



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

LAB GTA 21 - Révision 04

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI





## SOMMAIRE

|  |           |
|--|-----------|
| <b>1. OBJET.....</b>   | <b>3</b>  |
| <b>2. REFERENCES ET DEFINITIONS.....</b>   | <b>3</b>  |
| 2.1. REFERENCES.....   | 3         |
| 2.2. ABREVIATIONS ET DEFINITIONS.....  | 3         |
| <b>3. DOMAINE D'APPLICATION .....</b>  | <b>4</b>  |
| <b>4. MODALITES D'APPLICATION .....</b>  | <b>4</b>  |
| <b>5. MODIFICATIONS APORTEES A L'EDITION PRECEDENTE .....</b>  | <b>5</b>  |
| <b>6. EXPRESSION DES PORTEES .....</b>   | <b>5</b>  |
| <b>7. GUIDE DE LECTURE DES EXIGENCES NORMATIVES ET RECOMMANDATIONS .....</b>                                   | <b>5</b>  |
| 7.1. INSTALLATIONS ET CONDITIONS AMBIANTES .....   | 5         |
| 7.2. EQUIPEMENTS ET TRAÇABILITE METROLOGIQUE .....   | 6         |
| 7.3. PRODUITS ET SERVICES FOURNIS PAR DES PRESTATAIRES EXTERNES .....  | 6         |
| 7.4. METHODES D'ESSAI .....  | 7         |
| 7.4.1. <i>Vérification des méthodes reconnues</i> .....  | 7         |
| 7.4.2. <i>Validation des méthodes non reconnues</i> .....  | 7         |
| 7.5. MANUTENTION DES OBJETS D'ESSAIS .....   | 8         |
| 7.5.1. <i>Réception des échantillons</i> .....   | 8         |
| 7.5.2. <i>Préparation des échantillons</i> .....   | 8         |
| 7.6. EVALUATION DE L'INCERTITUDE DE MESURE .....   | 9         |
| 7.7. ASSURER LA VALIDITE DES RESULTATS .....   | 9         |
| 7.7.1. <i>Contrôles qualités internes</i> .....  | 9         |
| 7.7.2. <i>Contrôles qualités externes</i> .....  | 10        |
| 7.8. RAPPORT SUR LES RESULTATS.....  | 10        |
| <b>8. ANNEXE I : MASSES MINIMALES DES ECHANTILLONS POUR L'ANALYSE DES MYCOTOXINÉS ET DES PHYCOTOXINES.....</b> | <b>11</b> |
| <b>9. ANNEXE II : MATRICES ET SOUS-MATRICES .....</b>  | <b>14</b> |
| <b>10. ANNEXE III : PARAMETRES ANALYTIQUES (GRANDEURS).....</b>  | <b>17</b> |
| <b>11. ANNEXE IV : METHODE DE MESURE (DOSAGE).....</b>   | <b>18</b> |



## 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 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 s'applique en complément des 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](http://www.cofrac.fr)
- EA : European co-operation for Accreditation [www.european-accreditation.org](http://www.european-accreditation.org)
- ELISA : Enzyme Linked ImmunoSorbent Assay



- ISO : International Organization for Standardization [www.iso.org](http://www.iso.org)
- LD : Limite de Détection
- LQ : Limite de Quantification
- LMR : Limite Maximale Résiduelle
- LNR : Laboratoire National de Référence
- MRC : Matériau de Référence Certifié
- MRE : Matériau de Référence Externe
- MRI : Matériau de Référence Interne
- SI : Système International d'unités
- MS : Spectrométrie de Masse
- 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.

### 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 **2 décembre 2019**.

Ce document contient à la fois des exigences et des recommandations.

Le terme « **doit** » est utilisé pour exprimer 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 grisé dans le corps du texte.



## 5. MODIFICATIONS APPORTEES A L'EDITION PRECEDENTE

Du fait de la refonte du document et par souci de lisibilité, les modifications n'y sont pas repérées.

Les principaux changements concernent :

- l'alignement du contenu de ce guide aux exigences de la nouvelle version 2017 de la norme NF EN ISO/IEC 17025;
- la reformulation des recommandations en pistes de réflexion ;
- la suppression des exemples d'expression de portées d'accréditation décrits dans le document LAB REF 08 ;
- l'ajout de précisions en lien avec la validation des méthodes non reconnues et l'identification des analytes ;
- la suppression de l'annexe qui listait les méthodes d'analyse du LNR (phycotoxines).

## 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, grandeurs et méthodes de mesure applicables pour le dosage des mycotoxines et phycotoxines.

## 7. GUIDE DE LECTURE DES EXIGENCES NORMATIVES ET RECOMMANDATIONS

Les pratiques relatives à la dangerosité de certaines mycotoxines (cancérogènes) ne sont pas considérées lors de l'évaluation du laboratoire par le Cofrac. Toutefois, il convient que le laboratoire applique les règles de bonnes pratiques de laboratoire au regard du domaine concerné.

### 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.

#### Pistes de réflexion

Pour maîtriser 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.
- Par exemple, cas des phycotoxines : le local où sont préparés les échantillons (extraction et purification des extraits) est séparé du local de manipulation des souris (cas des bio-essais).
- Est-ce que le type d'analyse des échantillons à réaliser a été pris en compte ?  
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 est invité à procéder en particulier au raccordement au Système International d'unités 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 un impact sur les résultats font l'objet au même titre que les spectromètres UV-Visible d'un raccordement au SI.

Pour ce qui concerne les Instruments 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 par gravimétrie suivant une procédure détaillée, est possible.

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 définit la criticité des produits contenus dans ses enceintes et adapte 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.

En l'absence de possibilité de raccordement au SI pour les équipements de chromatographie (liquide ou gazeuse), 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.

## 7.3. Produits et services fournis par des prestataires externes

NF EN ISO/IEC 17025 § 6.6  
LAB REF 02

Les colonnes d'immunoaffinité font l'objet avant toute utilisation, d'une vérification de leur capacité et du taux de récupération selon une disposition définie.

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

De même, un contrôle, selon une disposition et une fréquence définie, des solutions étalons de mycotoxines et de phycotoxines est indispensable.



### 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).

Dans le cas particulier des méthodes qualitatives par bio-essais sur souris, une solution standard préparée à partir d'un étalon non certifié peut être utilisée pour la supplémentation des contrôles internes sans détermination préalable de la teneur par un étalon certifié.

## 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.

### 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 matrice principale (Cf. annexe II), il est envisageable de réaliser :

- une validation complète sur une sous-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 avec un Z-score  $\leq |2|$ ) sur 2 autres sous-matrices. Pour la validation, procéder par exemple au moins à 3 séries de 2 essais à la LQ et à la LMR (ou à défaut à 10 x LQ).

Toutefois dans tous les cas, il appartient au laboratoire de s'interroger sur un éventuel effet matrice lors de l'intégration d'une nouvelle sous-matrice.

Dans le cas où le champ d'application d'une méthode ne porterait que sur une ou deux sous matrices, la validation n'est réalisée que sur ces dernières.

#### Pistes de réflexion

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 rendement (taux de récupération compris entre 50% et 120%) ;
- La spécificité ;
- L'évaluation de l'incertitude de mesure.

## 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 peut s'inspirer 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), il convient de prendre toutes les dispositions pour maîtriser l'intercontamination entre échantillons.

D'une manière générale, il est recommandé que la totalité de l'échantillon reçu au laboratoire soit 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 diviser 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, il appartient au laboratoire de définir et de 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.

### Pistes de réflexion

Le laboratoire a-t-il identifié les éléments à prendre en compte pour maîtriser 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, exception faite des bio-essais sur souris. Pour ce dernier cas, il convient d'identifier les contributions à l'incertitude de mesure.

## 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 mycotoxines et de matrices (au moins 1 sous-matrice par matrice principale), à une fréquence définie. Il est recommandé que cette vérification soit effectuée une fois par an par type de mycotoxines et de matrices (au moins une sous-matrice par matrice principale).

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 obligatoirement 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.

Dans le cas des mycotoxines, il est fortement recommandé que le laboratoire surveille 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, il est fortement recommandé que le laboratoire surveille la performance de ses résultats une fois par an par groupe de toxines et pour une sous-matrice de la matrice principale.

### 7.8. Rapport sur les résultats

NF EN ISO/IEC 17025 § 7.8  
LAB REF 02

La masse de l'échantillon reçu au laboratoire est normalement 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 échantillons pour l'analyse des mycotoxines et des phycotoxines

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

| Matrices principales              | Sous matrices*   | Masse minimale |
|-----------------------------------|--|----------------|
| Céréales                          | <b>Blé tendre, Blé dur, Maïs, Orge, Avoine, Seigle, Sorgho, Riz</b><br>(et autres céréales de même taille) | 1000 g         |
| Oléagineux<br>(graines et fruits) | <b>Colza, sésame</b><br>(et autres oléagineux de même taille)  | 500 g          |
|                                   | <b>Soja, Tournesol, Arachide, Coton</b><br>(et autres oléagineux de même taille)                           | 2000 g         |
|                                   | <b>Palmiste, Palme, Olive</b><br>(et autres oléagineux de même taille)                                     | 3000 g         |
|                                   | <b>Coprah</b><br>(et autres oléagineux de même taille)   | 5000 g         |
| Fruits à coques                   | <b>Arachide, Pistache, Amande, Noisette</b><br>(et autres fruits à coques de même taille)                  | 2000 g         |
|                                   | <b>Noix et Noix du Brésil</b><br>(et autres fruits à coques de même taille)                                | 3000 g         |
| Fruits séchés                     | <b>Raisin</b><br>(et autres fruits séchés de même taille)  | 1000 g         |
|                                   | <b>Figues</b><br>(et autres fruits séchés de même taille)  | 3000 g         |
| Fruits frais                      | <b>Raisin</b><br>(et autres fruits frais de même taille)   | 2000 g         |
|                                   | <b>Pomme, Poire</b><br>(et autres fruits frais de même taille)   | 3000 g         |
| Épices                            | <b>Safran</b>  | 100 g          |
|                                   | <b>Poivre</b><br>(et autres épices de même taille)   | 500 g          |
|                                   | <b>Noix de muscade, Gingembre, Piments</b><br>(et autres épices de même taille)                            | 1000 g         |
| Café / Cacao                      | <b>Café vert et torréfié</b>   | 1000 g         |
|                                   | <b>Fève de cacao</b>   | 3000 g         |
| Légumineuses<br>(légumes secs)    | <b>Haricot, Pois, Fève, Lentille</b><br>(et autres légumes secs de même taille)                            | 2000 g         |
| Tubercules                        | <b>Manioc, Taro, Igname</b><br>(et autres tubercules de même taille)                                       | 5000 g         |



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

| <b>Matrices principales</b>                                   | <b>Sous matrices*</b>  | <b>Masse minimale<br/>(ou volume)</b> |
|---|--|---------------------------------------|
| <b>Produits dérivés des céréales</b>                          | <b>Farine, semoule, Son, Gruau</b>   | <b>500 g</b>                          |
|   | <b>Pâtes alimentaires</b>  | <b>250 g</b>                          |
|   | <b>Produits de la panification</b>   | <b>250 g</b>                          |
|   | <b>Produits de la biscuiterie et biscotterie</b>   | <b>250 g</b>                          |
|   | <b>Céréales pour petit déjeuner<br/>Préparation à base de céréales</b>                       | <b>250 g</b>                          |
| <b>Produits dérivés des oléagineux et des fruits à coques</b> | <b>Huile (<i>brute, vierge et raffinée</i>)</b>  | <b>500 ml</b>                         |
|   | <b>Tourteaux oléagineux et farine</b>  | <b>500 g</b>                          |
|   | <b>Pâte<br/>(<i>arachide, noisette, pistache...</i>)</b>                                     | <b>500 g</b>                          |
| <b>Boissons alcoolisées</b>                                   | <b>Vins, Bière, Cidre, Moût<br/>(<i>et autres boissons alcoolisées</i>)</b>                  | <b>250 ml</b>                         |
| <b>Produits dérivés des fruits</b>                            | <b>Jus de fruits</b>   | <b>250 ml</b>                         |
|   | <b>Concentrés de jus de fruits</b>   | <b>50 g</b>                           |
|   | <b>Compotes et Purées</b>  | <b>250 g</b>                          |
|   | <b>Aliments infantiles</b>   | <b>250 g</b>                          |
| <b>Produits dérivés du café et cacao</b>                      | <b>Poudre et beurre de cacao<br/>Chocolat et produits chocolatés</b>                         | <b>250 g</b>                          |
|   | <b>Café soluble<br/>Préparation à base de café</b>   | <b>250 g</b>                          |
| <b>Epices</b>   | <b>Epices moulues</b>  | <b>250 g</b>                          |
| <b>Aliments pour animaux</b>                                  | <b>Aliments pour bovins, ovins, caprins,<br/>volailles, poissons et animaux de compagnie</b> | <b>500 g</b>                          |



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

| <b>Matrices principales</b>                    | <b>Sous matrices*</b>                                     | <b>Masse minimale<br/>(ou volume)</b>   |
|--|---|---|
| <b>Produits laitiers</b>                       | <b>Lait liquide</b>                                       | <b>250 ml</b>   |
|  | <b>Lait en poudre</b>                                     | <b>250 g</b>  |
|  | <b>Fromage, Beurre, Yaourt</b>                            | <b>250 g</b>  |
| <b>Produits carnés</b>                         | <b>Tissus musculaires, Rognons, Foie,<br/>Boudin noir</b> | <b>500 g</b>  |
| <b>Mollusques bivalves<br/>et Gastéropodes</b> | <b>Huître, moule, coquille Saint-<br/>Jacques</b>         | Dosage toxines paralysantes :<br>1 kg en coquille ou 150 g<br>décoquillé, composé de 10<br>individus au minimum |
|  |   | Dosage toxines amnésiantes :<br>1 kg en coquille ou 100 g<br>décoquillé, composé de 10<br>individus au minimum  |
|  |   | Dosage toxines lipophiles :<br>1 kg en coquille ou 150 g<br>décoquillé, composé de 10<br>individus au minimum   |
| <b>Poissons</b>                                | <b>Anchois et autres petits poissons<br/>herbivores</b>   | <b>100 g</b>  |
|  | <b>Autres espèces</b>                                     | <b>100 g</b>  |

LA VERSION ELECTRONIQUE EST PROTEGEE



## 9. ANNEXE II : Matrices et sous-matrices

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

| Matrices principales           | Sous matrices*                           |
|--------------------------------|--|
| <b>Céréales</b>                | Blé tendre                               |
|                                | Blé dur                                  |
|                                | Maïs                                     |
|                                | Orge                                     |
|                                | Avoine                                   |
|                                | Seigle                                   |
|                                | Sorgho                                   |
|                                | Riz                                      |
|                                | Autres céréales (à préciser)             |
|                                | <b>Oléagineux</b><br>(graines et fruits) |
| Tournesol                      |  |
| Arachide                       |  |
| Colza                          |  |
| Coton                          |  |
| Palmiste                       |  |
| Coprah                         |  |
| Palme                          |  |
| Olive                          |  |
| Autres oléagineux (à préciser) |  |
| <b>Fruits à coques</b>         | Arachide                                 |
|                                | Pistache                                 |
|                                | Amande                                   |
|                                | Noisette                                 |
|                                | Noix                                     |
|                                | Noix du Brésil                           |
|                                | Autres fruits à coque (à préciser)       |
| <b>Fruits séchés</b>           | Raisin                                   |
|                                | Figues                                   |
|                                | Datte                                    |
|                                | Abricots                                 |
|                                | Autres fruits séchés (à préciser)        |
| <b>Fruits frais</b>            | Pomme                                    |
|                                | Raisin                                   |
|                                | Autres fruits (à préciser)               |
| <b>Epices</b>                  | Piments                                  |
|                                | Poivre                                   |
|                                | Noix de muscade                          |
|                                | Gingembre                                |
|                                | Safran                                   |
|                                | Autres épices (à préciser)               |
| <b>Café / Cacao</b>            | Café vert                                |



| Matrices principales                           | Sous matrices*                            |
|--|---|
| <b>Légumineuses</b><br>( <i>légumes secs</i> ) | Café torréfié ( <i>grains</i> )           |
|  | Fève de cacao                             |
|  | Haricot                                   |
|  | Pois                                      |
|  | Fève                                      |
|  | Lentille                                  |
| <b>Tubercules</b>                              | Autres légumineuses ( <i>à préciser</i> ) |
|  | Manioc                                    |
|  | Taro                                      |
|  | Igname                                    |
|  | Autres tubercules ( <i>à préciser</i> )   |

\* Liste non exhaustive

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

| Matrices principales  | Sous matrices*                                      |
|---|---|
| <b>Produits dérivés des céréales</b>                          | 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 dérivés ( <i>à préciser</i> )                 |   |
| <b>Produits dérivés des oléagineux et des fruits à coques</b> | Huile végétale ( <i>brute, vierge et raffinée</i> ) |
|   | Tourteaux oléagineux                                |
|   | Farine  |
|   | Pâte  |
| Autres produits dérivés ( <i>à préciser</i> )                 |   |
| <b>Boissons alcoolisées</b>                                   | Vins rouge et blanc                                 |
|   | Vins mousseux                                       |
|   | Vins aromatisés                                     |
|   | Bière   |
|   | Cidre   |
|   | Moût  |
| Autres produits alcooliques ( <i>à préciser</i> )             |   |
| <b>Produits dérivés des fruits</b>                            | Jus   |
|   | Concentré   |
|   | Compote / Purée                                     |
|   | Aliments infantiles                                 |
| Autres produits dérivés ( <i>à préciser</i> )                 |   |
| <b>Produits dérivés du café et cacao</b>                      | Poudre de cacao                                     |
|   | Beurre de cacao                                     |
|   | Chocolat  |
|   | Produits chocolatés                                 |



| <b>Matrices principales</b>  | <b>Sous matrices*</b>                         |
|------------------------------|---|
|                              | Café soluble                                  |
|                              | Préparation à base de café                    |
|                              | Autres produits dérivés ( <i>à préciser</i> ) |
| <b>Aliments pour animaux</b> | Aliments pour bovins                          |
|                              | Aliments pour ovins                           |
|                              | Aliments pour caprins                         |
|                              | Aliments pour volailles                       |
|                              | Aliments pour poissons                        |
|                              | Aliment pour animaux de compagnie             |
|                              | Autres aliments ( <i>à préciser</i> )         |

\* Liste non exhaustive

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

| <b>Matrices principales</b>                | <b>Sous matrices*</b>                        |
|--|--|
| <b>Produits laitiers</b>                   | Lait liquide                                 |
|  | Lait en poudre                               |
|  | Fromage                                      |
|  | Beurre                                       |
|  | Yaourt                                       |
| <b>Produits carnés</b>                     | Tissus musculaires                           |
|  | Rognons                                      |
|  | Foie   |
|  | Boudin noir                                  |
|  | Autres produits carnés ( <i>à préciser</i> ) |
| <b>Mollusques bivalves et Gastéropodes</b> | Huître                                       |
|  | Moule  |
|  | Coquille Saint-Jacques                       |
|  | Palourde                                     |
|  | Autres mollusques bivalves et gastéropodes   |
| <b>Poissons</b>                            | Anchois et autres petits poissons herbivores |
|  | Autres espèces                               |

\* Liste non exhaustive



## 10. ANNEXE III : Paramètres analytiques (grandeurs)

| <b>Mycotoxines*</b>       |
|---------------------------|
| Aflatoxine B1, B2, G1, G2 |
| Aflatoxine M1             |
| Ochratoxine A             |
| Patuline                  |
| Zéaralénone               |
| Déoxynivaléol (DON)       |
| Fusarénone                |
| Fumonisines B1, B2, B3    |
| Toxine T-2                |
| Toxine HT-2               |
| Citrinine                 |
| Stérigmatocystine         |

| <b>Phycotoxines*</b>                                       |
|--|
| Phycotoxines lipophiles                                    |
| Phycotoxines paralysantes du groupe de la saxitoxine (PSP) |
| Acide domoïque (ASP)                                       |

\* Liste non exhaustive



## 11. ANNEXE IV : Méthode de mesure (dosage)

| Extraction* (solvant)      | Purification*                |
|----------------------------|------------------------------|
| Chloroforme                | Partition Liquide / Liquide  |
| Méthanol                   | Précipitation                |
| Acétone                    | Liquide / Solide (SPE)       |
| Acétonitrile               | Colonne d'immunoaffinité     |
| Autre solvant (à préciser) | Autre technique (à préciser) |

| Détection et quantification*   |   |
|--|---|
| Technique  | Abréviations  |
| Chromatographie en couche mince (détection UV)   | CCM-UV lecture visuelle<br>CCM-UV scanner           |
| Chromatographie en couche mince à haute performance (détection UV)                       | CCM-HP lecture visuelle<br>CCM-HP scanner           |
| Enzymo-immunologie (détection UV-Visible, fluorimétrie)                                  | ELISA microplaque<br>ELISA tune<br>ELISA bandelette |
| Chromatographie en phase gazeuse (détection ionisation de flamme et capture d'électrons) | GC-FID<br>GC-ECD                                    |
| Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse                     | GC-MS<br>GC-MS/MS                                   |
| Chromatographie liquide à haute performance (détection UV, fluorimétrie)                 | LC-UV VIS<br>LC-Fluorescence                        |
| Chromatographie liquide à haute performance avec couplage spectrométrie de masse         | LC-MS<br>LC-MS/MS<br>LC-HRMS                        |
| Bioessais sur souris   |   |
| Autre technique (à préciser)   |   |

\* Liste non exhaustive