 – Angers Cedex01

ANNEXE 4 : **FICHE DE PRELEVEMENT – PLAN MYCOTOXINES 2005**

ANALYSE OCHRATOXINE A

COORDONNEES EXPEDITEUR

NOM :

SRPV :

TEL :

LABORATOIRE DESTINATAIRE :

LD 40
M. Thierry DURAND
1, rue Marcel David - BP 219
40004 Mont de Marsan Cedex
Tel : 05-58-06-08-08
Fax : 05-58-06-15-47

Date d'expédition : … / … / …..

Date de réception : … / … / …..

Céréales :
☐ blé
☐ orge
☐ maïs

Référence silo :
ECMAXX1/05/ - - - / - - -

Référence échantillon :
- - / - - -

Date de prélèvement : … / … / ……

Poids de l'échantillon : ……g

Type de silos : ……

Température du silo : ……°C

Numéro d'enregistrement au laboratoire :

Méthode et date d'analyse :

OBSERVATIONS :

Les résultats sont à envoyer à :
Florence Gérault – SRPV Pays de la Loire – 10, rue le Notre – 49044 – Angers Cedex01

ANNEXE 5 : **FICHE DE PRELEVEMENT – PLAN MYCOTOXINES 2005**

ANALYSE MYCOFLORE

COORDONNEES EXPEDITEUR

NOM :

SRPV :

TEL :

LABORATOIRE DESTINATAIRE :

LNPV Unité de Mycologie agricole et Forestière
Renaud IOOS
Domaine de Pixérécourt
F54220 Malzéville
Tel : 03-83-33-86-62
Fax : 03-83-36-86-52

Date d'expédition : … / … / …..

Date de réception : … / … / …..

Céréales :
☐ blé
☐ maïs

Référence silo :
ECMAXX1/05/ - - - / - - -

Référence échantillon :
- - / - - -

Date de prélèvement : … / … / ……

Poids de l'échantillon : ……g

Type de silos : ……

Température du silo : ……°C

Numéro d'enregistrement au laboratoire :

Méthode d'analyse :

OBSERVATIONS :

Les résultats sont à envoyer à :
Florence Gérault – SRPV Pays de la Loire – 10, rue le Notre – 49044 – Angers Cedex01

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

Substances	Origine de la valeur de référence	Matrice	teneur maximale
Ochratoxine A	règlement CE n° 472/2002	Céréales brutes (y compris le riz et le sarrasin)	5 µg/kg
		Produits dérivés des céréales	3 µg/kg
Deoxynivalenol (DON)	règlement CE 856/2005	Céréales brutes autres que blé dur, avoine et maïs	1250 µg/kg
		Blé dur et avoine	1750 µg/kg
		Maïs brut	1750 µg/kg[2]
Fumonisines B1+B2	Avis du 08/12/1998 du CSHPF[1]	Céréales brutes	1000 µg/kg
	règlement CE 856/2005	Maïs brut	2000 µg/kg[2]
T-2 et HT-2	règlement CE 856/2005	Céréales brutes	([3])
Zéaralénone	règlement CE 856/2005	Céréales brutes autres que maïs	100 µg/kg
		Maïs brut	200 µg/kg [2]

[1] : Conseil Supérieur d'Hygiène Publique de France
[2] : Seuil retenu à partir du 01/07/2007 si aucun autre seuil n'est fixé d'ici cette date
[3] : Seuil à fixer, s'il y a lieu, avant le 01/07/2007