

**GUIDE TECHNIQUE D'ACCREDITATION**

**ANALYSES DE RESIDUS DE PESTICIDES ET DE  
CONTAMINANTS ORGANIQUES DANS LES DENREES  
ALIMENTAIRES DESTINEES À L'HOMME OU AUX  
ANIMAUX ET LES MATRICES BIOLOGIQUES  
D'ORIGINE ANIMALE**

LAB GTA 26

Révision 01



Section LABORATOIRES

## SOMMAIRE

<b>1</b>	<b>OBJET DU DOCUMENT .....</b>	<b>3</b>
<b>2</b>	<b>REFERENCES ET DEFINITIONS.....</b>	<b>3</b>
2.1	REFERENCES.....	3
2.2	DEFINITIONS .....	3
2.3	SIGLES ET ABREVIATIONS .....	4
<b>3</b>	<b>DOMAINE D'APPLICATION.....</b>	<b>5</b>
<b>4</b>	<b>MODALITES D'APPLICATION .....</b>	<b>5</b>
<b>5</b>	<b>SYNTHESE DES MODIFICATIONS .....</b>	<b>5</b>
<b>6</b>	<b>EXPRESSION DE LA PORTEE D'ACCREDITATION .....</b>	<b>6</b>
<b>7</b>	<b>GUIDE DE LECTURE DES EXIGENCES D'ACCREDITATION ET RECOMMANDATIONS.....</b>	<b>12</b>
7.1	GENERALITES .....	12
7.2	REVUE DE CONTRAT.....	12
7.3	ECHANTILLONS .....	12
7.4	REACTIFS ET CONSOMMABLES .....	13
7.5	METHODES.....	13
7.6	INSTALLATION ET CONDITIONS AMBIANTES .....	15
7.7	EQUIPEMENTS – TRAÇABILITE DU MESURAGE .....	15
7.8	QUALITE DES RESULTATS .....	16
7.8.1	<i>Paramètres et critères d'identification des analytes</i> .....	16
7.8.2	<i>Contrôles de routine</i> .....	17
7.9	RAPPORT D'ANALYSE .....	18
<b>8</b>	<b>BIBLIOGRAPHIE.....</b>	<b>19</b>
	Annexe I : Groupes de matrices .....	20
	Annexe II : Caractéristique mesurée ou recherchée .....	23
	Annexe III : Principe de la méthode .....	24

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI

## 1 OBJET DU DOCUMENT

En ligne avec l'annexe B à la norme NF EN ISO/CEI 17025, le présent Guide Technique d'Accréditation (GTA) constitue un guide de lecture des exigences de ladite norme appliquées aux analyses de résidus de pesticides et de contaminants organiques (type dioxines, HAP, mélamine, anisoles, acrylamide, etc) dans les denrées alimentaires destinées à l'homme ou aux animaux et les matrices biologiques d'origine animale, tenant compte notamment de l'environnement de travail et de la réglementation spécifiques au domaine.

En complément, il établit des recommandations issues des bonnes pratiques admises dans le domaine et de la normalisation disponible.

Enfin, il contient des informations utiles aux laboratoires dans le cadre de leur démarche d'accréditation, notamment relatives à l'expression de la portée d'accréditation et aux règles particulières d'évaluation des laboratoires par le Cofrac.

Ce guide ne se substitue pas aux exigences et/ou 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/CEI 17025 et du document LAB Réf 02. Dans tous les cas, il appartient au laboratoire de démontrer que les dispositions qu'il prend permettent de satisfaire pleinement aux exigences de la norme citée supra.

## 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 (normative et réglementaire).

### 2.1 Références

Le présent texte fait référence aux documents suivants :

- **Norme NF EN ISO/CEI 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/CEI 17025 ».
- **LAB REF 05** « Règlement d'accréditation ».
- **LAB REF 08** « Expression et évaluation des portées d'accréditation ».
- **LAB REF 16** « Politique relative à la participation des Laboratoires de Référence au système d'accréditation dans le champ d'application du Règlement 882/2004 ».

### 2.2 Définitions

Accréditation : Reconnaissance, par un organisme indépendant faisant autorité, de la compétence d'un organisme à réaliser des activités spécifiées d'évaluation de la conformité (*extrait LAB REF 05*).

Portée d'accréditation : Enoncé formel et précis des activités pour lesquelles le laboratoire est accrédité, tel que défini dans le document LAB REF 08. Elle se compose de lignes de portée d'accréditation (*extrait LAB REF 05*).

Ligne de portée d'accréditation : Elle est composée *a minima* des champs « Objet », « Caractéristique mesurée ou recherchée », « Principe de la méthode » et « Référence de la méthode ».

Comparaison interlaboratoires : Organisation, exécution et évaluation de mesurages ou d'essais sur la même entité ou sur des entités similaires par deux laboratoires ou plus selon des conditions prédéterminées (*extrait LAB REF 05*).

### 2.3 Sigles et abréviations

- AOAC, Association of Official Analytical Chemist
- CIPM, Comité International des Poids et Mesures
- Cofrac, Comité Français d'Accréditation, [www.cofrac.fr](http://www.cofrac.fr)
- DAD, Barettes de Diodes (UV visible)
- ECD, Détecteur à Capture d'Electrons
- EA, European Cooperation for Accreditation
- EIL, Essais Inter-Laboratoires
- ELCD, Détecteur de Conductivité Electrolytique
- EPA, Environmental Protection Agency
- FID, Détecteur à Ionisation de Flamme
- FLUO, Fluorimétrie
- FPD, Détecteur à Photométrie de Flamme
- FT-ICR-MS, Spectrométrie de Masse à Résonance Cyclotronique Ionique par Transformée de Fourier
- FULL SCAN, Balayage complet
- GC ou CPG, Chromatographie en Phase Gazeuse
- HAP, Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques
- HRMS, Spectrométrie de Masse Haute Résolution
- IC, Chromatographie Ionique
- ISO, Organisation Internationale de normalisation, [www.iso.org](http://www.iso.org)
- LC ou HPLC, Chromatographie en Phase Liquide
- LD, Limite de Détection
- LMR, Limites Maximales de Résidus
- LNR, Laboratoire National de Référence
- LQ, Limite de Quantification
- MRC, Matériau de Référence Certifié
- MRE, Matériau de Référence Externe
- MRI, Matériau de Référence Interne
- MRM, Suivi de réaction multiple
- MS, Spectrométrie de Masse
- MS/MS, Spectrométrie de Masse tandem
- PBDE, Polybromodiphénylethers
- PCB, Polychlorobiphényles
- PCDD, Polychlorodibenzoparadioxines

- PCDF, Polychlorodibenzofuranes
- PFE, Pressurized Fluid Extraction
- PFPD, Détecteur à Photométrie de Flamme Pulsée
- Q-TOF, Quadripôle – Temps de vol
- SANCO, Direction générale de la santé et du consommateur de la Commission européenne  
[http://ec.europa.eu/dgs/health\\_consumer/index\\_fr.htm](http://ec.europa.eu/dgs/health_consumer/index_fr.htm)
- SI, Système International d'unités
- SIM, Suivi d'ion sélectionné
- SPE, Extraction sur Phase Solide
- SRM, Suivi de réaction sélectionnée
- TSD ou NPD, Détecteur Thermoionique

### 3 DOMAINE D'APPLICATION

Ce document s'applique aux laboratoires candidats à l'accréditation pour des analyses de résidus de pesticides et de contaminants néoformés et /ou organiques (type dioxines, HAP, mélamine, anisoles, acrylamide, etc) dans les denrées alimentaires destinés à l'homme ou aux animaux et les matrices biologiques d'origine animale réalisées selon des principes analytiques décrits dans l'Annexe III.

Ce document s'adresse également aux :

- Evaluateurs 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 et Agro – Alimentaire, Structures permanentes.
- Clients des laboratoires d'essais accrédités sur ce domaine.
- Instances officielles concernées par ce domaine.

L'accréditation est délivrée pour une portée définie par le laboratoire correspondant à ses besoins et suivant les différentes options décrites dans le document LAB REF 08 (Expression et évaluation des portées d'accréditation).

Ce guide s'applique de manière équivalente aux laboratoires œuvrant dans le cadre des contrôles officiels (au sens du règlement CE 882/2004) ou aux laboratoires intervenant hors contrôle officiel. Pour les premiers, les exigences du document LAB REF 16 complètent celles du LAB REF 08.

### 4 MODALITES D'APPLICATION

Ce document est applicable à compter du **1<sup>er</sup> AVRIL 2016**.

### 5 SYNTHÈSE DES MODIFICATIONS

Ce document annule et remplace la version 00 de ce guide technique d'accréditation.

Pour une meilleure lisibilité, les marques de révision en marge gauche du document ne sont pas indiquées. Les modifications principales portent sur :

- La suppression des références en lien avec la réglementation (§ 2.1)
- L'expression des portées d'accréditation, type A1, A2, A3 et B (§ 6)

- Les compléments apportés en lien avec la réception des échantillons (§ 7.3) et la gestion des réactifs et consommables (§ 7.4)
- La reformulation du paragraphe sur la validation des méthodes reconnues et non reconnues (§ 7.5)
- La reformulation des paragraphes sur les IVAP et les enceintes thermostatiques (§ 7.7)
- La clarification des paragraphes sur la qualité des résultats (§ 7.8) et les rapports d'analyse (§ 7.9)
- La suppression du paragraphe § 8 sur les modalités d'évaluation
- L'évolution des annexe I et annexe III
- L'ajout des références en lien avec la réglementation dans le paragraphe bibliographie (§ 8)

## 6 EXPRESSION DE LA PORTEE D'ACCREDITATION

La portée d'accréditation est définie, conformément aux exigences décrites dans le document LAB REF 08, par le laboratoire à partir des quatre éléments suivants :

1. Objet (groupes, catégories ou matrices),
2. Caractéristique mesurée ou recherchée (paramètre analytique recherché),
3. Principe de mesure (extraction, purification, analyse),
4. Référence de la méthode (méthode reconnue, méthode non reconnue).

Plusieurs exemples de portée d'accréditation pour des demandes fixe de type A1, flexible standard de type A2 ou A3 et flexible étendue de type B sont indiqués ci-après.

Pour établir sa portée, le laboratoire se reportera aux Annexes I, II et III qui listent les matrices, les caractéristiques mesurées et les principes de méthode.

### Exemple d'expression de portée pour une demande de type A1

Ce type de portée peut s'appliquer à des laboratoires qui pratiquent leurs propres méthodes ou des méthodes précisément définies dans la réglementation ou qui adaptent des méthodes reconnues et qui ne souhaitent pas les faire évoluer.

La compétence du laboratoire n'est reconnue que pour des essais correspondant à un protocole de mesure figé. En cas de modification de ce protocole, le laboratoire n'est pas autorisé à rendre les résultats sous couvert de l'accréditation sans évaluation et accord préalable du Cofrac.

Conformément au document LAB REF 08 et sur demande du laboratoire, il est possible de ne pas faire figurer les indices de révision des méthodes internes dans les annexes techniques si les critères décrits dans ce document et évalués sur site sont correctement respectés.

<b>Agroalimentaire / Divers aliments / Analyses physico-chimiques</b> <i>(Analyses de résidus de pesticides et de contaminants organiques dans les denrées alimentaires destinées à l'homme ou aux animaux et les matrices biologiques d'origine animale - LAB GTA 26/99-2)</i>			
<b>Objet</b>	<b>Caractéristique mesurée ou recherchée</b>	<b>Principe de la méthode</b>	<b>Référence de la méthode</b>
Vins	<u>Analyse de composition :</u> 2,4,6 - Trichloranisole, 2,3,4,6 - Tétrachloroanisole , Pentachloroanisole, 2,4,6 - Tribromoanisole	<b>Préparation / Extraction :</b> SPME  <b>Analyse :</b> GC-MS	Méthode interne (référence et indice de révision à préciser)
<b>Produits riches en eau :</b> fruits à pépins	<b>Résidus de pesticides :</b> <u>Organochlorés :</u> Alpha HCH, Lindane, Heptachlor, Delta HCH, Heptachlor Epoxyde, pp' DDE, op' DDT, pp' DDT, Quintozène, Vinchlozoline, Aldrine, Alpha Endosulfan, Dieldrine, Endrine, Bêta	<b>Préparation / Extraction :</b> Solide / liquide à froid  <b>Purification :</b> néant	Méthode interne (référence et indice de révision à préciser)

<b>Agroalimentaire / Divers aliments / Analyses physico-chimiques</b> (Analyses de résidus de pesticides et de contaminants organiques dans les denrées alimentaires destinées à l'homme ou aux animaux et les matrices biologiques d'origine animale - LAB GTA 26/99-2)			
<b>Objet</b>	<b>Caractéristique mesurée ou recherchée</b>	<b>Principe de la méthode</b>	<b>Référence de la méthode</b>
	Endosulfan, Endosulfan sulfate, HCB, Bêta HCH	<b>Analyse :</b> GC-MS	
<b>Aliments non gras :</b>  Produits riches en eau	Détermination des résidus de dithiocarbamates et de bisulfures de thirame	<b>Préparation / Extraction :</b> Hydrolyse  <b>Analyse :</b> Spectrophotométrie (UV-Visible)	NF EN 12396-1 Octobre 1998
<b>Produits acides et riches en eau</b>  <b>Produits pauvres en eau et en matière grasse :</b> céréales et produits dérivés	<b>Résidus de pesticides :</b>  <u>Organophosphorés :</u> Dichlorvos, Diazinon, Chlorpyrifos Méthyl, Pirimiphos Méthyl, Malathion, Chlorpyrifos Ethyl, Trichloronate, Quinalphos, Disulfoton	<b>Préparation / Extraction :</b> Solide / Liquide à froid Liquide / Liquide  <b>Purification :</b> SPE  <b>Analyse :</b> GC-MS/MS	Méthode interne (référence et indice de révision à préciser) adaptée des normes NF EN 12393-1 NF EN 12393-2 NF EN 12393-3
<b>Plantes aromatiques et médicinales</b>  <b>Epices</b>	<u>Hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) :</u> Benzo(b)fluoranthène, Benzo(a) anthracène, Chrysene, Benzo(a)pyrène	<b>Préparation / Extraction :</b> Sous pression à chaud  <b>Analyse :</b> GC-MS/MS	Méthode interne (référence et indice de révision à préciser)

*Commentaire : Le laboratoire est accrédité pour pratiquer les analyses décrites en respectant strictement la méthode mentionnée en référence dans la portée.*

### **Exemple d'expression de portée pour une demande de type A2**

Ce type de portée A2 est particulièrement adapté pour les laboratoires qui pratiquent des méthodes reconnues (exemples : texte normatif) susceptibles d'être fréquemment révisées et qui souhaitent avoir la possibilité, entre deux évaluations sur site du Cofrac, d'utiliser leur accréditation sur les révisions successives de ces méthodes, dès lors que les révisions n'impliquent pas la mise en œuvre de nouvelles compétences. La définition des méthodes reconnues étant précisée dans le document LAB REF 08.

Lors de l'évolution des méthodes reconnues citées en référence dans la portée d'accréditation, à la suite de nouvelles éditions ou révisions, le laboratoire mettra en application la nouvelle version selon les modalités qu'il aura définies dans son système de management de la qualité et ce dans un délai de 6 mois à compter de la date de parution de la nouvelle version.

Si la révision de la méthode reconnue implique une nouvelle compétence, le laboratoire doit se soumettre à une évaluation du Cofrac avant de pouvoir revendiquer l'application de la méthode révisée sous accréditation.

<b>Agroalimentaire / Divers aliments / Analyses physico-chimiques</b> (Analyses de résidus de pesticides et de contaminants organiques dans les denrées alimentaires destinées à l'homme ou aux animaux et les matrices biologiques d'origine animale - LAB GTA 26/99-2)			
<b>Objet</b>	<b>Caractéristique mesurée ou recherchée</b>	<b>Principe de la méthode</b>	<b>Référence de la méthode</b>
<b>Produits gras d'origine animale :</b>  Matière grasse Produits de la pêche Produits carnés	Chlordécone	<b>Préparation / Extraction :</b> Solide / liquide à froid  <b>Purification :</b> Partage liquide / liquide  <b>Analyse :</b> LC-MS/MS	Méthode Anses Maisons-Alfort LSA-INS-0164
<b>Aliments non gras d'origine végétale :</b>  Produits riches en eau	Détermination du chlorméquat et du mépiquat	<b>Préparation / Extraction :</b> Solide / liquide à froid  <b>Analyse :</b> LC-MS/MS	NF EN 15055
<b>Produits gras d'origine animale :</b>  Produits de la pêche Produits carnés Ovoproduits Produits laitiers	<u>Hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) :</u> Anthracène, Benz[a]anthracène, Benzo[b]fluoranthène, Benzo[a]pyrène, Chrystène, Fluorène, Indéno[1,2,3-c]pyrène, Phénanthrène, Pyrène	<b>Préparation / Extraction :</b> Lyophilisation  <b>Purification :</b> SPE  <b>Analyse :</b> GC-HRMS Dilution isotopique	Méthode LABERCA/HAP-al.1

*Commentaire :* Le laboratoire est accrédité pour pratiquer les analyses en suivant la méthode décrite dans le référentiel, dans sa version en vigueur au moment de l'évaluation initiale et dans ses versions ultérieures. Il lui appartient d'établir sa capacité à maîtriser et mettre en œuvre la méthode révisée.

La mise en œuvre de la méthode reconnue révisée ne doit pas mobiliser des compétences qui n'auraient pas préalablement été démontrées dans le cadre de l'accréditation.

### **Exemple d'expression de portée pour une demande de type A3**

Ce type de flexibilité est particulièrement adapté pour les laboratoires qui souhaitent avoir la possibilité, entre deux visites d'évaluation du Cofrac, d'utiliser sous accréditation des méthodes reconnues reposant sur des compétences techniques qu'ils ont précédemment démontrées (adopter par exemple des normes de différentes origines).

#### **Portée générale\***

<b>Agroalimentaire / Divers aliments / Analyses physico-chimiques</b> (Analyses de résidus de pesticides et de contaminants organiques dans les denrées alimentaires destinées à l'homme ou aux animaux et les matrices biologiques d'origine animale - LAB GTA 26/99-2)		
<b>Objet</b>	<b>Caractéristique mesurée ou recherchée</b>	<b>Principe de la méthode</b>
Aliments d'origine végétale	Résidus de pesticides	<b>Préparation / Extraction :</b> Solide / liquide à froid Liquide / liquide
Aliments non gras		<b>Purification</b> SPE dispersive  <b>Analyse :</b> GC-MS LC-MS/MS

\*Le laboratoire a la possibilité de mettre en œuvre toute méthode reconnue dans ce domaine de compétence.



**Portée détaillée\*\***

<b>Agroalimentaire / Divers aliments / Analyses physico-chimiques</b> <i>(Analyses de résidus de pesticides et de contaminants organiques dans les denrées alimentaires destinées à l'homme ou aux animaux et les matrices biologiques d'origine animale - LAB GTA 26/99-2)</i>			
<b>Objet</b>	<b>Caractéristique mesurée ou recherchée</b>	<b>Principe de la méthode</b>	<b>Référence de la méthode</b>
<b>Aliments d'origine végétale :</b>  Produits pauvres en eau et en matière grasse Produits riches en eau	<u>Résidus de pesticides :</u> alpha-cyperméthrine, azoxystrobine, bifenthrine, chlorfenvinphos, chlorothalonil, chlorprophame, chlorpyrifos-éthyl, cyprodinil, deltaméthrine	<b>Préparation / Extraction :</b> Solide / liquide à froid  <b>Purification :</b> SPE dispersive  <b>Analyse :</b> GC-MS	NF EN 15662 (méthode QuEChERS)
<b>Aliments non gras :</b>  Produits riches en eau : Légumes feuilles	Détermination des résidus de bromure	<b>Préparation / Extraction :</b> Liquide / liquide  <b>Analyse :</b> GC-MS	NF EN 13191-2
<b>Aliments non gras :</b>  Produits pauvres en eau et en matière grasse	Détermination du chlorméquat et du mépiquat	<b>Préparation / Extraction :</b> Solide / liquide à froid  <b>Analyse :</b> LC-MS/MS	NF EN 15055

\*\*La liste exhaustive des analyses proposées sous accréditation est tenue à jour par le laboratoire.

*Commentaire :* Le laboratoire est accrédité pour pratiquer les analyses dans le domaine décrit dans la portée en utilisant toute méthode reconnue disponible que les compétences reconnues au moment de l'accréditation lui permettent de mettre en œuvre.

Il lui appartient d'établir sa capacité à maîtriser et mettre en pratique la méthode retenue.

Le laboratoire doit documenter et tenir à disposition permanente du Cofrac la liste détaillée des analyses et, en particulier, des méthodes qu'il propose dans le cadre de son accréditation.

Lors des visites d'évaluation, les évaluateurs du Cofrac vérifient que les méthodes référencées dans cette liste, et utilisées sous accréditation, correspondent effectivement au champ de compétences initialement démontré.

**Exemple d'expression de portée pour une demande de type B**

Ce type de portée permet au laboratoire d'adapter ou de développer les méthodes dont il a besoin et de les utiliser sous couvert de l'accréditation sans évaluation préalable du Cofrac, à la condition que les méthodes adaptées/développées soient validées par le laboratoire avant emploi et que leurs caractéristiques restent dans les champs de possibilités répertoriés dans la portée d'accréditation (portée générale).

En fonction de la portée détaillée revendiquée par le laboratoire, la portée générale et le commentaire associé seront adaptés pour correspondre aux besoins du laboratoire et aux compétences démontrées.

**Portée générale\***

<b>Agroalimentaire / Divers aliments / Analyses physico-chimiques</b> (Analyses de résidus de pesticides et de contaminants organiques dans les denrées alimentaires destinées à l'homme ou aux animaux et les matrices biologiques d'origine animale - LAB GTA 26/99-2)		
<b>Objet</b>	<b>Caractéristique mesurée ou recherchée</b>	<b>Principe de la méthode</b>
Produits d'origine végétale et animale  Alimentation animale	Résidus de pesticides	<b>Préparation / Extraction :</b> Solide / Liquide à froid  <b>Purification :</b> SPE SPE dispersive  <b>Analyse :</b> LC-MS/MS, GC-MS/MS

\*Le laboratoire est reconnu compétent pour mettre en œuvre ou adapter dans le domaine couvert par la portée générale toute méthode reconnue et pour développer toute autre méthode dont il aura assuré la validation.

**Portée détaillée\*\***

<b>Agroalimentaire / Divers aliments / Analyses physico-chimiques</b> (Analyses de résidus de pesticides et de contaminants organiques dans les denrées alimentaires destinées à l'homme ou aux animaux et les matrices biologiques d'origine animale - LAB GTA 26/99-2)			
<b>Objet</b>	<b>Caractéristique mesurée ou recherchée</b>	<b>Principe de la méthode</b>	<b>Référence de la méthode</b>
<b>Produits d'origine végétale</b>  Produits acides et riches en eau  Produits riches en huile	<b>Résidus de pesticides :</b>  <u>Organophosphorés :</u> Chlorpyrifos ethyl, Isofenphos methyl, Malathion, Parathion methyl, Phosalone, Pirimiphos methyl	<b>Préparation / Extraction :</b> Solide / Liquide à froid  <b>Purification :</b> SPE	Méthode interne (référence à préciser)
<b>Produits d'origine animale</b>  Produits laitiers Produits carnés	<u>Organochlorés :</u> Chlorpropham, Procymidone, Propyzamide, Vinchlozoline, Myclobutanil	<b>Analyse :</b> GC-MS/MS	
<b>Produits d'origine végétale</b>  Produits riches en huile	<b>Résidus de pesticides :</b>  <u>Organophosphorés :</u> Chlorpyrifos ethyl Malathion, Parathion methyl, Phosalone, Pirimiphos methyl  <u>Organochlorés :</u> Procymidone, Propyzamide, Vinchlozoline, Myclobutanil	<b>Préparation / Extraction :</b> Solide / Liquide à froid  <b>Purification :</b> SPE dispersive	Méthode interne (référence à préciser)
<b>Aliments pour animaux</b>  Matières grasses	<u>Pyréthroïdes :</u> Bifenthrine, Cyhalothrine	<b>Analyse :</b> GC-MS/MS	
<b>Produits d'origine animale</b>  Produits laitiers	<b>Résidus de pesticides :</b>  <u>Organochlorés :</u> Chlorobenzilate, Oxadiazon, Quinoxifen, Vinchlozoline  <u>Organophosphorés :</u> Chlorpyrifos éthyl, Diazinon, Dichlofenthion, Ethoprophos, Pylimiphos-Méthyl, Quinalphos, Sulfotep, Terbuphos	<b>Préparation / Extraction :</b> Solide / Liquide à froid  <b>Analyse :</b> GC-MS/MS	Méthode interne (référence à préciser) adaptée de la norme NF EN 1528

<b>Agroalimentaire / Divers aliments / Analyses physico-chimiques</b> (Analyses de résidus de pesticides et de contaminants organiques dans les denrées alimentaires destinées à l'homme ou aux animaux et les matrices biologiques d'origine animale - LAB GTA 26/99-2)			
<b>Objet</b>	<b>Caractéristique mesurée ou recherchée</b>	<b>Principe de la méthode</b>	<b>Référence de la méthode</b>
<b>Produits d'origine végétale</b>  Produits pauvres en eau et en matière grasse	Dosage des pesticides Ethephon	<b>Préparation / Extraction :</b> Solide / Liquide à froid  <b>Analyse</b> LC-MS/MS	Méthode Anses Maisons-Alfort LSA-INS-0170

\*\*La liste exhaustive des analyses proposées sous accréditation est tenue à jour par le laboratoire.

*Commentaire :* Le laboratoire est accrédité pour pratiquer les analyses dans le domaine décrit dans la portée générale. Il peut, dans ce domaine, adapter et mettre en œuvre toute méthode reconnue, et développer toute autre méthode que les compétences reconnues au moment de l'accréditation lui permettent de mettre en œuvre.

Il lui appartient d'assurer la validation des méthodes qu'il propose. Il doit établir et maintenir la compétence du personnel nécessaire à leur mise en œuvre.

Le laboratoire doit documenter et tenir à disposition permanente du Cofrac la liste détaillée des analyses et, en particulier, des méthodes qui entrent dans le cadre de son accréditation.

L'adéquation entre les méthodes pratiquées et les compétences du laboratoire fait l'objet d'un examen lors des évaluations par le Cofrac. Cet examen porte notamment sur le développement, l'adaptation et la validation des méthodes.

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI

## 7 GUIDE DE LECTURE DES EXIGENCES D'ACCREDITATION ET RECOMMANDATIONS

### 7.1 Généralités

L'aptitude d'un laboratoire à être accrédité par le Cofrac est examinée au regard du respect :

- des exigences de la norme NF EN ISO/CEI 17025,
- des exigences générales du Cofrac, principalement celles définies dans le document LAB REF 02,
- des explicitations de ces exigences pour le domaine technique en objet, approuvées par la Commission d'Accréditation Biologie et Agro-Alimentaire et déclinées ci-après.

### 7.2 Revue de contrat

#### **NF EN ISO/CEI 17025 § 4.4**

Si les teneurs en matière sèche ou en matière grasse entrent dans le calcul des résultats analytiques et que leur protocole de détermination n'est pas inclus dans la méthode, ces paramètres devront être réalisés sous accréditation pour que le résultat final soit couvert par l'accréditation.

### 7.3 Echantillons

#### **NF EN ISO/CEI 17025 § 5.8**

Dans le cadre des contrôles officiels, le laboratoire prendra en considération les éventuelles dispositions réglementaires relatives à la taille et la préparation de l'échantillon.

Réception des échantillons :

Les conditions de transport et de conservation doivent maintenir l'intégrité de l'échantillon et ne pas porter préjudice aux résultats.

Le laboratoire doit définir des critères d'acceptabilité des échantillons à réception (*a minima* la masse d'échantillon et/ou le nombre d'unités). Le contrôle de la conformité de l'échantillon à réception vis-à-vis des critères définis par le laboratoire sera tracé. Une estimation de la masse d'échantillon et/ou du nombre d'unités réceptionnés sera enregistrée.

Préparation des échantillons :

En règle générale, il convient de prendre toute disposition pour que les échantillons ne soient pas contaminés pendant leur préparation.

Pour les contaminants organiques dans les denrées alimentaires, il convient de veiller à ce que les contaminants à doser ne soient pas adsorbés sur la vaisselle utilisée.

Pour les HAP et les Dioxines en particulier, les matériaux plastiques doivent être évités et les récipients utilisés doivent être préalablement rincés avec un solvant adapté ou passés au four à 400°C.

La totalité de l'échantillon reçu par le laboratoire sera utilisée pour la préparation de l'échantillon de laboratoire. Seuls des échantillons bien homogénéisés permettent d'obtenir des résultats reproductibles.

A cet effet, il convient que le laboratoire définisse les points suivants :

- Modalités de sous-échantillonnage et quantité d'échantillon traité, lorsque ce n'est pas la totalité,
- Technique de broyage et d'homogénéisation retenue,
- Type d'équipement utilisé,
- Procédure de nettoyage des équipements.

Pour l'évaluation de la conformité d'un échantillon aux limites maximales réglementaires, le laboratoire doit suivre les dispositions prévues dans la réglementation quand celles-ci existent (exemple : Annexe I du règlement CE n°396/2005 pour les résidus de pesticides).

Quand le broyage d'un échantillon à température ambiante a une influence significative sur la dégradation de certaines molécules, il est recommandé d'homogénéiser l'échantillon à basse température.

#### 7.4 Réactifs et consommables

##### **NF EN ISO/CEI 17025 § 4.6**

Le laboratoire doit disposer d'une procédure pour la sélection, l'achat, la réception et le stockage des produits consommables qui ont des incidences sur la qualité des résultats (solvant, matériau ou colonne de purification, étalons de substances actives, etc).

Les matériaux/colonnes de purification devraient faire l'objet, avant toute utilisation d'un nouveau lot, d'une vérification de leur performance selon une procédure définie. Cette opération peut être envisageable au cours du passage des contrôles de routine (§ 7.8.2).

Les solutions de standards analytiques doivent être contrôlées selon une procédure définie. En particulier, les nouvelles solutions doivent être comparées aux anciennes par la répétition au minimum de 3 injections (5 injections recommandées) de chaque solution. La nouvelle solution est considérée comme référence (100 %) pour le calcul de la différence des moyennes. La moyenne des valeurs obtenues pour l'ancienne solution ne doit normalement pas différer de  $\pm 15\%$  par rapport à la moyenne des valeurs obtenues pour la nouvelle. En cas de dépassement, son origine doit être évaluée. Si la concentration de l'ancienne solution est remise en cause, une étude d'impact est requise.

#### 7.5 Méthodes

Le document LAB REF 08 précise la définition d'une méthode reconnue ainsi que le document LAB REF 16 lorsque l'accréditation intervient dans un contexte réglementaire.

Ces méthodes sont publiées dans des documents de référence par des organismes reconnus. Les éléments constitutifs du dossier de **caractérisation** sont définis dans le tableau 1 ci-dessous.

Pour toute méthode ayant fait l'objet d'une adaptation d'une méthode reconnue et toute méthode développée en interne, le laboratoire doit être à même de présenter à l'appui un dossier de validation conformément aux exigences de la norme NF EN ISO/CEI 17025 et du LAB REF 02. Les éléments constitutifs du dossier de **validation** sont définis dans le tableau 1 ci-dessous.

**Tableau 1 : Eléments constitutifs des dossiers de caractérisation / validation**

	<b>Méthode reconnue (caractérisation)</b>	<b>Méthode non reconnue (validation)</b>
<b>Linéarité</b>	X	X
<b>LD et/ou LQ à vérifier</b>	X	
<b>LD et/ou LQ à valider</b>		X
<b>Spécificité</b>		X
<b>Justesse (MRC, MRE, EIL, MRI, Rendements)</b>	X	X
<b>Répétabilité / Fidélité intermédiaire</b>	X	X
<b>Incertitude de mesure</b>	X	X
<b>Effet de matrice (optionnel)</b>		X

Afin de limiter les travaux de validation / caractérisation, les principaux objets soumis à analyse ont été regroupés en fonction de leurs spécificités analytiques. Une liste des groupes de matrices retenus est donnée en Annexe I.

Une matrice caractérise / valide la catégorie à laquelle elle appartient sauf pour les produits divers, les matrices biologiques d'origine animale (cf. Annexe I) pour lesquels une caractérisation / validation spécifique est nécessaire pour chaque matrice.

Pour caractériser / valider un groupe, le bon fonctionnement du processus analytique doit être démontré pour toutes les catégories du groupe. Pour cela, il convient de réaliser *a minima* :

- Une caractérisation / validation complète pour une matrice d'une catégorie (Cf tableau 1 ci-dessus),
- Un complément de la caractérisation / validation sur une des matrices de chaque autre catégorie du groupe par une vérification du rendement à la LQ **et** d'un rendement à la LMR (à défaut à 10LQ) ou par l'exploitation de données interlaboratoires (EIL avec un z-score ≤ |2|).

**Exemple :** validation du groupe des produits riches en eau

Exemple de matrice testée	Exemple de paramètres de validation	Validation obtenue
Pomme	Validation complète	Fruits à pépins, Fruits à noyau, Légumes fruits, Champignon frais
Poireau	EIL	Fruits à pépins, Fruits à noyau, Légumes fruits, Champignon frais Bulbes, Brassicées, Légumes tiges
Salade	Rendement à la LQ <b>et</b> LMR ou 10LQ	Fruits à pépins, Fruits à noyau, Légumes fruits, Champignon frais Bulbes, Brassicées, Légumes tiges, Légumes feuilles et herbes fraîches, Légumineuses, Feuilles des légumes-racines et légumes-tubercules
Carotte	Rendement à la LQ <b>et</b> LMR ou 10LQ <b>et/ou</b> EIL	Totalité des catégories = groupe des produits riches en eau

Il convient que la validation soit effectuée pour chaque molécule.

Pour toutes modifications apportées à une méthode sans modification de principe (changement de détecteur, de colonne de purification ou de chromatographie, etc), une étude d'impact sur les performances de la méthode doit être réalisée afin de statuer sur la nécessité de recaractériser / revalider la méthode.

**Note 1 :** Il appartient au laboratoire de démontrer que les performances de la méthode choisie sont en accord avec les exigences fixées (réglementaire, client, etc).

**Note 2 :** Pour les approches analytiques de type dilution isotopique (Dioxines, PCB, HAP, etc), une validation par catégorie comme indiqué précédemment n'est pas nécessaire. Une validation basée sur la nature de la matrice (liquide, solide, gras, non gras, ...) conviendrait. Les critères retenus seront justifiés par le laboratoire. Une vérification *a minima* à la LQ sera effectuée pour chaque nouvelle matrice de même nature initialement validée.

**Note 3 :** Dans le cas de différents processus analytiques (ex : étapes de purification) associés à une même méthode, il convient que ceux-ci soient caractérisés / validés.

**Exemple :** une laitue et une mâche appartiennent au même groupe de matrices (produits riches en eau) mais peuvent requérir un processus analytique différent (étape de purification différente pour éliminer les pigments de la mâche).

**Note 4 :** Pour la validation, procéder par exemple *a minima* à 3 séries de 2 essais à la LQ et à la LMR (ou à défaut à 10 LQ).

Pour chaque niveau d'ajout, la moyenne des taux de récupération devrait être comprise entre 70% et 120% avec un coefficient de variation inférieur ou égal à 20% en conditions de reproductibilité intralaboratoire (critère d'acceptabilité de la méthode) ou satisfaire les critères de performance qui auraient pu être fixés par voie réglementaire.

Dans le cas d'une approche par dilution isotopique (Dioxines, PCB), la moyenne des taux de récupération des étalons internes marqués devrait être comprise entre 30 et 140% avec un coefficient de variation inférieur ou égal à 20% en conditions de reproductibilité intralaboratoire.

**Note 5 :** Pour les produits transformés et selon leur complexité, le laboratoire pourra :

- Soit se rapprocher des groupes définis dans l'Annexe I,
- Soit créer des groupes de validation tenant compte des caractéristiques majoritaires de ses produits (riches en huile, eau, sucre, fibres, ...).

**Exemples :**

- Le produit « purée de légumes » est à rapprocher des groupes produits végétaux riches en eau,
- Les produits « pizza, sandwich, burger » pourraient constituer un même groupe de validation,
- Les produits cuisinés « cassoulet, saucisses lentilles » pourraient constituer un groupe de validation produits carnés/féculents.

7.6 Installation et conditions ambiantes

**NF EN ISO/CEI 17025 § 5.3**

Les standards analytiques seront manipulés dans une zone indépendante permettant de s'assurer de l'absence de contamination des échantillons destinés à l'analyse.

De plus, la disposition des locaux et l'organisation des flux devront permettre d'éviter toutes contaminations croisées.

7.7 Equipements – Traçabilité du mesurage

**NF EN ISO/CEI 17025 § 5.6**

Les équipements de mesure critiques doivent faire l'objet d'un raccordement métrologique conformément aux dispositions décrites dans la norme NF EN ISO/CEI 17025 et le document Cofrac LAB REF 02.

La vérification des appareils listés ci-dessous (liste non exhaustive) peut se faire par l'utilisation de matériaux de référence (MRC, MRE, MRI, supplémentation) :

- Chaines chromatographiques (liquide ou gazeuse) couplées ou non à la spectrométrie de masse,
- Spectrophotomètre UV/Visible (dans le cadre de mesure relative, le raccordement par des filtres certifiés n'est pas exigé. Par contre, les méthodes reposant sur des mesures absolues d'absorbance nécessitent l'étalonnage du spectrophotomètre en longueur d'onde et en absorbance par des matériaux raccordés),
- Automates d'extraction et de purification.

Par ailleurs, le laboratoire suivra certaines préconisations pour :

- Les instruments volumétriques à piston (micropipettes) : un certificat d'étalonnage avec la marque Cofrac (ou de tout autre organisme signataire de l'accord multilatéral de reconnaissance d'équivalence étalonnage d'EA ou d'ILAC) ou un certificat d'étalonnage réalisé par un laboratoire national de métrologie du domaine et signataire de l'arrangement de reconnaissance mutuelle du CIPM permet d'assurer un raccordement au SI. Toutefois, un

raccordement interne au SI par pesée suivant une procédure détaillée est recevable. Dans tous les cas, une vérification intermédiaire régulière de ce matériel peut s'avérer nécessaire (niveau de risque à évaluer par le laboratoire en fonction de son utilisation).

- La verrerie jaugée de classe A ( fioles, pipettes ) : un contrôle métrologique n'est pas nécessaire mais peut être envisagé en cas de dérive analytique.
- Les enceintes thermostatiques : 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 acceptable. Chaque laboratoire définit la criticité des produits contenus dans ses enceintes et adapte les contrôles à mettre en place pour assurer la qualité des résultats. Dans tous les cas, le dispositif de mesure de température utilisé pour le suivi est à raccorder au SI.

## 7.8 Qualité des résultats

### **NF EN ISO/CEI 17025 § 5.9**

Le laboratoire doit disposer d'une procédure de maîtrise de la qualité pour surveiller régulièrement la validité des essais réalisés (autocontrôle) conformément aux exigences de la norme NF EN ISO/CEI 17025 et à celles du LAB REF 02 dans le cas où cela ne serait pas défini au niveau de la méthode ou dans la réglementation en vigueur.

S'il existe des performances fixées réglementairement, celles-ci devront être suivies (exemple : méthode EPA 1613, Dioxines, etc).

#### **7.8.1 Paramètres et critères d'identification des analytes**

Les tolérances affectées aux temps de rétention recommandées en fonction des systèmes chromatographiques sont *a maxima*  $\pm 0,2$  minutes en GC et en LC. Une tolérance plus large sur le temps de rétention peut être acceptée lorsque les temps de rétention et la forme des pics de l'analyte correspondent à ceux du standard marqué ou à une mise en évidence au cours de la validation.

En matière de détection par spectrométrie de masse, celle-ci peut être effectuée à l'aide de techniques telles que l'enregistrement de spectres de masse complets (balayage complet ou FULL SCAN) ou la mesure d'ions sélectionnés (Selected Ion Monitoring, SIM), la mesure de réactions sélectionnées (Selected Reaction Monitoring, SRM), ou d'autres techniques adaptées, associées aux modes d'ionisation appropriés.

Les critères d'identification sont regroupés dans le tableau 2 ci-dessous. Ils doivent être considérés comme étant une aide à l'identification mais ils ne constituent pas un critère absolu pour confirmer ou infirmer la présence d'un analyte.

Tableau 2 : Critères d'identification des analytes



DéTECTEUR SM / caractéristiques	Système analytique	Acquisition	Exigences d'identification	
			Nombre minimum d'ions	Autre
Unité de résolution de masse	Quadripôle, Trappe ionique, TOF	Full Scan, rapport m/z, SIM	3 ions	Rapport signal / bruit $\geq 3^{(e)}$  Les pics chromatographiques des ions extraits pour chaque analyte doivent se superposer entièrement.  Intensité relative des ions détectés : $\pm 30\%$ de la moyenne de l'intensité relative des solutions étalons mesurées dans la même séquence.
MS/MS	Triple quadripôle, trappe ionique, Q-Trappe, Q-TOF, Q-Orbitrap	Suivi de réaction spécifique ou multiple (SRM, MRM), résolution de l'ion précurseur supérieure ou égale à l'unité de masse	2 ions fils	
Mesure de masse exacte (haute résolution)	HRMS : Q-TOF, Q-Orbitrap, FT-ICR-MS, secteur magnétique MS	Full Scan, rapport m/z, SIM, fragmentation avec ou sans ion précurseur sélectionné ou autres combinaisons  Combinaison entre MS et MS/MS pour l'ion précurseur avec une résolution supérieure ou égale à l'unité de masse	2 ions avec précision de masse $\leq 5$ ppm <sup>(a, b, c)</sup>  <u>2 ions :</u> 1 ion moléculaire, molécule (dé)protonée ou 1 ion adduit avec une précision en masse $\leq 5$ ppm <sup>(c)</sup> <u>plus</u> 1 ion fils MS/MS <sup>(d)</sup>	

a : comprenant de préférence un ion moléculaire, une molécule (de)protonée ou un ion adduit.

b : comprenant au moins un ion précurseur.

c :  $< 1$  mDa pour  $m/z < 200$ .

d : aucune exigence spécifique pour la précision en masse.

e : dans le cas où le bruit est absent, un signal doit être présent dans au moins 5 analyses ultérieures.

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, des suppléments d'extraits, l'utilisation de colonnes et de sources d'ionisation différentes, les profils chromatographiques des isomères, etc.

### 7.8.2 Contrôles de routine

Pour les contrôles de routine, il convient d'utiliser des échantillons supplémentés à des niveaux que le laboratoire peut faire varier de la LQ à 2-10 LQ et /ou LMR ou tous autres niveaux pertinents. Le laboratoire devrait disposer d'une procédure de réalisation des suppléments.

Des matériaux de référence (MRE, MRI, MRC) peuvent également être utilisés. La réalisation de cartes de contrôle est à privilégier.

Pour chaque groupe de matrices, de préférence chaque catégorie de matrice, un suivi du taux de récupération devra être réalisé à une fréquence permettant de surveiller l'ensemble des analytes et des groupes de matrices de la portée d'accréditation sur une période maximale d'une année. Toutefois, au sein d'une même catégorie, lorsqu'une matrice particulière engendre une réponse atypique (exemple d'une matrice fortement pigmentée) il peut être pertinent de réaliser ce suivi du taux de récupération spécifiquement sur la dite matrice.

Il conviendra de démontrer que le système analytique permet d'atteindre les limites de quantification de la méthode à chaque série analytique.

Enfin, le laboratoire a l'obligation de participer à des essais interlaboratoires (EIL) pour les paramètres objets de l'accréditation quand de tels circuits existent et sont appropriés. L'exploitation de ces résultats doit être réalisée conformément aux exigences de la NF EN ISO/CEI 17025.

## 7.9 Rapport d'analyse

### NF EN ISO/CEI 17025 § 5.10

Les résultats doivent être exprimés dans les mêmes unités que les teneurs maximales fixées par la réglementation.

Le nombre de chiffres significatifs est à la responsabilité du laboratoire dans le cas de dispositions réglementaires.

L'incertitude de mesure doit obligatoirement être évaluée par le laboratoire pour chaque essai de sa portée d'accréditation. L'utilisation de l'incertitude de mesure dans le rapport d'analyse est fonction à la fois des exigences exprimées par le client et de celles contenues dans les référentiels. Elle peut être reportée sur le rapport d'essai sous la forme  $y \pm U$  ( $U$ =incertitude élargie avec un facteur d'élargissement  $k=2$  à  $P 95\%$ ) conformément aux dispositions établies dans le LAB REF 02.

Pour chaque molécule recherchée, lorsque la teneur dans l'échantillon est inférieure à la LQ, la limite de quantification doit être mentionnée sur le rapport d'essai.

Selon les dispositions réglementaires, il conviendra :

- de reporter le résultat sous forme corrigée ou non du taux de récupération et de le mentionner dans le rapport d'essai,
- de reporter le résultat analytique conformément à la définition du résidu (Cf Annexes II et III du règlement CE 396/2005),
- dans le cas de définitions complexes, toutes les molécules doivent être reportées individuellement,
- de mentionner clairement sur le rapport d'analyse si le laboratoire n'est pas en mesure d'analyser la somme complète des composés inclus dans la définition du résidu.

**Exemple pour résidus de pesticides :** lorsque la définition du résidu (cf Annexes II et III du règlement CE 396/2005) correspond à la somme de plusieurs composés, et que le laboratoire en a recherché la totalité, le résultat analytique doit sommer uniquement les valeurs quantifiées après application (si nécessaire) d'un facteur de correction du métabolite en produit parent. Dans le cas contraire, si les capacités analytiques du laboratoire ne permettent pas l'analyse de tous les composés, comme prévu dans la définition, une partie de somme peut être calculée et le laboratoire doit l'indiquer sur le rapport d'essai.

Dans le cadre des contrôles officiels, tous les composés sont < LOQ :

Définition du résidu C avec 3 composés :

- $LOQ C1 = 0.01 \text{ mg/kg}$   $FC1 = 1$
- $LOQ C2 = 0.01 \text{ mg/kg}$   $FC2 = 1.5$
- $LOQ C3 = 0.02 \text{ mg/kg}$   $FC3 = 0.8$

Rapport d'analyse :

- Reporter les  $LOQ_{\text{indiv}}$  des composés C1, C2 et C3
- Optionnel, reporter la somme des  $LOQ_{\text{indiv}}$  avec les facteurs de correction

Dans le cadre des contrôles officiels, un composé < LOQ et deux résultats quantitatifs :

Définition du résidu C avec 3 composés :

- $LOQ C1 = 0.01 \text{ mg/kg}$   $FC1 = 1$
- Valeur C2 =  $0.120 \text{ mg/kg}$   $FC2 = 1.5$
- Valeur C3 =  $0.050 \text{ mg/kg}$   $FC3 = 0.8$

Rapport d'analyse :

- Reporter la  $LOQ_{\text{indiv}}$  du composé C1
- Reporter les résultats quantitatifs individuels des composés C2 et C3
- Reporter la somme valeurs quantifiées uniquement avec les facteurs de correction

$$\text{Valeur C} = 0.120 \cdot 1.5 + 0.050 \cdot 0.8 = 0.220 \text{ mg/kg}$$

## 8 BIBLIOGRAPHIE

La liste ci-dessous est non exhaustive.

**NF V03-110** : Analyse des produits agricoles et alimentaires – Protocole de caractérisation en vue de la validation d'une méthode d'analyse quantitative par construction du profil d'exactitude.

**XP V03-111** : Analyse des produits agricoles et alimentaires – Protocole d'évaluation intra-laboratoire d'une méthode alternative d'analyse qualitative par rapport à une méthode de référence.

**NF T 90-210** : Protocole d'évaluation initiale des performances d'une méthode dans un laboratoire.

### Document SANCO

**Règlement (CE) N° 152/2009 de la Commission du 27 janvier 2009** portant fixation des méthodes d'échantillonnage et d'analyse destinées au contrôle officiel des aliments pour animaux.

**Règlement (CE) N° 396/2005 du Parlement européen et du Conseil du 23 février 2005** concernant les limites maximales applicables aux résidus de pesticides présents dans ou sur les denrées alimentaires et les aliments pour animaux d'origine végétale et animale et modifiant la directive 91/414/CEE du Conseil.

**Règlement (CE) N° 1881/2006 de la Commission du 19 décembre 2006** portant fixation de teneurs maximales pour certains contaminants dans les denrées alimentaires.

**Règlement (CE) N° 1882/2006 de la Commission du 19 décembre 2006** portant fixation des méthodes de prélèvement et d'analyse d'échantillons utilisées pour le contrôle officiel des teneurs en nitrates de certaines denrées alimentaires.

**Règlement (CE) N° 333/2007 de la Commission du 28 mars 2007** portant fixation des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en plomb, en cadmium, en mercure, en étain inorganique, en 3-MCPD et en benzo(a)pyrène dans les denrées alimentaires.

**Règlement (CE) N° 1883/2006 de la Commission du 19 décembre 2006** portant fixation des méthodes de prélèvement et d'analyse d'échantillons utilisées pour le contrôle officiel des teneurs en dioxines et en PCB de type dioxine de certaines denrées alimentaires.

**Directive 2002/63/CE de la Commission du 11 juillet 2002** fixant des méthodes communautaires de prélèvement d'échantillons pour le contrôle officiel des résidus de pesticides sur et dans les produits d'origine végétale et animale et abrogeant la directive 79/700/CEE.

**Décision 2002/657/CE de la Commission du 12 août 2002** portant modalités d'application de la directive 96/23/CE du Conseil en ce qui concerne les performances des méthodes d'analyse et l'interprétation des résultats.

## Annexe I : Groupes de matrices

### A ALIMENTATION HUMAINE

#### I-1 Produits d'origine végétale

Groupes	Catégories*	Matrices*
<b>Produits riches en eau</b> (Teneur en eau ≥ 60%)	Fruits à pépins Fruits à noyau Légumes fruits Champignon frais	Pomme, poire Pêche, cerise, abricot Tomate, poivron, concombre melon Chanterelle
	Bulbes Brassicées Légumes tiges	Oignon, ail, échalote Choux fleur, choux de Bruxelles brocolis, Poireau, céleri, asperge
	Légumes feuilles et fines herbes Légumineuses Feuilles des légumes-racines et légumes-tubercules	Salade, épinard, basilic Petits pois, haricot vert Feuille de betterave à sucre et fourragère, feuille de vigne fraîche
	Racines et Tubercules	Racine de betterave fourragère et sucrière, carotte, pomme de terre, patate douce
	Autres produits (à préciser)	
<b>Produits riches en huile</b>	Noix	Noix, noisettes
	Graines oléagineuses	Colza, tournesol, graine de coton, soja, arachide, sésame, huiles et préparations à base de corps gras d'origine végétale (ex : beurre de cacahuètes)
	Autres produits gras	Olive, avocat et produits dérivés
	Autres produits (à préciser)	
<b>Produits acides et riches en eau</b>	Agrumes	Citron, mandarine, orange
	Fruits rouges	Fraise, myrtille, framboise, cassis, groseille, raisin
	Autres fruits acides	Kiwi, ananas, rhubarbe
<b>Produits riches en sucre et faible en eau</b>	Fruits secs	Raisin sec, abricot sec, confiture
	Autres produits (à préciser)	
<b>Produits pauvres en eau et en matière grasse</b> (Teneur en eau < 60%)	Céréales et produits dérivés	Blé, seigle, orge, avoine, maïs, riz, farine, son, semoule
	Légumes secs	Lentille, haricot sec, féverole, fève
	Autres produits (à préciser)	
<b>Epices</b>	Graines, Fruits	Fenouil, poivre, vanille, piment séché, noix de muscade
	Ecorces et Racines	Cannelle, gingembre
	Boutons, Fleurs, Arilles	Clous de girofle, safran
	Autres produits (à préciser)	
<b>Plantes aromatiques et médicinales</b>	Thés	Thé noir, thé rouge, thé vert
	Graines	Café vert, café torréfié, kola
	Fleurs	Camomille, jasmin, lavande, verveine, thym
	Feuilles	Fraise, maté, feuille de vigne séchée, basilic, romarin
	Racines	Ginseng
	Autres produits (à préciser)	
<b>Produits divers</b>	Tabac, houblon, cacao	

Groupes	Catégories*	Matrices*
Boissons alcoolisées	Vins	
	Spiritueux	
	Bières	
	Cidres	
	Autres produits (à préciser)	
Jus de fruits et de légumes		
Sodas	Cola, limonade, tonic	
	Autres produits (à préciser)	

\*Liste non exhaustive

## I-2 Produits d'origine animale

Groupes	Catégories*	Matrices*
Produits de la ruche	Miel	Miel
	Gelée royale	Gelée royale
	Pollen	Pollen
	Autres produits (à préciser)	
Produits laitiers	Lait, yaourt,	Lait de vache, de chèvre de bufflesse et de brebis, yaourt, lait fermenté
	Fromages, pâtes molles et pâtes dures	Fromage de vache, chèvre, brebis
	Produit très gras	Beurre, crème
	Autres produits (à préciser)	
Produits carnés	Viandes rouges, viande blanches abats	Bœuf, porc, agneau, cheval, poulet, canard, dinde, rein, foie
	Autres produits (à préciser)	
Matières grasses	Graisses	Saindoux, tissu gras (périrénal, sous-cutané), huile de poisson
Produits de la pêche	Poisson	Morue, saumon, truite
	Mollusques, crustacés	Huître, moule, crabe, homard, crevette
	Autres produits (à préciser)	
Ovoproduits	Œufs	Œufs de poules, de canards et de cailles
	Autres produits (à préciser)	

\* Liste non exhaustive

## B ALIMENTATION ANIMALE

Groupes	Catégories*	Matrices*
<b>Aliments pour animaux</b>	Composés minéraux	Argile, sulfate, composés minéraux vitaminés
	Farines d'origine animale	Farine de poissons, farine de viandes
	Aliments composés	Aliments bovins, aliments poissons, aliments pour animaux de compagnie, aliments d'allaitement
	Matières premières d'origine végétale	Fourrage, ensilage, tourteaux oléagineux, céréales, protéagineux, sous-produits céréaliers
	Matières grasses	Huile de poissons, huile végétale, graisse animale
	Autres produits (à préciser)	

\* Liste non exhaustive

## C MATRICES BIOLOGIQUES D'ORIGINE ANIMALE

Groupes	Catégories*	Matrices
<b>Sang et produits dérivés</b>	Plasma	
	Sérum	
	Autres produits (à préciser)	
<b>Poil</b>		
<b>Urine</b>		

\* Liste non exhaustive

## Annexe II : Caractéristique mesurée ou recherchée

<b>Pesticides*</b>
Organochlorés
Organophosphorés
Pyréthroïdes
Carbamates
Triazoles
Sulfonylurées
Autres pesticides (à préciser)

<b>Contaminants organiques*</b>
Dioxines
Furanes
PCB
PBDE
HAP
PFC
Mélatamine
Acrylamide
3-MCPD
Phtalates
Anisoles
Autres contaminants (à préciser)

\* Liste non exhaustive. Pour chaque famille, il conviendra (le cas échéant) de préciser la liste des molécules concernées.

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI

### Annexe III : Principe de la méthode

Préparation / Extraction*	Purification*
Solide / liquide à froid	Partage liquide / liquide
Liquide / liquide	Immunoaffinité
Solide/liquide à chaud	Chromatographie par perméation de gel (GPC)
Sous pression à chaud (PFE)	Précipitation
Espace de tête (Headspace)	Cryogénie
Micro extraction en phase solide (SPME)	SPE et SPE dispersive
Lyophilisation	Dérivation
Hydrolyse	Autre technique (à préciser)
Autre principe (à préciser)	

\* Liste non exhaustive

Détection et quantification*	
Technique	Abréviations
Chromatographie en phase gazeuse (détection ionisation de flamme, capture d'électrons, thermoionique, photométrie de flamme, conductivité électrochimique)	GC-FID, GC-ECD, GC-TSD, GC-FPD, GC-PFPD, GC-ELCD
Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse	GC-MS GC-MS/MS
Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse de haute résolution	GC-HRMS LC-HRMS
Chromatographie liquide à haute performance (détection UV-Visible, fluorimétrie)	LC-UV, LC-VIS, LC-DAD LC-FLUO
Chromatographie liquide à haute performance couplée à la spectrométrie de masse	LC-MS LC-MS/MS
Chromatographie ionique (détection par conductimétrie)	IC-Conductimetry
Spectrophotométrie (UV-Visible)	
Autre technique (à préciser)	

\* Liste non exhaustive