Dosage des mycotoxines et des phycotoxines dans les denrées alimentaires destinées à l'homme ou aux animaux

LAB GTA 21 - Révision 05

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI

SOMMAIRE

1. OBJET 3

2. REFERENCES ET DEFINITIONS 3

2.1. REFERENCES 3

2.2. ABREVIATIONS ET DEFINITIONS 3

3. DOMAINE D'APPLICATION 4

4. MODALITES D'APPLICATION 4

5. MODIFICATIONS APPORTEES A L'EDITION PRECEDENTE 5

6. EXPRESSION DES PORTEES 5

7. GUIDE DE LECTURE DES EXIGENCES NORMATIVES ET RECOMMANDATIONS 5

7.1. INSTALLATIONS ET CONDITIONS AMBIANTES 5

7.2. EQUIPEMENTS ET TRAÇABILITE METROLOGIQUE 6

7.3. PRODUITS ET SERVICES FOURNIS PAR DES PRESTATAIRES EXTERNES 7

7.4. METHODES D'ESSAI 7

7.4.1. Vérification des méthodes reconnues 7

7.4.2. Validation des méthodes non reconnues 8

7.5. MANUTENTION DES OBJETS D'ESSAIS 9

7.5.1. Réception des échantillons 9

7.5.2. Préparation des échantillons 9

7.6. EVALUATION DE L'INCERTITUDE DE MESURE 9

7.7. ASSURER LA VALIDITE DES RESULTATS 10

7.7.1. Contrôles qualités internes 10

7.7.2. Contrôles qualités externes 10

7.8. RAPPORT SUR LES RESULTATS 10

8. ANNEXE I : MASSES MINIMALES DES ECHANTILLONS POUR L'ANALYSE DES MYCOTOXINES ET DES PHYCOTOXINES 11

9. ANNEXE II : CLASSIFICATION DES MATRICES 14

10. ANNEXE III : CARACTERISTIQUES MESUREES OU RECHERCHEES 18

11. ANNEXE IV : PRINCIPE DE LA METHODE 19

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI

1. OBJET

La norme NF EN ISO/IEC 17025 définit les exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais.

Au regard de certains documents internationaux (par exemple, EA-4/02, ILAC P9 etc.) le Cofrac s'attache à développer dans des guides techniques d'accréditation (GTA) qu'il publie, des recommandations spécifiques au(x) domaine(s) technique(s) considéré(s), en vue de guider les organismes dans la mise en œuvre des exigences du référentiel d'accréditation et en vue d'harmoniser les approches.

Ce document vise à établir des recommandations issues des bonnes pratiques admises dans le domaine et de la normalisation en vigueur. Il constitue un guide de lecture des exigences de ladite norme pour le dosage des mycotoxines et des phycotoxines dans les denrées alimentaires destinées à l'homme ou aux animaux. Ce guide inclut également le dosage des alcaloïdes tropaniques, de l'ergot et du datura.

Ce guide ne se substitue pas aux exigences réglementaires et/ou aux normes applicables au sein du laboratoire. Les recommandations qu'il contient et que le laboratoire est libre d'appliquer sont celles reconnues comme étant les plus appropriées par le Cofrac pour répondre aux exigences de la norme NF EN ISO/IEC 17025 et notamment du document LAB REF 02. Dans tous les cas, il appartient au laboratoire de démontrer que les dispositions qu'il prend permettent de satisfaire pleinement les exigences de la norme citée ci-dessus.

2. REFERENCES ET DEFINITIONS

La liste des documents ci-dessous constitue une base de données non exhaustive. Il appartient au laboratoire d'assurer la veille documentaire.

2.1. Références

Ce document cite les documents suivants :

- NF EN ISO/IEC 17025 : Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais.
- LAB REF 02 : Exigences pour l'accréditation des laboratoires selon la norme NF EN ISO/IEC 17025 : 2017.
- LAB REF 05 : Règlement d'accréditation.
- LAB REF 08 : Expression et évaluation des portées d'accréditation.
- GEN REF 10 : Traçabilité des résultats de mesure – Politique du Cofrac et modalités d'évaluation
- GEN REF 11 : Règles générales pour la référence à l'accréditation et aux accords de reconnaissance internationaux.

2.2. Abréviations et définitions

Les abréviations suivantes sont utilisées :

- ASP : Phycotoxines amnésiantes
- COFRAC : COmité FRançais d'ACcréditation www.cofrac.fr
- EA : European co-operation for Accreditation www.european-accreditation.org
- ELISA : Enzyme Linked ImmunoSorbent Assay
- ILAC : International Laboratory Accreditation Cooperation www.ilac.org

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI

- ISO : International Organization for Standardization www.iso.org
- LD : Limite de Détection
- LQ : Limite de Quantification
- LMR : Limite Maximale Résiduelle
- MRC : Matériau de Référence Certifié
- MRE : Matériau de Référence Externe
- MRI : Matériau de Référence Interne
- MS : Spectrométrie de Masse
- SI : Système international d'unités
- SPE : Extraction en Phase Solide
- UV : Ultra-Violet

Définition de l'encart « Pistes de réflexion » :

Pistes de réflexion Certains paragraphes du présent document sont accompagnés de questions pratiques ou pistes de réflexion pour aider le laboratoire dans sa démarche de mise en œuvre des exigences d'accréditation, en s'appuyant notamment sur une approche basée sur l'analyse de risques. Les pistes de réflexion ne sont pas exhaustives, elles sont données à titre informatif pour guider les laboratoires afin de se mettre en conformité vis-à-vis de l'ensemble des exigences du référentiel.

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI

3. DOMAINE D'APPLICATION

Ce guide technique d'accréditation s'adresse aux :

- Laboratoires d'essais accrédités ou candidats à l'accréditation selon la norme NF EN ISO/IEC 17025 pour le domaine cité en objet ;
- Évaluateurs du Cofrac, pour lesquels il constitue une base d'harmonisation pour l'évaluation ;
- Membres des instances décisionnelles du Cofrac : Comité de Section Laboratoires, Commission d'Accréditation Biologie Agro – Alimentaire, membres de la structure permanente ;
- Clients des laboratoires d'essais accrédités sur ce domaine ;
- Instances officielles concernées par ce domaine.

4. MODALITES D'APPLICATION

Ce document est applicable à compter du 01/05/2025.

Dans ce document, les formes verbales suivantes sont utilisées :

Le terme « doit » exprime une exigence. Les exigences correspondent à la retranscription des exigences de la norme d'accréditation, du prescripteur ou de la réglementation, ou relèvent des règles d'évaluation et d'accréditation du Cofrac. Ainsi, dès lors que le texte reprend des exigences, elles sont surlignées en gris.

Le terme « devrait » exprime une recommandation de bonne pratique. L'organisme est libre de ne pas suivre la recommandation s'il peut démontrer que les dispositions alternatives qu'il met en œuvre satisfont les exigences d'accréditation.

Le terme « peut » exprime une permission ou une possibilité. La possibilité est généralement employée pour indiquer des moyens de satisfaire une exigence donnée, que l'organisme est libre d'appliquer ou non.

5. MODIFICATIONS APPORTEES A L'EDITION PRECEDENTE

Les principaux changements concernent :

- l'objet du guide qui inclue le dosage des alcaloïdes tropaniques, de l'ergot et du datura ;
- le raccordement au SI via des solutions étalons fournies par des organismes accrédités selon la norme ISO 17034 (§ 7.2) ;
- les précisions apportées quant au taux de récupération acceptable (§ 7.4) ;
- la suppression de la possibilité de recourir aux méthodes qualitatives par bio-essais sur souris (§ 7.1, 7.3 et 7.6) ;
- la reformulation de la classification des matrices des annexes I et II ;
- la mise à jour des caractéristiques recherchées et mesurées en annexe III ;
- la mise à jour des principes de mesure en annexe IV.

6. EXPRESSION DES PORTEES

La portée d'accréditation demandée est définie par le laboratoire suivant les principes du document LAB REF 08.

Pour établir sa portée, le laboratoire se reporte aux annexes II, III et IV qui listent les matrices, les caractéristiques mesurées et les principes de méthodes applicables pour le dosage des mycotoxines et phycotoxines.

7. GUIDE DE LECTURE DES EXIGENCES NORMATIVES ET RECOMMANDATIONS

Les aspects d'hygiène et sécurité sont couverts en France par la législation et ne relèvent pas de la mission du Cofrac. Le laboratoire est néanmoins tenu de respecter la réglementation en vigueur.

7.1. Installations et conditions ambiantes

NF EN ISO/IEC 17025 § 6.3

La disposition des locaux et l'organisation des flux (échantillons, standards, …) doivent permettre d'éviter toutes contaminations croisées.

<u>Pistes de réflexion</u>

Pour maitriser les risques de contaminations croisées liés à l'organisation des flux, le laboratoire a-t-il pensé à s'interroger sur les éléments suivants :

- Comment sont organisés les locaux ?
  - salle de réception et de stockage des échantillons,
  - salle de préparation des échantillons et de réalisation des analyses,
  - salle de décontamination et de nettoyage des matériels et laverie.
- Est-ce que le type d'analyse des échantillons à réaliser a été pris en compte ?

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI

Par exemple, cas des analyses autres que les mycotoxines et phycotoxines réalisées dans la même zone.

- Quelles sont les actions mises en œuvre pour maîtriser les conditions ambiantes ?
  - définition d'un plan de nettoyage / désinfection,
  - adaptation de la fréquence des contrôles des conditions ambiantes,
  - formalisation des dispositions relatives à la désinfection en cas de contamination accidentelle.

7.2. Equipements et traçabilité métrologique

NF EN ISO/IEC 17025 §. 6.4 et 6.5
LAB REF 02 et GEN REF 10

Les équipements ayant un impact sur les résultats doivent faire l'objet d'un raccordement métrologique conformément aux dispositions décrites dans la norme NF EN ISO/IEC 17025.

Le laboratoire devrait procéder au raccordement au SI en longueur d'onde et en absorbance du spectromètre UV-Visible utilisé pour le contrôle des solutions standards de mycotoxines. Ce raccordement peut se faire par l'utilisation de filtres ou de solutions étalons raccordés en longueur d'onde et en absorbance par un laboratoire d'étalonnage accrédité.

Les lecteurs de plaques ELISA ayant une influence sur les résultats font l'objet au même titre que les spectrophotomètres UV-Visible d'un raccordement au SI.

Pour ce qui concerne les appareils Volumétriques à Piston (micropipettes), un certificat d'étalonnage avec logotype Cofrac (ou de tout autre organisme signataire des accords de reconnaissance multilatéraux étalonnage d'EA) permet d'assurer un raccordement au SI. Toutefois, un raccordement interne au SI suivant une procédure détaillée, est possible (par exemple, par gravimétrie).

De plus, le contrôle de la température des enceintes de stockage des échantillons, des étalons et des consommables est nécessaire. Même si l'enregistrement en continu des températures reste une solution optimale, la stratégie consistant en un suivi mini/maxi peut toutefois être considérée comme adaptée. Chaque laboratoire devrait définir la criticité des produits contenus dans ses enceintes et adapter les contrôles à mettre en place pour assurer la validité des résultats. Dans tous les cas, le dispositif de mesure de température utilisé pour le suivi est nécessairement raccordé au SI.

Pour les équipements de chromatographie (liquide ou gazeuse), le raccordement au SI devrait être assuré par des solutions étalons fournies par des producteurs de matériaux de référence accrédités selon l'ISO 17034, lorsqu'elles existent. En l'absence de possibilité de raccordement au SI, la fiabilité du système analytique peut se vérifier par rapport à des matériaux de référence (MRC, MRE ou MRI).

Pour la verrerie jaugée de classe A (fioles, pipettes), un contrôle métrologique systématique n'est pas nécessaire mais une vérification peut être envisagée dans le cadre de l'évaluation des incertitudes de mesure.

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI

7.3. Produits et services fournis par des prestataires externes

NF EN ISO/IEC 17025 § 6.6
LAB REF 02

Les colonnes d'immunoaffinité et SPE devraient faire l'objet d'une vérification de leur capacité et de leur taux de récupération selon une disposition définie.

Le certificat du fournisseur n'est pas suffisant pour assurer la conformité des colonnes d'immunoaffinité et SPE.

De même, un contrôle, selon une disposition et une fréquence définies, des solutions étalons de mycotoxines et de phycotoxines devrait être réalisé.

Pistes de réflexion

Pour définir et argumenter la fréquence de contrôle des consommables et réactifs avant utilisation, le laboratoire peut s'appuyer sur une analyse de risque en s'interrogeant sur :

- l'historique des fournisseurs ;
- la conformité des certificats aux exigences établies par l'organisme : cas des solutions étalons, kits enzymatiques, etc. Pour les solutions étalons pour lesquelles un contrôle ne peut être réalisé, le laboratoire dispose de la part de son fournisseur d'un certificat garantissant la teneur annoncée.
  - les dispositions relatives aux contrôles internes ;
  - le lot des colonnes d'immunoaffinité (dont des tests de capacités : bornes basses et hautes à établir pour les taux de récupération).

7.4. Méthodes d'essai

NF EN ISO/IEC 17025 § 7.2
LAB REF 02
LAB REF 08

7.4.1. Vérification des méthodes reconnues

La **vérification** de méthode consiste à s'assurer de la capacité du laboratoire à appliquer la méthode retenue avant de la mettre en œuvre.

Pistes de réflexion

Le laboratoire possède-t-il une procédure de vérification de la mise en œuvre d'une méthode ?

Le laboratoire a-t-il identifié les critères de performances associés à la méthode (réglementaire, client, etc.) ?

Quels sont les moyens mis en œuvre pour les atteindre ?

- La linéarité (si applicable) ;
- La limite de détection (LD) ;
- La limite de quantification (LQ) ;
- Les données de fidélité (répétabilité et reproductibilité) ;
- Les données de justesse (exemple : essais d'aptitude, MRC, MRE, MRI, Ajouts dosés) ;
- L'évaluation de l'incertitude de mesure.

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI

7.4.2. Validation des méthodes non reconnues

Pour toute méthode reconnue ayant fait l'objet d'une adaptation et toute méthode développée en interne ainsi que les protocoles fournisseurs de Kits ELISA, le laboratoire doit être à même de présenter à l'appui un dossier de **validation** conformément aux exigences de la norme NF EN ISO/IEC 17025 et du LAB REF 08.

Pour valider une catégorie (Cf. annexe II), le laboratoire devrait réaliser :

- une validation complète sur une matrice ;
- un complément de validation par une étude du rendement à la LQ et à 10 x LQ ou par l'exploitation des données inter-laboratoires (essai d'aptitude) sur 2 autres matrices. Pour la validation, procéder par exemple au moins à 3 séries de 2 répétitions à la LQ et à la LMR (ou à défaut à 10 x LQ).

Dans tous les cas, le laboratoire devrait s'interroger sur un éventuel effet matrice lors de l'intégration d'une nouvelle matrice.

Dans le cas où le champ d'application d'une méthode ne porte que sur une ou deux matrice(s), la validation n'est réalisée que sur ces dernières.

<u>Pistes de réflexion</u>

Le laboratoire possède-t-il une procédure relative à la conception et la validation des méthodes ?

Le laboratoire a-t-il défini les critères de performances de la méthode revendiquée (réglementaire, client, etc.) ?

Quels sont les moyens mis en œuvre pour les atteindre ?

- La linéarité (si applicable) ;
- La limite de détection (LD) ;
- La limite de quantification (LQ) ;
- Les données de fidélité (répétabilité et reproductibilité) ;
- Les données de justesse (exemple : essais d'aptitude, MRC, MRE, MRI, Ajouts dosés) ;
- Le taux de récupération selon la réglementation en vigueur ;
- La spécificité ;
- L'évaluation de l'incertitude de mesure.

Note : Pour les taux de récupération, le laboratoire se réfère aux exigences réglementaires. En l'absence d'exigences réglementaires, la moyenne des taux de récupération devrait être comprise entre 70 % et 120 %. Cependant, des récupérations moyennes comprises entre 50 % et 130 % sont acceptables, uniquement si le coefficient de variation en conditions de répétabilité et le coefficient de variation en conditions de reproductibilité intra laboratoires (critère d'acceptabilité de la méthode) sont inférieurs ou égaux à 20 %.

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI

7.5. Manutention des objets d'essais

NF EN ISO/IEC 17025 § 7.4
LAB REF 02

7.5.1. Réception des échantillons

Le laboratoire doit définir des critères d'acceptabilité des échantillons à réception (masse minimale, conditionnement, …).

Dans le cas où les masses minimales ne sont pas imposées par la méthode d'essai, le laboratoire se réfère aux exigences réglementaires ou alors s'inspire de l'annexe I du présent document pour définir les masses minimales d'échantillon.

L'enregistrement de la masse d'échantillon réceptionnée doit être assuré.

7.5.2. Préparation des échantillons

Si la méthode d'analyse n'inclut pas l'étape de préparation de l'échantillon, le laboratoire formalise son protocole afin d'assurer une meilleure homogénéité du produit. Durant cette phase de préparation (broyage et homogénéisation), le laboratoire devrait prendre toutes les dispositions nécessaires pour maîtriser l'intercontamination entre échantillons.

D'une manière générale, la totalité de l'échantillon reçu au laboratoire est utilisée pour la préparation de l'échantillon pour essai, notamment concernant le broyage et l'homogénéisation de l'échantillon. Il est toutefois possible pour le laboratoire de réduire la taille de l'échantillon reçu et de ne conduire ainsi les opérations de broyage et d'homogénéisation que sur une partie réduite de l'échantillon réceptionné. Dans ce cas, le laboratoire devrait définir et justifier le protocole de réduction de l'échantillon reçu de manière à montrer que ce protocole conduit bien à un échantillon réduit représentatif de l'échantillon de départ.

<u>Pistes de réflexion</u>

Le laboratoire a-t-il identifié les éléments à prendre en compte pour maitriser les étapes de broyage et d'homogénéisation ?

Exemples d'éléments à considérer :

- Le type de matrice ;
- Les modalités de sous-échantillonnage et quantité d'échantillon traité ;
- La technique d'homogénéisation retenue ;
- La thermolabilité des analytes recherchés ;
- Le type d'équipement utilisé ;
- La procédure de nettoyage des équipements et vérification de l'efficacité du nettoyage.

7.6. Evaluation de l'incertitude de mesure

NF EN ISO/IEC 17025 § 7.6
LAB REF 02

L'incertitude de mesure doit obligatoirement être évaluée par le laboratoire pour chaque essai de sa portée d'accréditation.

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI

7.7. Assurer la validité des résultats

NF EN ISO/IEC 17025 § 7.7
LAB REF 02

Tels que précisés dans les chapitres 7.7.1 et 7.7.2 de la norme NF EN ISO/IEC 17025, le laboratoire doit surveiller d'une part, la validité de ses résultats par l'intermédiaire des contrôles « internes » qu'il a mis en place et d'autre part sa performance via des contrôles « externes ».

La mise en œuvre de ces contrôles « internes et externes » doit être planifiée et revue par le laboratoire.

7.7.1. Contrôles qualités internes

Le laboratoire vérifie le taux de récupération par type de toxines et de matrices (au moins 1 matrice par catégorie), à une fréquence définie. Cette vérification devrait être effectuée une fois par an par type de toxines et de matrices (au moins une matrice par catégorie).

Pour évaluer ce taux de récupération, le laboratoire peut recourir à l'utilisation de matériaux de référence (MRC, MRE, MRI) ou à défaut des échantillons supplémentés. Dans ce dernier cas, le laboratoire documente son protocole de supplémentation des échantillons.

Lors d'une détection par spectrométrie de masse, des critères d'identification (tels que le ratio, le nombre minimum d'ions, etc…) sont à considérer comme étant une aide à l'identification mais ils ne constituent pas un critère absolu pour confirmer ou informer la présence d'un analyte.
Pour une meilleure confiance dans l'identification des composés, des preuves d'identifications supplémentaires peuvent être apportées par des massifs isotopiques, des spectres SCAN, des ions fils supplémentaires en MS-MS, etc…

7.7.2. Contrôles qualités externes

Le laboratoire doit participer à des essais d'aptitude pour les paramètres objets de l'accréditation quand de tels circuits existent et sont appropriés.

Dans le cas des mycotoxines, le laboratoire devrait surveiller la performance de ses résultats :

- une fois par an pour chaque mycotoxine,
- une fois dans le cycle d'accréditation pour chaque matrice.

Dans le cas des phycotoxines, le laboratoire devrait surveiller la performance de ses résultats une fois par an par groupe de toxines et pour une matrice de la catégorie.

7.8. Rapport sur les résultats

NF EN ISO/IEC 17025 § 7.8
LAB REF 02

La masse de l'échantillon reçu au laboratoire devrait être reportée sur le rapport d'essai.

Le résultat doit être reporté sur le rapport d'analyse en précisant si ce résultat est sous forme corrigée ou non corrigée du taux de récupération.

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI

8. ANNEXE I : MASSES MINIMALES DES ECHANTILLONS POUR L'ANALYSE DES MYCOTOXINES ET DES PHYCOTOXINES

I-1 Produits d'origine végétale *(matières premières)*

Catégories *	Matrices*	Masse minimale
Céréales	Blé tendre, Blé dur, Maïs, Orge, Avoine, Seigle, Sorgho, Riz	1000 g
Oléagineux *(graines et fruits)*	Colza, Sésame	500 g
	Soja, Tournesol, Coton	2000 g
	Palmiste, Palme, Olive	3000 g
	Coprah	5000 g
Fruits à coques	Arachide, Pistache, Amande, Noisette	2000 g
	Noix, Noix du Brésil	3000 g
Fruits séchés	Raisin	1000 g
	Figues	3000 g
Fruits frais	Raisin	2000 g
	Pomme, Poire	3000 g
Epices	Safran	100 g
	Poivre	500 g
	Noix de muscade, Gingembre, Piments	1000 g
Café / Cacao	Café vert et torréfié	1000 g
	Fève de cacao	3000 g
Légumineuses *(légumes secs)*	Haricot, Pois, Fève, Lentille	2000 g
Tubercules	Manioc, Taro, Igname	5000 g

** Liste non exhaustive*

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI

I-2 Produits d'origine végétale *(produits dérivés et/ou transformés)*

Catégories *	Matrices*	Masse minimale *(ou volume)*
Produits dérivés des céréales	Farine, Semoule, Son, Gruau	500 g
	Pâtes alimentaires	250 g
	Produits de la panification	250 g
	Produits de la biscuiterie et biscotterie	250 g
	Céréales pour petit déjeuner Préparation à base de céréales	250 g
Produits dérivés des oléagineux et des fruits à coques	Huile *(brute, vierge et raffinée)*	500 ml
	Tourteaux oléagineux et farine	500 g
	Pâte *(arachide, noisette, pistache...)*	500 g
Boissons alcoolisées	Vins, Bière, Cidre, Moût	250 ml
Produits dérivés des fruits	Jus de fruits	250 ml
	Concentrés de jus de fruits	50 g
	Compote, Purée	250 g
Produits dérivés du café et cacao	Poudre et beurre de cacao Chocolat et produits chocolatés	250 g
	Café soluble Préparation à base de café	250 g
Epices	Epices moulues	250 g
Aliments composés, complets et complémentaires pour animaux	Aliments pour bovins, ovins, caprins, volailles, poissons et animaux de compagnie	500 g

** Liste non exhaustive*

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI

I-3 Produits d'origine animale *(matières premières & produits dérivés)*

Catégories *	Matrices*	Masse minimale *(ou volume)*
Produits laitiers	Lait liquide	250 ml
	Lait en poudre	250 g
	Fromage, Beurre, Yaourt	250 g
Produits carnés	Tissus musculaires, Rognons, Foie, Boudin noir	500 g
Mollusques bivalves, gastéropodes, tuniciers et echinodermes	Huître, Moule, Coquille Saint-Jacques	Dosage toxines paralysantes : 1 kg en coquille ou 150 g décoquillé, composé de 10 individus au minimum
		Dosage toxines amnésiantes : 1 kg en coquille ou 100 g décoquillé, composé de 10 individus au minimum
		Dosage toxines lipophiles : 1 kg en coquille ou 150 g décoquillé, composé de 10 individus au minimum
Poissons	Poissons maigres, poissons semi-gras, poissons gras	100 g

** Liste non exhaustive*

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI

9. ANNEXE II : CLASSIFICATION DES MATRICES

II-1 Produits d'origine végétale *(matières premières)*

Catégories *	Matrices*
Céréales	Blé tendre
	Blé dur
	Maïs
	Orge
	Avoine
	Seigle
	Sorgho
	Riz
	Autres produits *(à préciser)*
Oléagineux *(graines et fruits)*	Soja
	Tournesol
	Colza
	Coton
	Palmiste
	Coprah
	Palme
	Olive
	Autres produits (à préciser)
Fruits à coques	Arachide
	Pistache
	Amande
	Noisette
	Noix
	Noix du Brésil
	Autres produits *(à préciser)*
Fruits séchés	Raisin
	Figue
	Datte
	Abricot
	Autres produits *(à préciser)*
Fruits frais	Pomme
	Raisin
	Autres produits *(à préciser)*
Epices	Piment
	Poivre

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI

Catégories *	Matrices*
	Noix de muscade
	Gingembre
	Safran
	Autres produits *(à préciser)*
Café / Cacao	Café vert
	Café torréfié *(grains)*
	Fève de cacao
	Autres produits (à préciser)
Légumineuses *(légumes secs)*	Haricot
	Pois
	Fève
	Lentille
	Autres produits *(à préciser)*
Tubercules	Manioc
	Taro
	Igname
	Autres produits *(à préciser)*

** Liste non exhaustive*

II-2 Produits d'origine végétale *(produits dérivés et/ou transformés)*

Catégories *	Matrices*
Produits dérivés des céréales	Farine
	Semoule
	Son / Gruau
	Pâtes alimentaires
	Produits de la panification
	Produits de la biscuiterie et biscotterie
	Céréales pour petit déjeuner
	Préparation à base de céréales
	Autres produits *(à préciser)*
Produits dérivés des oléagineux et des fruits à coques	Huile végétale *(brute, vierge et raffinée)*
	Tourteaux oléagineux
	Farine
	Pâte
	Autres produits *(à préciser)*
Boissons alcoolisées	Vins rouges, vins blancs
	Vins mousseux
	Vins aromatisés

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI

Catégories *	Matrices*
	Bière
	Cidre
	Moût
	Autres produits *(à préciser)*
Produits dérivés des fruits	Jus
	Concentré
	Compote, Purée
	Autres produits *(à préciser)*
Produits dérivés du café et cacao	Poudre de cacao
	Beurre de cacao
	Chocolat
	Produits chocolatés
	Café soluble
	Préparation à base de café
	Autres produits *(à préciser)*
Aliments composés, complets et complémentaires pour animaux	Aliments pour bovins
	Aliments pour ovins
	Aliments pour caprins
	Aliments pour volailles
	Aliments pour poissons
	Aliments pour animaux de compagnie
	Autres produits *(à préciser)*

** Liste non exhaustive*

II-3 Produits d'origine animale *(matières premières & produits dérivés)*

Catégories *	Matrices*
Produits laitiers	Lait liquide
	Lait en poudre
	Fromage
	Beurre
	Yaourt
	Autres produits (à préciser)
Produits carnés	Tissus musculaires
	Rognons
	Foie
	Boudin noir
	Autres produits *(à préciser)*
	Huître

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI

Catégories *	Matrices*
Mollusques bivalves, gastéropodes, tuniciers et echinodermes	Moule
	Coquille Saint-Jacques
	Palourde
	Autres produits *(à préciser)*
Poissons	Poissons maigres : teneur en lipides ≤ 2 % (colin, cabillaud, merlan, lieu noir, merlu blanc, sole, raie, lotte, limande, bar)
	Poissons semi-gras : teneur en lipides > 2 % et < 10 % (thon, truite, espadon, anchois, dorade)
	Poissons gras : teneur en lipides ≥ 10 % (saumon, sardine, maquereau, hareng)
	Autres produits (à préciser)

** Liste non exhaustive*

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI

10. ANNEXE III : CARACTERISTIQUES MESUREES OU RECHERCHEES

Mycotoxines*
Aflatoxine B1, B2, G1, G2
Aflatoxine M1
Ochratoxine A
Patuline
Zéaralénone
Déoxynivalénol (DON)
Fusarénone
Fumonisines B1, B2, B3
Toxine T-2
Toxine HT-2
Citrinine
Stérigmatocystine
Alcaloïdes de l'ergot et du datura
Alcaloïdes tropaniques : Atropine, Scopolamine

Phycotoxines*
Phycotoxines lipophiles
Phycotoxines paralysantes du groupe de la saxitoxine (PSP)
Acide domoïque (ASP)

** Liste non exhaustive*

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI

11. ANNEXE IV : PRINCIPE DE LA METHODE

Extraction*	Purification*	Détection et quantification*	
Liquide / Liquide	Partition Liquide / Liquide	Enzymo-immunologie (détection UV-Visible, fluorimétrie)	ELISA microplaque
Solide / Liquide	Précipitation	Chromatographie en phase gazeuse (détection ionisation de flamme et capture d'électrons)	GC-FID GC-ECD
	Liquide / Solide (SPE)	Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse	GC-MS GC-MS/MS
	Colonne d'immunoaffinité	Chromatographie liquide à haute performance (détection UV, fluorimétrie)	LC-UV VIS LC-Fluo UPLC
		Chromatographie liquide à haute performance couplée à la spectrométrie de masse	LC-MS LC-MS/MS LC-HRMS
Autre technique (à préciser)	Autre technique (à préciser)	Autre technique (à préciser)	

** Liste non exhaustive*

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI