

UNION DES COMORES

**PROJET : STRATEGIE DE RENFORCEMENT DU SYSTEME  
SANITAIRE ET PHYTOSANITAIRE AU COMORES**

**Rapport de l'expert international en laboratoire pour la mise en place d'un laboratoire  
multidisciplinaire en union des Comores**

**Programme des Nations Unies pour le Développement**

**Rapport préparé par Pierre GAVARD  
Mission du 5 juillet au 12 août 2017**

## **TABLE DES MATIERES**

### **Introduction**

**A: Date de la mission**

**B: Termes du mandat**

**C: Déroulement de la mission et difficultés rencontrées**

**D: Actions entreprises:**

**-D-1 : Les analyses prévues dans le programme :**

**-D-2 : Evaluation des laboratoires**

**D-2-1 : Laboratoires ou structures visités :**

**D-2-2 : Bilan des visites par laboratoire**

**D-2-3 : Bilan général.**

**E: Les propositions :**

**F: Chronogramme :**

**Annexe :**

## **Introduction**

Cette mission s'inscrit dans le cadre du projet SPS « stratégie de renforcement du système sanitaire et phytosanitaire aux Comores » pour le renforcement du système de contrôle de la sécurité sanitaire des aliments au Comores. Cette mission a été précisée dans les termes de références préparés par l'équipe du projet pour que les Comores disposent d'un laboratoire officiel qui s'inscrive dans un processus de progrès pour obtenir l'accréditation. Cette intervention consistera en l'élaboration d'un projet de construction d'un laboratoire central multidisciplinaire de référence pour les analyses micro biologiques, physico chimique, et de contrôle qualité selon la norme ISO 17025 pour l'accréditation.

Nous avons donc engagé la mission en tenant compte des termes de références proposés.

### **A. DATE ET DUREE DE LA MISSION**

Conformément aux Termes de références, la mission s'est déroulée du 5 juillet au 12 août 2017.

### **B. TERMES DU MANDAT**

Sous la supervision de l'INRAPE, et la coordination de l'équipe projet SPS/PNUD, l'expert s'acquittera des tâches décrites ci-dessous :

Créer un dossier de faisabilité et de description du projet qui sera présenté sur place par l'expert.

Préparer un dossier qui décrira le phasage des différentes étapes d'installation du laboratoire :

- Les objectifs du laboratoire et les prestations attendues (statuts)
- Les infrastructures avec leurs spécifications techniques et les coûts,
- La mise en place des équipements en précisant le coût de l'acquisition et de la mise en place,
- Le profil du personnel assorti d'un plan de formation,
- Les relations entre les différentes étapes pour une harmonisation de la mise en œuvre des diverses étapes de l'installation du laboratoire ;

Le produit attendu est un document de projet qui contiendra les éléments suivants :

- Le plan du laboratoire finalisé conformément aux normes
- Une liste des équipements et matériels conformes aux normes selon les méthodes d'analyse appropriées
- Un répertoire des méthodes d'analyse en vigueur
- Une proposition de profil du personnel des laboratoires
- Une liste des réseaux de laboratoires d'inter comparaison
- Un plan de mise aux normes du laboratoire de l'usine de pêche

**Durée de la mission** 17 jours

**Lieu** : 10 de préparation du dossier en Europe, 7 jours de présentation aux Comores.

### **C. DEROULEMENT DE LA MISSION ET DIFFICULTES RENCONTREES**

Le consultant a été accueilli par l'équipe du projet du PNUD qui, tout au long de la mission, lui a fourni l'assistance utile.

Lors de la phase aux Comores, le consultant a apprécié l'implication de M. Hamza ABDOU AZALI du Ministère de la production, Directeur Général de l'INRAPE et de M. Hamid papa du PNUD

et Coordinateur technique du projet qui nous ont permis de mieux nous intégrer dans le contexte et de gérer en temps réel l'emploi du temps.

Un séminaire de validation du projet s'est tenu les jeudi 10 et vendredi 11 août 2017, l'intégration des remarques et les réponses apportées aux questions posées lors du séminaire ont permis la validation, par les participants, du projet préparé.

## **D. ACTIONS ENTREPRISES**

### **D-1 Préparation du document provisoire :**

Il était mentionné dans les Termes de Références que le laboratoire devait permettre de réaliser les analyses physico chimiques et microbiologiques des produits de pêches et halieutiques, des produits végétaux et agricoles et autres denrées alimentaires destinés à l'importation, à l'exportation et au marché national. D'un point de vue de la sécurité des aliments les grandes classes d'analyses à prévoir sont les suivantes :

- Les analyses microbiologiques : Ces analyses vont concerner principalement les aliments. Les contaminations microbiennes recherchées par ce type d'analyses sont très fréquentes et peuvent apparaître très rapidement dès qu'un contact de l'aliment a lieu avec une source de contamination.
  - Les analyses nutritionnelles : Ces analyses vont concerner les aliments et doivent servir à informer le consommateur et les autorités dans le cadre de l'évaluation de l'état nutritionnel de la population. La composition des aliments varie peu dans le temps et la fréquence des analyses est moins importante que pour les analyses microbiologiques. Les échantillons prélevés doivent être représentatifs du lot de production.
  - Les recherches de contaminants : Les contaminants tels que les résidus de pesticides, les mycotoxines, les métaux lourds ou les résidus de médicaments vétérinaires sont des analyses qui nécessitent de l'équipement plus lourd. Ces analyses s'intègrent dans des plans de surveillance des contaminants tant dans l'environnement que dans les produits finis ; puisque qu'il n'est plus possible de les éliminer lorsqu'ils sont présents la seule option reste la destruction des produits contaminés et la prévention pour éviter les contaminations. Les échantillons prélevés doivent être représentatifs du milieu ou du lot. Ces échantillons doivent être conservés de manière à éviter toute modification du produit pouvant modifier le résultat.
- ✓ Pour réaliser ces analyses, il est nécessaire que le laboratoire puisse avoir à disposition les techniques ou instruments suivants :
- Pour la microbiologie, le laboratoire doit disposer du matériel courant de microbiologie alimentaire tel que mélangeur, étuves, milieux de cultures, autoclave, ...).
  - Pour les recherches de contaminants, outre le matériel courant de laboratoire pour la préparation (extraction et purification), il est nécessaire de pouvoir disposer des méthodes suivantes :
    - La chromatographie en phase gazeuse couplée à des détecteurs spécifiques par capture d'électrons (ECD) ou pour la détection de l'azote et du phosphore (NPD) ou mieux couplée à la spectrométrie de masse simple ou en tandem.
    - La chromatographie liquide avec des détecteurs UV, à fluorescence ou mieux couplée à la détection par spectrométrie de masse simple ou en tandem.

- La spectrophotométrie d'absorption atomique à four graphite ou équivalente (ICP).
- Pour les analyses nutritionnelles, outre le matériel courant de laboratoire pour la préparation des échantillons, il est nécessaire de pouvoir disposer des méthodes suivantes :
  - Distillation Kjeldahl, extracteur de soxhlet, pH-mètre, réfractomètre, balances analytiques, étuves, ...

Sur la base de ces éléments, un premier document a été élaboré par le consultant et a été transmis à l'équipe pour étude le 14 juillet 2017. Suite à la réception de ce document provisoire, le Directeur Général de l'INRAPE a mis en place un groupe de travail sur le laboratoire qui a étudié le document durant la période du 15 juillet jusqu'au premier jour de la mission sur le terrain du consultant le 3 août 2017.

## **D-2 Mission au Comores**

Dans le cadre de cette mission, nous avons pu recueillir les remarques du groupe de travail sur le laboratoire, visiter les locaux du laboratoire de la Société Nationale des Pêches, rencontrer un cabinet d'architectes pour évaluation du terrain et affiner les coûts de construction. Le but était d'évaluer d'un point de vue technique l'ensemble des propositions faites dans le document provisoire. L'objectif étant de préparer une évaluation technique sur le projet. A la suite de cette phase technique, plusieurs rencontres ont été organisées avec des personnalités impliquées dans les prises de décisions pour présenter le projet et recueillir leurs commentaires.

- I. Autres personnalités ou structures rencontrées
  - a. M. le Vice-Président de l'Union des Comores
  - b. M. le Secrétaire Général du Gouvernement des Comores
  - c. Mme la représentante de l'OMS
  - d. Mme La Secrétaire Générale du Ministère de la Santé
  - e. M. Le Secrétaire Général du Ministère de la Production.
  - f. M. Le Directeur Général de la Société Nationale des Pêches
  - g. M. le coordonnateur du projet du Cadre Intégré Renforcé (CIR)
  - h. M. l'assistant du Représentant du PNUD aux Comores
  - i. M. le Directeur Général de l'INRAPE

## **II. Informations recueillies.**

Lors de la réunion avec le groupe de travail, le projet a été approuvé dans son ensemble mais quelques remarques ont été faites ou des questions ont été posées. L'ensemble des préoccupations a pu être abordé et les réponses fournies. Néanmoins les points relevés ont été pertinents et ont servi à enrichir le document projet final donné en annexe du présent rapport.

La demande a été faite par le directeur général de l'INRAPE de faire une proposition pour résoudre le problème de l'absence de laboratoire interne au niveau de la Société Nationale des Pêches. Un second projet plus léger a donc été préparé pour répondre à la demande.

Lors des discussions avec l'architecte, les coûts de construction ont été discutés en tenant compte que le bâtiment était à usage de laboratoire et que certains matériaux devant être utilisés augmentent sensiblement le coût par rapport à de la construction de bureaux ou de maisons individuelles. L'implantation sur la parcelle choisie a été aussi abordée et, afin de limiter les coûts de terrassement, une légère modification du plan a été proposée. Cette modification n'entraîne aucun changement sur les surfaces ou sur les aspects techniques.

Lors de la discussion avec M. Le Secrétaire Général du Gouvernement, il a été demandé si les aspects de contrôle des médicaments pouvaient être inclus dans les activités du laboratoire. Compte tenu que pour le contrôle de la concentration en principe actifs dans les médicaments mis sur le marché, les équipements sont similaires, Il a été possible d'intégrer le contrôle des médicaments dans le domaine d'activité du laboratoire. Le dimensionnement du bâtiment avait déjà été pensé pour accepter une augmentation d'activité et pour pouvoir installer plusieurs appareils du même type. L'introduction de cette activité peut donc être acceptée.

### III. Bilan des rencontres pour présenter le projet :

Le bilan général est clair, l'ensemble des personnes rencontrées a approuvé le projet. Tous les interlocuteurs sont convaincus de la nécessité de la mise en place du projet et ont approuvé la démarche présentée dans le document projet en annexe. Cette démarche propose de combiner l'installation rapide des premières activités au sein des locaux de la Société Nationale des Pêches (avant ou après rénovation) pour gagner du temps lors de l'installation du laboratoire central dans le nouveau bâtiment. L'introduction de l'activité de contrôle des médicaments qui dépend du ministère de la santé impliquera une indépendance de fonctionnement un peu plus stricte du laboratoire par rapport au Ministère de la Production. Ceci étant un critère pour l'accréditation et l'autorité compétente, cela ne doit pas poser de problème. Ceci n'exclut cependant pas que, pour des raisons budgétaires, le laboratoire soit rattaché à un ministère déjà existant.

#### **E: Les propositions :**

- Pour la mise en place du laboratoire.

Les étapes et leur séquence d'implantation ont été décrites en détail dans le document projet.

La mise en place du projet nécessitera du temps (environ 2ans selon la volonté politique et les financements). Un chronogramme a été établi pouvant servir de base à la planification.

#### **F : Chronogramme des expertises**

A notre avis, il est possible de débiter la mise en place du laboratoire au niveau de la Société Nationale des Pêches à partir de Novembre 2017 pour permettre de finaliser les financements et définir les missions de l'Autorité Compétente et de l'entreprise. Ceci devrait permettre de démarrer les analyses au cours des mois de mars ou avril 2018.

Pour le projet de laboratoire central multidisciplinaire, nous pourrions établir le chronogramme suivant :

**Septembre à décembre 2017** : Finalisation du financement auprès des partenaires.

#### **Janvier, février 2018 :**

Etudes préliminaires par le cabinet d'architecte pour préparation des documents finaux pour les entreprises de construction.

#### **Mars à juillet 2018 :**

Déroulement des travaux de gros œuvre.

#### **Août 2018 :**

1<sup>ère</sup> mission d'expertise pour valider la réalisation du gros œuvre et fournir les indications pour les travaux de finitions.

**Septembre à novembre 2018 :**

Réalisation des travaux intérieurs et de finitions.

**Décembre 2018 :**

2<sup>ème</sup> mission d'expertise pour valider la réalisation des travaux de finition avant la fin pour laisser le temps de corriger d'éventuelles non conformités et fournir les indications pour la fin des travaux de finitions.

**Janvier 2019 :**

Fin des travaux.

A partir de février 2019, les expertises techniques seront à même de renforcer les capacités du personnel affecté à des tâches bien précises pour amener l'ensemble du système à un niveau de reconnaissance internationale.

## **ANNEXE 1 : Document projet**



# **PROJET D'UN LABORATOIRE AU COMORES**

## **RAPPORT DE L'EXPERT INTERNATIONAL Version provisoire**

Projet

PNUD

**COMORES**

Par :  
Pierre GAVARD

août 2017

## I. INTRODUCTION

L'Union des Comores vise à promouvoir ses exportations agricoles vers des niches identifiées au niveau régional, international et ne peut y parvenir que si le système SPS est capable d'assurer la qualité des produits mis sur le marché. Pour cela, le projet vise à permettre au système SPS d'accompagner ces initiatives de développement agricole en assumant pleinement son rôle tel que stipulé dans l'Accord SPS (OMC).

Un système SPS efficace est un système capable de :

- (i) Protéger la santé humaine, à travers une réduction de l'impact des maladies d'origine alimentaire et des zoonoses,
- (ii) Protéger la santé animale à travers la lutte contre les maladies transfrontalières, notamment introduites par l'importation non contrôlée des animaux sur pieds et
- (iii) Préserver les végétaux. La protection de l'environnement contre l'introduction et la propagation des maladies et des ravageurs permet de sauvegarder le capital productif dont dispose le pays, de favoriser des gains de productivité à travers une meilleure gestion des nuisibles et des produits phytosanitaires, et enfin de
- (iv) Préserver l'écosystème vulnérable inhérent aux États insulaires et ainsi de conserver le patrimoine touristique du pays.

Par ailleurs, étant membre du COMESA, en négociant l'APE avec le groupe AFOA (pays de l'Afrique Orientale et Australe), des opportunités commerciales plus prometteuses se profilent à l'horizon des Comores. Bien que pas encore membre de l'OMC, les Comores s'engagent implicitement à respecter les règles de l'OMC car ces accords de partenariats économiques sont établis dans le respect des règles de l'OMC et y font souvent directement référence. Pour y parvenir le système SPS national doit être revu dans son intégralité et mis en conformité avec les exigences de l'Accord SPS.

Pour atteindre ces objectifs, le Ministère de la Production en collaboration avec la FAO sous l'appui technique de la CIPV et le PNUD dans le cadre du projet SPS/PNUD ont menés deux études diagnostics sous sectoriels (Protection des végétaux et laboratoire) dont les besoins en matière de renforcement des capacités sont identifiés, et ils ont aboutis à des recommandations pour le secteur laboratoire et un plan d'action sectoriel pour la protection des végétaux. En effet, il a été souligné la nécessité d'une mise à niveau des laboratoires devant réaliser les analyses physico chimiques et micro biologiques des produits de pêches et halieutiques, des produits végétaux et agricoles et des autres denrées alimentaires destinés à l'importation, à l'exportation et au marché national.

C'est dans ces conditions que le gouvernement Comorien a pris la décision de construire un laboratoire national central multidisciplinaire de contrôle de la qualité des produits alimentaires.

Le gouvernement et les entreprises des Comores ont besoin d'un laboratoire efficace.

Les entreprises ont aussi besoin d'un laboratoire pour être compétitives et pour pouvoir exporter. Elles doivent :

- Garantir aux consommateurs comoriens la sécurité des denrées alimentaires qu'ils sont en droit d'attendre.
- Pour optimiser leurs procédés. Elles ont alors besoin d'analyses fiables dont le délai de réponse doit être compatible avec les cadences de productions. Dans le cas de la filière halieutique, le dosage des sulfites ne doit pas prendre plus de quelques heures pour pouvoir corriger rapidement les doses ajoutées.
- Pour exporter, elles doivent pouvoir être sûre de la qualité des produits qu'elles commercialisent. Elles doivent pouvoir fournir à leurs clients un résultat d'analyse qui soit opposables aux résultats de leur client à l'étranger. Seul des résultats obtenus par un laboratoire accrédité peuvent apporter cette garantie. Ainsi elles peuvent envoyer la marchandise avec toutes les garanties nécessaires et pouvoir se défendre si le client fait faire une analyse dans un laboratoire étranger accrédité.

Les Comores ont donc besoin d'un laboratoire capable de réaliser les analyses de contrôle nécessitant du matériel et des compétences.

Ce laboratoire doit :

- Être reconnu au niveau national et international pour la qualité de ses analyses.
- Être performant pour répondre aux besoins des entreprises Comoriennes tant en termes de délai que de validité des résultats.
- Pouvoir, outre les analyses courantes de chimie (pH, acidité, Titration, volumétrie, ...), posséder et maîtriser les techniques suivantes : Absorption atomique, Chromatographie en phase liquide (HPLC) et Chromatographie en phase gazeuse couplées à la spectrométrie de masse nécessaires pour le contrôle des contaminants.
- Être identifié au niveau des entreprises comme le point ressource en termes d'analyses et de contrôles.

La sollicitation de l'appui du PNUD pour le montage du dossier du laboratoire doit aider à définir :

- Le champ d'action du laboratoire (les différentes analyses à réaliser dans le laboratoire),
- La stratégie de mise en place du laboratoire (mise en place optionnelle avec priorité aux produits de la pêche),
- Les ressources humaines nécessaires au fonctionnement du laboratoire.

L'Expert sélectionné et recruté pour la présente mission devra donc élaborer et mettre à disposition un dossier tel que décrit ci-après.

## II. PRESENTATION DU DOSSIER

L'objectif global du projet est de permettre d'une part, l'élaboration du projet de construction d'un laboratoire central de référence pour les analyses microbiologiques et physico chimiques selon la norme ISO 17025, et d'autres part, la maîtrise de l'état sanitaire, phytosanitaire et hygiénique des produits agricoles et agroalimentaires destinés à l'exportation et à l'importation.

- 1- Le dossier décrira le phasage des différentes étapes d'installation du laboratoire,
  - i. Les infrastructures avec leurs spécifications techniques et les coûts,
  - ii. La mise en place des équipements en donnant priorité aux analyses des produits de la pêche et en précisant pour chaque lot d'équipements le coût de l'acquisition et de la mise en place,
  - iii. Le profil du personnel assorti d'un plan de formation,
  - iv. Les relations entre les différentes étapes pour une harmonisation de la mise en œuvre des diverses étapes de l'installation du laboratoire ;
  
- 2- Le document du projet doit contenir :
  - i. D'une manière générale
    - le plan du laboratoire finalisé conformément aux normes ;
    - une liste des équipements et matériels conformes aux normes selon les méthodes d'analyse appropriées ;
    - un répertoire des méthodes d'analyse en vigueur ;
    - un plan de formation pour le personnel des laboratoires ;
    - une proposition de profil du personnel des laboratoires ;
    - une liste des réseaux de laboratoires d'inter comparaison ;

ii. D'une manière plus spécifique :

- Pour les bâtiments :
  - Proposer les plans pour la construction des laboratoires en conformité avec les critères de la norme ISO 17025 ;
  - valider les aspects techniques des réponses aux appels d'offres.
- Pour les équipements :
  - vérifier la conformité des méthodes requises pour les analyses ;
  - Proposer une liste de matériel nécessaire en conformité avec les normes des analyses nécessaires ;
- Pour les ressources humaines
  - Définir les besoins en personnel du laboratoire (organigramme) ;
  - Définir pour chaque poste les qualifications et expériences nécessaires ;
  - Définir pour le personnel les formations requises en complément des profils disponibles ;
  - Définir les profils et types de formation requis ;

**III. PRESENTATION DU PROJET :**

**a. Définition du besoin**

Les matrices à analyser sont définies dans le projet de la façon suivante :

- Produits de pêches et halieutiques,
- Produits végétaux et agricoles
- Autres denrées alimentaires destinées à l'importation, à l'exportation et au marché national.

Les analyses à réaliser sont les suivantes :

- Analyses physico chimiques
- Analyses microbiologiques

Les analyses physicochimiques se décomposent en deux catégories :

Les analyses compositionnelles et qualitatives

Ces analyses permettent de doser des composés devant être présents dans les produits et qui sont bien identifiés. Par exemple il est possible de citer les constituants protéines, glucides lipides ou plus particulièrement pour les Comores, la teneur en vanilline de la vanille.

La recherche des contaminants.

Ces molécules dont la présence n'est pas souhaitée doivent être dosées à des concentrations très basses. Elles ne sont pas particulièrement identifiées. Par exemple pour les pesticides, il est difficile de savoir quelle molécule pourrait être présente, il faudra donc en rechercher plusieurs. Ces contaminants ne sont pas spécifiques d'une région ou d'une matrice et doivent être contrôlés dans tous types de produits pour fournir des données permettant une analyse de risque au niveau national et en particulier de connaître l'exposition de la population à ces contaminants.

Les analyses microbiologiques sont plus transversales et les méthodes sont en général très proches et le matériel à utiliser est plus restreint.

La liste des paramètres et des méthodes qui devraient, à terme, être mis en place a été fournie.

Lors de la rencontre avec M. le Secrétaire Général du Gouvernement, la question du contrôle des médicaments a été posée. Le projet présenté peut tout à fait inclure des analyses de contrôle de médicaments. Les équipements analytiques proposés dans ce projet sont aussi utilisables pour le contrôle de la présence et la quantification des principes actifs dans les médicaments. De plus, au vu des budgets nécessaires pour la construction et le fonctionnement d'un laboratoire de ce type, il est intéressant voir nécessaire de coupler les deux activités. Ceci permettra de rentabiliser le matériel qui est prévu pour fonctionner 100 % du temps et d'optimiser l'utilisation des compétences acquises lors des formations.

Les responsables du laboratoire devront organiser l'utilisation du matériel pour le démarrage et par la suite, si la quantité d'analyses le justifie, investir dans du matériel qui sera affecté à un type d'analyse. Dans ce cas, le bâtiment est conçu avec des possibilités de places pour mettre les nouveaux équipements sans avoir à construire.

## **b. Proposition de plans**

Les plans proposés devront permettre d'assurer la fonctionnalité du laboratoire tout en respectant un certain nombre de règles requises par les critères de la norme ISO 17025. Les plans devront donc :

- Assurer la marche en avant des échantillons lors des analyses principalement pour la microbiologie.
- Assurer la confidentialité des données d'analyses en rassemblant les activités similaires.
- Rendre le bâtiment plus sûr (diminuer les risques d'explosion ou d'incendie)
- Permettre au laboratoire d'être performant pour répondre aux besoins des entreprises
  - o En préparant un bâtiment fonctionnel pour diminuer les déplacements au sein du laboratoire en rassemblant des activités similaires
  - o En installant une réception unique afin d'être identifié au niveau des entreprises comme le point ressource en termes d'analyses et de contrôles.

Les plans ont donc été préparé pour un laboratoire sur un seul niveau qui regroupe toutes les activités (administratif, microbiologie, physico chimie) organisé de telle façon que :

- Que la marche en avant soit respectée.
- Que les pièces soient de taille suffisante pour pouvoir accueillir plusieurs appareils de même type et donc anticiper une augmentation de l'activité.
- Qu'il y ait une séparation claire entre les clients qui apportent des échantillons et les analyses.
- Que l'ensemble soit parfaitement compatible avec une accréditation.
- Les schémas fournis donnent les directives pour l'organisation des salles et l'ordre de grandeurs des pièces. Il s'agit de trois unités qui seront en communication sur un même niveau. La partie d'accueil et d'administration sera le point d'accueil pour les clients et la réception des échantillons. La partie microbiologie et la partie physicochimie seront connectée à l'arrière de la partie administrative pour assurer la confidentialité des données requises par la norme. Cette option présente l'avantage d'éviter de perdre des espaces réservés aux escaliers et élévateurs. Un autre avantage d'une construction sur un niveau unique est que, lors de l'utilisation, l'absence d'élévateur diminue significativement le coût de maintenance.
- Les dimensions de chaque unité sont identiques ce qui donne la possibilité, si les contraintes du terrain ou architecturales l'exigent, de réorganiser l'ensemble en un bâtiment à étage (Rez-de-chaussée + deux étages). Pour rappel, cela impose d'autres contraintes en termes d'escalier et d'élévateur.

- Les échelles relatives ont été respectées. La dimension finale devra être étudiée en fonction du terrain et du budget. La dimension maximale d'une unité ne devrait pas dépasser 25 m x 20 m. Cependant pour des raisons de bon fonctionnement dans le laboratoire, la dimension d'une unité ne pourrait pas être inférieure à 20 m x 16 m.
- Les plans définitifs seront préparés par un architecte diplômé qui prendra en compte toutes les obligations légales et les paramètres de génie civil (terrassement, règles sismiques, résistance des matériaux, ...).
- Il sera impératif de valider la répartition du matériel et, en fonction des contraintes d'installation des appareils, prévoir les positions des prises de courant, des robinets, des éviers, des écoulements ainsi que les positions de l'arrivée des gaz. Il sera donc nécessaire de faire un schéma complet et précis et d'étudier précisément ces éléments avant de démarrer le chantier.
- Pour la microbiologie, étant donné les critères de nettoyabilité requis dans les normes, Il sera aussi nécessaire de valider avec l'architecte, avant les finitions, la nature exacte des matériaux (par exemple : MONEPOX 110 ou cloisons de chambres froides vitrées) et la mise en œuvre pour éviter les angles où s'accumule les poussières.
- Dans les laboratoires de microbiologie, les éclairages doivent être intégré dans le plafond et protégés par une plaque de pexiglass pour éviter l'accumulation de poussière sur les systèmes et permettre éventuellement un nettoyage plus facile et efficace.
- Plusieurs équipements sont onéreux et sensibles, il sera nécessaire d'assurer la continuité de l'alimentation électrique au moins pour ces équipements. Cela peut être envisagé de différentes façons.
  - o Soit un groupe électrogène avec une réserve de batterie pour protéger l'ensemble du bâtiment et des équipements. Les batteries servent à éviter les coupures inévitables lors du passage du secteur vers le groupe ou inversement. Ces coupures même très limitées dans le temps entraîne un arrêt subit de l'appareil et une durée de vie raccourcie.
  - o Soit la deuxième option est de coupler à chaque appareil qui le nécessite un système d'onduleur avec batterie.
  
- Plan du laboratoire

Le schéma présenté a été discuté avec le groupe de travail bénéficiaires. Il ressort que le choix a été fait de dissocier les sections microbiologie et physicochimie. Ceci permet de donner de la lumière dans les salles centrales via des fenêtres et réaliser des économies sur la consommation électrique en réduisant l'utilisation de lumière artificielle. La question a été posée par le groupe de travail sur la possibilité d'alimenter en partie le bâtiment avec de l'énergie solaire. L'idée est tout à fait pertinente. La seule condition sera de s'assurer que les critères de stabilité électrique pour les appareils soient respectés.

L'emplacement des paillasses, a été indiqué sur le plan.

Pour certaines pièces, une climatisation sera nécessaire (chromatographie, incubation, ...) lorsque les méthodes définissent des critères de contrôle des conditions ambiantes.

A noter qu'un local ventilé à proximité du laboratoire sera nécessaire pour le stockage des réactifs chimiques. Seules les quantités nécessaires pour une période réduite pourront être stockées dans les pièces et armoires prévues à cet effet dans le laboratoire.

Les déchets seront aussi stockés à l'extérieur du laboratoire soit dans une pièce spécifique dans le local de stockage soit dans un deuxième local ventilé.

Le suivi de la construction sera assuré, pour les aspects génie civil, par un cabinet d'architecte local. Cependant, la spécificité de l'activité de laboratoire ainsi que le besoin de conformité du laboratoire final à la norme ISO 17025 rendent nécessaire de programmer un suivi des travaux par un spécialiste. Au minimum deux missions sont à prévoir au cours des travaux. La première lorsque le gros œuvre est terminé pour vérifier la conformité et pour définir en détail les finitions (nombre et emplacements des prises électriques, des arrivées et évacuation d'eau, arrivées de gaz, nature des matériaux en microbiologie).

La deuxième avant la finition pour s'assurer que l'ensemble des recommandations ont été prises en compte et correctement appliquées.

- Localisation du laboratoire.
  - Critères environnementaux :
    - le laboratoire doit être situé dans un environnement suffisamment peu pollué pour éviter les contaminations par l'air ambiant ;
    - les approvisionnements en fluide (eau et électricité) doivent être garantis ;
    - la livraison des échantillons doit être facile possible pour limiter les risques d'altération pendant le rapatriement au laboratoire.
  - Critères technico-économiques
    - En tant que laboratoire central d'analyses, il doit pouvoir émettre les bulletins d'analyses nécessaires aux autorités pour autoriser l'exportation.
    - Une décentralisation trop importante par rapport aux infrastructures économiques que sont le port ou l'aéroport augmente inutilement les délais de réponses quand des produits périssables doivent être exportés ou importés.
    - Certaines analyses de contrôles doivent être réalisées en moins d'une heure en cas d'urgence (échantillon pris dès réception). Il en est de même pour les prélèvements.
  - Critères techniques
    - Les analyses qui devront être réalisées par le laboratoire sont des analyses dont la sensibilité permet d'atteindre des limites de détection de l'ordre de la dizaine de microgrammes par kilo de produit. L'atmosphère environnante a donc une influence importante. Particulièrement, l'analyse des résidus de pesticides peut être perturbée dans les zones à forte activité agricole car la végétation ou la présence d'insectes peuvent entraîner l'utilisation d'insecticides ou d'herbicides à grande échelle et fausser les résultats.

Une parcelle de 90 mètres sur 50 qui répond à ces critères a été envisagée sur le site de l'INRAPE. Le laboratoire de culture in vitro de l'INRAPE y est situé, cela signifie qu'il faudra étudier précisément l'implantation et si nécessaire prévoir le transfert et la démolition de l'ancien bâtiment. Cette parcelle a été visitée. Elle répond aux critères mentionnés et peut-être validée sous réserve de l'approbation de l'architecte sur les aspects de résistance du sol et de travaux de terrassements nécessaires.

En partant des dimensions proposées de 25 m x 20 m, la surface totale du bâtiment est de 1500 m<sup>2</sup>.

Une réunion avec un architecte sur les lieux a permis d'envisager que le plan initial du bâtiment puisse être modifié pour adapter au mieux la position du bâtiment aux contraintes de la parcelle.

Concernant les paillasses, deux possibilités ont été discutées avec le groupe de travail, la première est de faire des paillasses fixes en béton et la deuxième d'utiliser des paillasses prêtes à l'emploi et mobiles

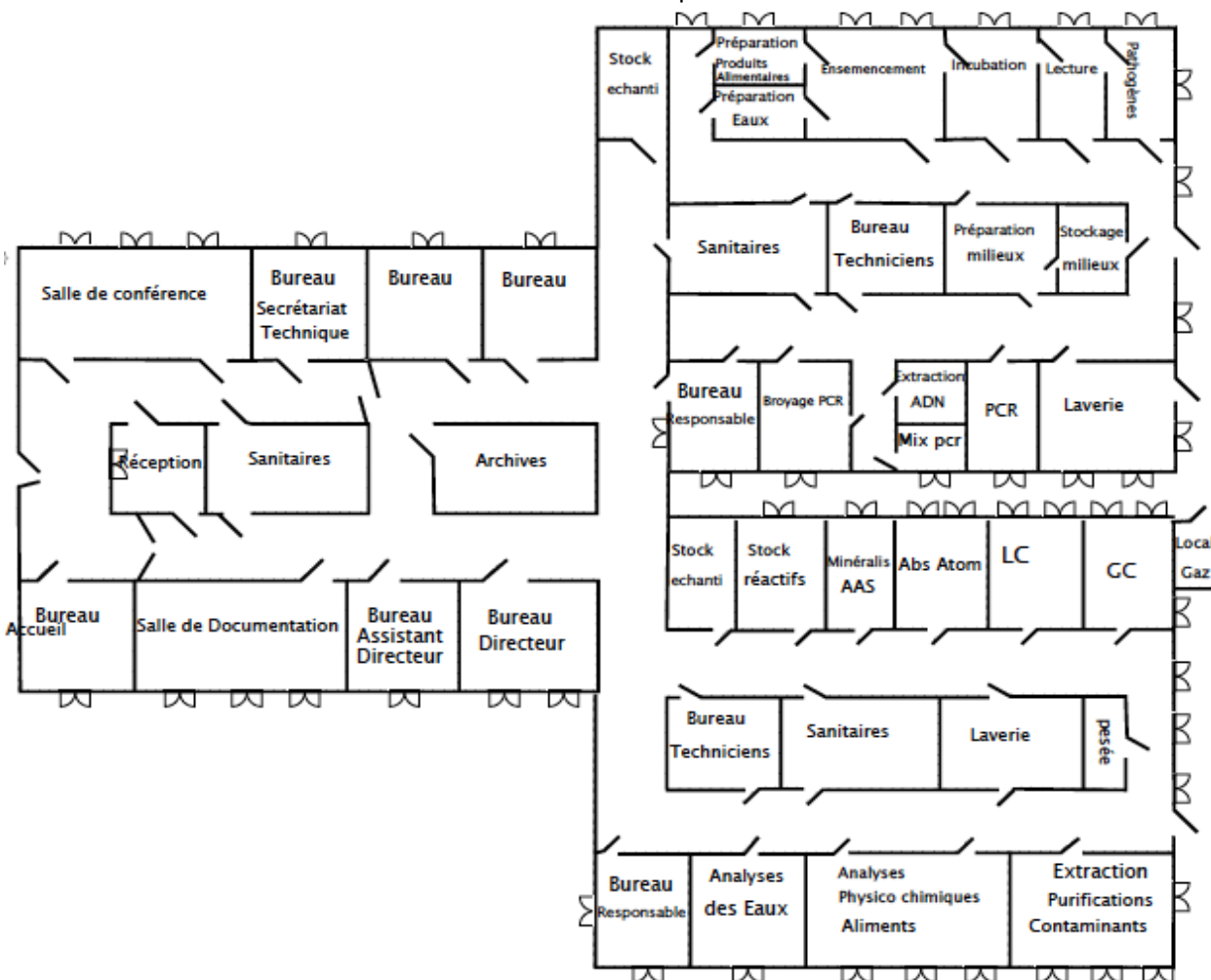
disponibles sur le marché. La deuxième solution semble, dans ce cas, la plus pertinente et il faut donc prévoir un budget estimatif de 80 000,00 euros pour ce poste lors de la construction.

Au vu du bâtiment envisagé, et en fonction du coût de construction moyen dans le pays transmis par l'architecte, le coût de la construction serait de 1 200 000,00 euros. Il est clair que ce coût est un coût maximal qui intègre l'ensemble des travaux requis pour aboutir à un bâtiment prêt à l'usage. Il faudra ajouter au coût de construction, le coût d'achat des paillasses (environ 80 000,00 euros) et le coût du suivi des travaux (environ 20 000,00 euros).

Le coût total de la construction s'élèverait à 1 300 000 euros.

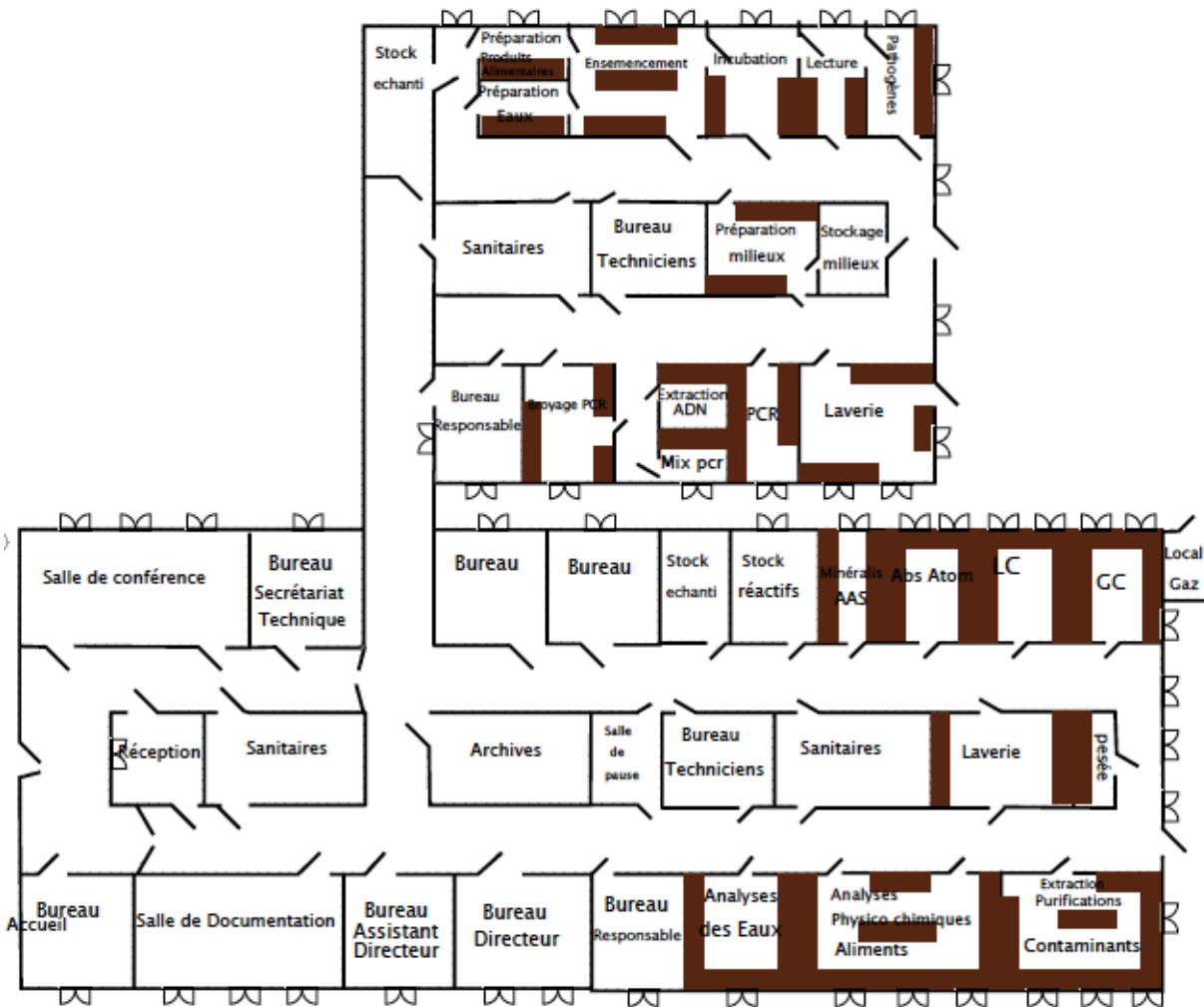
Une séance a été tenue sur le site en présence d'un architecte. Les différents schémas d'implantation possibles ont conduit à modifier le plan initial pour adapter la configuration du bâtiment aux contraintes de la parcelle et ceci afin de limiter les travaux de terrassement. Les aspects techniques ne sont pas modifiés. Les deux plans sont présentés ci-dessous.

Proposition initiale de plan avec un corridor entre les sections microbiologie et physico chimie pour bénéficier de la lumière naturelle dans un maximum de pièces.





Proposition adaptée à la parcelle avec implantation des paillasse.



**c. Pour les équipements :**

- Un répertoire des méthodes d'analyse ;

Pour les analyses devant être accréditées, il est toujours judicieux de choisir des méthodes de références qui seront reconnues internationalement et déjà validées. Ceci présente l'avantage pour le laboratoire de n'avoir pas à refaire la validation complète mais une vérification de performance beaucoup plus légère. Ces méthodes ne sont pas spécifiques pour les produits de pêches mais on peut néanmoins retrouver les poissons et produits de pêches dans les domaines d'application de nombreuses méthodes. Cela présente l'avantage de rejoindre les objectifs du projet en terme de contrôle des denrées alimentaires en général.

Une liste de méthodes possibles pour que les paramètres soient accréditables a été fournie.

Pour l'analyse des résidus de pesticides dans les produits végétaux, il est proposé d'utiliser la méthode récente, NF EN 15662 Janvier 2009 Aliments d'origine végétale - Méthode polyvalente de détermination des résidus des pesticides par CG-SM et SL/SM/SM avec extraction/partition avec de l'acétonitrile et nettoyage par SPE dispersés - Méthode QuEChERS

Cette méthode Quecher couplée à la chromatographie gazeuse ou liquide avec détection par spectrométrie de masse en tandem, permet de réduire les coûts de fonctionnement et les quantités de

solvant utilisées. Elle présente l'avantage d'être basée sur l'utilisation des couplages GC/MS/MS et LC/MS/MS qui sont polyvalents et pourront être utilisés aussi bien pour l'analyse des résidus de pesticides que pour les analyses de mycotoxines et de résidus de médicaments vétérinaires (en particulier dans les poissons).

Pour la suite, l'étude par le laboratoire devra assurer le suivi de publication dans des revues scientifiques telle que l'AOAC aux USA, l'AFNOR ou les annales de falsifications et de l'expertise chimiques qui sont des sources de mode opératoires appliqués au contrôle des produits alimentaires.

Toutes les méthodes ne seront pas à appliquer dès le départ et les textes de références en vigueur au moment de la mise en place de la méthode devront être vérifiés. Néanmoins le principe et les équipements nécessaires seront disponibles au laboratoire.

- Vérifier et compléter la liste de matériel nécessaire ;

Pour établir la liste de matériel, il faut raisonner sur l'achat de matériel polyvalent qui permettra de réaliser plusieurs dosages sur le même appareil. Nous avons donc envisagé l'ensemble des paramètres que le laboratoire pouvait être amené à réaliser dans le futur tout en satisfaisant les analyses dans l'immédiat.

Une liste de matériel nécessaire à l'application des méthodes mentionnées plus haut a été constituée

L'adéquation entre les locaux et la liste de matériel a été vérifiée. Il reste à déterminer l'implantation exacte après accord sur les bâtiments et la liste de matériel. Ce point particulier sera finalisé lors de la première mission de suivi des travaux.

La préparation de la liste de matériel a été faite en prenant les salles les unes après les autres ce qui permet de s'assurer que dans chaque pièce le personnel dispose de tous le matériel nécessaire à portée de mains, et qu'il y a suffisamment de place pour mettre tout le matériel.

Au cours du temps, les aspects verrerie seront à compléter en fonction des besoins. Cependant, un achat massif lors de l'installation d'un laboratoire conduit inévitablement à encombrer les armoires de verrerie inutile quand il est difficile de ranger celle qui est utilisée. Un premier lot de verrerie a été chiffré mais la verrerie fait partie du consommable et doit être prise en charge dans le fonctionnement du laboratoire.

La liste du matériel pour l'administration, pour la microbiologie et la physicochimie a été fournie. Les tarifs sont donnés à titre indicatif, ils sont basés sur les prix marchés hors taxes pour des achats «à l'unité» ils ne sont donc pas définitifs et évolueront sûrement lors d'un appel d'offre. Le budget global reste quand même une estimation réaliste de la dépense globale. Cela représente l'ensemble des équipements qui devrait être, à terme, disponible dans le laboratoire pour que l'ensemble. Un planning d'investissement peut être envisagé même si la mise en place simultanée peut permettre d'optimiser les assistances possibles toujours souhaitables comme mentionné par le CODEX.

Le coût global estimé pour cette liste de matériel est de 1 534 793,00 €

- Vérifier la conformité aux normes des équipements et appareils ;

Pour la verrerie, tous les éléments doivent être de classe A. Le responsable qualité/métrieologie sera à même de vérifier la conformité des éléments livrés avec les critères de cette classe.

Pour les balances, la précision doit être pour une portée de 200 g  $\pm$  0.01 mg et de 0.1 mg pour des portée jusqu'à 500 g. Le responsable qualité/métrieologie sera à même de vérifier la conformité des éléments livrés avec les critères.

Les étuves doivent couvrir une plage de températures jusqu'à 120°C pour la chimie et 70°C pour la microbiologie, et pouvoir contrôler des températures inférieures à l'ambiante avec une précision minimale de  $\pm$  0,5°C.

Pour les autres appareils, le fournisseur devra fournir les éléments permettant de juger objectivement de la sensibilité, du domaine de linéarité et de reproductibilité. Ces résultats seront fournis sous forme de tableau dont un modèle sera fourni dans l'appel d'offre. Pour compléter son dossier, le fournisseur pourra fournir des notes d'applications publiées en relation avec les dosages agroalimentaires.

#### **d. Pour les ressources humaines**

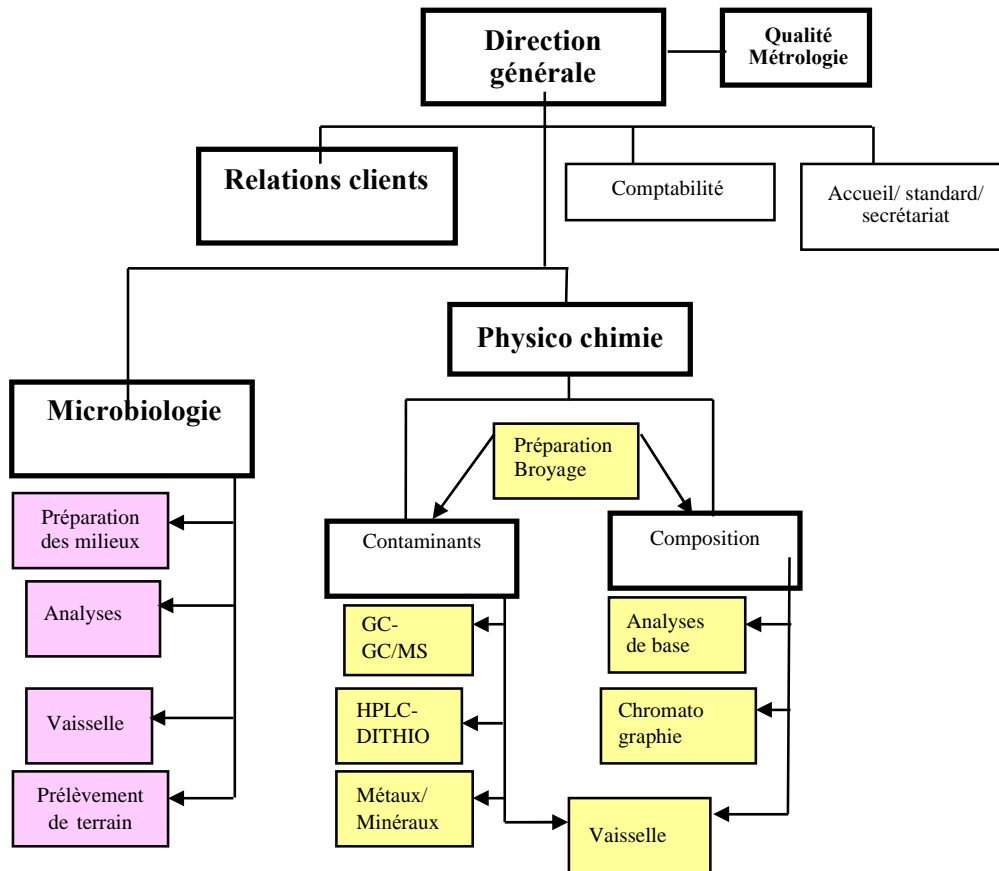
- Définir les besoins en personnel du laboratoire (organigramme) ;

En fonction de l'organigramme ci-dessous, il convient de prévoir, à terme, le recrutement de 12 personnes à savoir :

1 directeur ; 1 responsable qualité ; 1 comptable ; 1 secrétaire responsable de l'accueil ; 1 chargé des relations clients ; 1 responsable du département microbiologie ; 1 responsable du département physicochimie ; 2 techniciens et 1 préparateur pour aider à la préparation des milieux et la laverie pour le département microbiologie et 3 techniciens pour le département de physicochimie et 1 préparateur pour la gestion de la laverie.

Ce nombre est celui qui serait souhaitable à terme. Il conviendra d'affiner les positions en fonction du rattachement du laboratoire à un organisme ou pas et quelles seraient les fonctions mentionnées dans l'organigramme qui pourrait être prise en charge par des services existants. Il faut quand même prendre garde au critère d'indépendance du laboratoire qui fait partie des exigences de la norme ISO 17025.

La question d'une personne affectée à la maintenance a été posée lors de la réunion avec le groupe de travail. Il est clair que l'équipement doit être entretenu mais la majeure partie de cette maintenance préventive est à la charge du technicien et ne requiert pas une personne à temps plein au sein du laboratoire. C'est pour cette raison qu'une mission a été proposée, dans le cadre du programme de formation, pour la formation à la maintenance des techniciens de laboratoire. Cependant l'idée d'une personne ayant des compétences électrotechniques qui pourrait être l'interlocutrice des fournisseurs et prendre en charge les interventions un peu plus spécifiques en cas de panne est intéressante mais devrait faire l'objet d'une réflexion dans un cadre plus large par exemple au niveau de l'INRAPE pour justifier d'un temps plein.



- Définir pour chaque poste les qualifications et expériences nécessaires et définir les profils et types de formation requis ;

### **Définition des postes :**

#### **Directeur général**

Sous l'autorité de l'organe de gestion il met en œuvre la politique du laboratoire pour atteindre les objectifs qui lui sont fixés. Il a en charge le développement du laboratoire. Il rend compte de l'évolution et de la bonne marche du laboratoire ainsi que l'utilisation du matériel.

Modalité d'évaluation : nombre d'échantillons analysés, délai de rendus de résultats, accréditations, résultats financiers, satisfaction des clients, développement du laboratoire (chiffre d'affaires).

#### **Responsable relations clients**

Sous l'autorité du directeur général, il assure le contact avec les clients du laboratoire, il assure la communication des tarifs en vigueur, il élabore des devis il transmet les informations à la comptabilité et au service technique il est en relation avec le service de relation client pour conseiller et pour recueillir les informations clients, il participe à la définition de la politique commerciale.

Modalité d'évaluation : nombre de devis réalisés, satisfaction client.

### **Responsable qualité**

Sous l'autorité du directeur général, il assure la mise en œuvre de la politique qualité. Il assure le suivi qualité dans les services et les relations avec les organismes d'accréditation.

Modalité d'évaluation : étendue du domaine d'accréditation, nombres de paramètres accrédités.

### **Comptable**

Sous l'autorité du directeur général, il assure la tenue de la comptabilité, émission des factures, tenue des comptes et recouvrement.

Modalité d'évaluation : nombre de factures, montant des en cours et des impayés

### **Responsables de département** (Responsable microbiologie, Responsable physico chimie)

Sous l'autorité du directeur général, il organise son département pour permettre la réalisation des analyses dans les respects des modes opératoires et de la politique qualité.

Modalité d'évaluation : nombre d'échantillons analysés, délai de rendus de résultats, accréditations, fonctionnement du matériel.

### **Secrétaire**

Sous l'autorité du responsable, il assure toutes les tâches courantes de secrétariat.

Modalité d'évaluation : délai d'édition des documents, traçabilité, qualité des documents.

### **Techniciens de laboratoire**

Sous l'autorité du responsable de département, il assure la réalisation des analyses dans les respects des modes opératoires et de la politique qualité.

Modalité d'évaluation : nombre d'échantillons analysés, résultats d'intercomparaison, accréditations.

### **Techniciens chromatographie et absorption atomique**

Sous l'autorité du responsable de département, il assure la réalisation des analyses à l'aide d'appareil de haute technologie (chromatographie gazeuse et liquide couplée ou non à la spectrométrie de masse, absorption atomique, ...) dans les respects des modes opératoires et de la politique qualité.

Modalité d'évaluation : nombre d'échantillons analysés, résultats d'intercomparaison, accréditations, fonctionnement du matériel.

### **Préparateurs**

Sous l'autorité du responsable de services, il assure la réalisation des préparations des échantillons (ouverture, broyage, ...) soumis à analyses dans les respects des modes opératoires et de la politique qualité. Les préparateurs de microbiologie peuvent être amenés à réaliser la préparation des milieux.

Modalité d'évaluation : nombre d'échantillons traités.

## **Qualifications, expériences nécessaires, profils et types de formation requis :**

### **Directeur général**

De formation technique supérieure (bac + 5 minimum) en agroalimentaire ou agronomie (ingénieur, docteur, vétérinaire), il a une expérience dans le domaine de l'analyse et du contrôle qualité des produits alimentaires idéalement dans le domaine du laboratoire. Il a une expérience réussie dans l'encadrement du personnel et la gestion d'une structure.

### **Responsable relations clients**

De formation technique en agroalimentaire (niveau technicien supérieur minimum), il a fait une spécialisation en relation commerciales. Une bonne connaissance du milieu de l'agroalimentaire des Comores et de la région avec une connaissance des activités de laboratoire sera un plus.

### **Responsable qualité**

De formation supérieure en biologie, agroalimentaire ou environnement avec une spécialisation en assurance qualité, une première expérience de Responsable Qualité en agro-alimentaire. Expérience ou stages significatifs en laboratoire d'analyses appréciés. Bonne maîtrise des outils bureautiques. Organisé(e), rigoureux (se), bon relationnel, goût pour le travail en équipe.

### **Comptable**

De formation supérieure en comptabilité. Il a une bonne connaissance de la législation fiscale et de la comptabilité des Comores.

**Responsables de département** (Responsable microbiologie, Responsable physico chimie, Responsable formulations)

De formation technique supérieure (bac + 5) en agroalimentaire ou laboratoire avec une expérience ou stages significatifs en laboratoire d'analyses, ou technicien supérieur avec une expérience dans un laboratoire d'analyse et de contrôle qualité des produits alimentaires. Il a une première expérience dans l'encadrement du personnel.

### **Secrétaire**

Brevet de techniciens supérieurs en secrétariat de direction ou assistante de direction, maîtrise des outils informatiques, rigoureuse. Une expérience dans le domaine scientifique sera un plus

### **Techniciens de laboratoire.**

Brevet de technicien de laboratoire en agroalimentaire.

### **Techniciens chromatographie et absorption atomique**

Brevet de technicien supérieur de laboratoire en agroalimentaire ou maîtrise de biologie ou biochimie avec une expérience ou des stages significatifs en chromatographie ou absorption atomique.

### **Préparateurs**

Niveau BEP ou bac si possible en agroalimentaires rigoureux notion de contrôle et d'analyses serait un plus.

- Définir pour le personnel les formations requises en complément des profils disponibles ;

Il est difficile d'établir un plan de formation précis sans avoir connaissance des curriculums vitae et de l'expérience exacte du personnel. Il serait cependant préférable de faire des formations sur sites pour s'assurer que les personnes deviennent autonomes dans leur poste et que les tâches soient réalisables ou que le matériel fonctionne. Ceci permettra d'avoir rapidement un laboratoire fonctionnel.

Par la suite pour enrichir leur expérience, il peut s'avérer utile pour l'une ou l'autre des personnes de faire des formations à l'étranger dans des laboratoires équivalents.

Pour le personnel technique (techniciens, préleveurs), il sera intéressant d'établir des liens avec un organisme de formation local (Université, ...) pour optimiser les coûts de formation. Les postes ne justifieront pas systématiquement l'envoi des personnes à l'étranger mais il sera intéressant de les faire participer à des formations externes au laboratoire pour créer des échanges et pouvoir éventuellement profiter de la venue d'intervenants spécialisés à moindre coût.

Cet aspect des ressources humaines est important à plusieurs titres. Il est clair qu'il y a un manque de personnel formé aux techniques analytiques et la démarche qualité dans les IAA aux Comores. La mise en place d'une formation diplômante conjointement entre l'INRAPE et l'Université pourrait être une opportunité de former des personnes ayant des connaissances à la fois en démarche qualité pour la sécurité sanitaire des aliments et en techniques d'analyses des produits alimentaires. Ces personnes pourraient alors s'impliquer dans les entreprises Comoriennes pour améliorer les pratiques et rester en lien avec le laboratoire pour la réalisation des analyses nécessaires.

D'une manière spécifique dans le dossier du laboratoire, il est possible de faire les recommandations suivantes :

Au cours de la première année, il est nécessaire que le laboratoire puisse bénéficier d'un accompagnement avec plusieurs missions d'assistance et de formation pour assurer un suivi technique du démarrage des activités et la formation du personnel sur les points suivants et dans l'ordre de présentation.

1 – Une première mission de formation à la maîtrise des appareillages.

Cette formation aura pour but de compléter la formation minimale dispensée par le fournisseur dans le cadre de l'installation (pour le matériel installé par le fournisseur) ou de fournir une assistance et une formation pour le matériel qui ne comprend pas d'installation par le fournisseur.

A l'issue de cette mission, le matériel doit être opérationnel et le personnel doit pouvoir démarrer une analyse type.

2 – Une deuxième mission aura pour objectif de compléter la formation initiale (formation avancée) pour permettre la mise en place de nouvelles méthodes d'analyses (autres paramètres).

3 – La troisième mission concernera la validation des méthodes mise en œuvre avec des aspects de formation et d'application pratique sur les méthodes déjà développées.

4 – La dernière mission sera consacrée à la formation à la maintenance des équipements pour que le personnel soit le plus possible autonome dans l'entretien des équipements.

Cette stratégie devra être appliquée dès le départ sur le matériel disponible, si un planning d'investissement est établi, il faudra, en fonction des équipements concernés, reproduire cette stratégie.

Le budget formation à prévoir comprend

Les coûts pour le suivi qui doivent intégrer les déplacements de l'expert pour intervenir sur place et la possibilité de reproduire certaines actions en fonction des livraisons différées d'appareils en raison d'une programmation des investissements. La stratégie globale de départ est basée sur 60 jours travaillés sur place avec un suivi par communication à distance mais d'autres actions seront peut-être nécessaires et doivent être prévues.

Les coûts de formation de personnel que ce soit à l'étranger ou au niveau national.

Dans ces conditions, il faut prévoir un budget maximum de 200 000,00 euros

#### **IV. DEMARCHE GLOBALE DE MISE EN PLACE DU LABORATOIRE.**

Nous avons précédemment développé les éléments de la structure tels qu'ils devront être lorsque la structure aura atteint le mode normal de fonctionnement. Dans la démarche nous prévoyons le passage par des étapes intermédiaires.

Si nous envisageons le déroulement des différentes opérations, nous pouvons définir les grandes étapes du projet :

1) La première étape est la construction intégrale du bâtiment polyvalent en microbiologie, analyses agroalimentaires et recherche de résidus car ceci est cohérent avec les contraintes techniques. La durée peut être estimée à environ une année.

2) Les étapes de recrutement et sélection du personnel peuvent avoir lieu pendant les derniers mois de la construction afin que le personnel soit disponible uniquement au moment de la mise à disposition du bâtiment. La durée peut être estimée à 3 à 4 mois. Son démarrage sera donc programmé en fonction de la date prévue de fin des travaux.

3) Lancement des appels d'offres pour l'achat du matériel pour que l'installation du matériel ne se fasse que lorsque le bâtiment est prêt pour le recevoir et que le personnel soit disponible pour recevoir les premières formations lors de l'installation. La durée dépendra des procédures mais il faut compter un délai maximum de 3 mois entre la commande et la réception du matériel. Il faut envisager qu'une partie du matériel sera livré rapidement. En fonction de la date de livraison et de fin des travaux, il faut envisager un lieu sûr de stockage en attendant l'installation.

- 4) Développement de la structure pour atteindre l'objectif en :
- a. Mettant en place et validant les analyses prioritaires en fonction des besoins locaux.
  - b. Mise en place de la démarche qualité dès les premières analyses.
  - c. Sollicitant les bailleurs de fonds
  - d. Développant ces ressources propres (prestations pour les pays voisins, contrôle des imports, prestations pour les entreprises)

A la suite des rencontres en début de mission, il a été demandé d'intégrer la problématique du laboratoire de la société des pêches. Ceci a conduit à proposer deux projets qui peuvent être considérés séparément mais qui peuvent aussi être gérés de façon complémentaire dans le but d'accélérer la mise en place du laboratoire central multidisciplinaire. Le projet spécifique du laboratoire de la Société des Pêches a été expliqué dans un document séparé présenté en annexe.

Suite à l'intégration du projet de laboratoire de la société des pêches dans le projet du laboratoire central, la phase initiale de démarrage du laboratoire central a été précisée. La démarche générale a donc été reprise ci-après.

Le déroulement des différentes opérations a permis de définir les grandes étapes du projet :

- i. Pour permettre un démarrage rapide des analyses, une liste restreinte de matériel a été préparée.



- ii. Si l'entreprise a la possibilité de mettre en œuvre les transformations nécessaires proposées dans le document pour la mise en conformité des locaux. Alors les travaux peuvent être fait en gardant en tête que les locaux doivent être prêt lorsque le matériel sera réceptionné.
- iii. Dès réception du matériel, l'installation sera faite dans les locaux existants à la société des pêches. Bien que non conformes pour une accréditation, ils peuvent être utilisés temporairement après quelques adaptations.
- iv. Un groupe de personnel technique sera alors affecté à la réalisation des analyses. Ces personnes seront mises à disposition par l'INRAPE.
- v. 5 personnes pour la microbiologie et 5 personnes pour les analyses physicochimiques seront sélectionnées sur la base de leurs compétences dans un des deux domaines.
- vi. Une mission de formation et d'assistance technique devra alors être conduite pour permettre le démarrage des activités. Cette mission consistera à finaliser le démarrage des analyses en assurant le complément de formation spécifique sur les produits et paramètres requis par l'entreprise.
- vii. Lorsque le bâtiment du laboratoire principal de contrôle sera terminé, les équipements seront transférés au niveau du nouveau bâtiment ainsi que le personnel qui aura acquis une expérience qui sera utile pour la suite du développement du laboratoire multidisciplinaire.
- viii. L'entreprise pourra alors mettre en œuvre les transformations nécessaires proposées dans ce document pour la mise en conformité des locaux. Si cette étape n'a pas été réalisée lors de la phase ii.
- ix. Il sera alors possible d'investir efficacement dans du matériel en tirant profit de l'expérience acquises lors des premières étapes.
- x. Une bonne coordination de toutes ces étapes devrait permettre, à terme, à l'entreprise d'avoir un laboratoire interne de contrôle quotidien de la production et des pratiques hygiéniques et aux autorités de gagner un temps précieux dans la mise en place du laboratoire multidisciplinaire de contrôle.

## ANNEXE A : Budget prévisionnel annuel du laboratoire.

Budget prévisionnel					
	Euros annuel	KMF annuel	Prix moyen d'une analyse (euros)	Nombre moyen d'analyse réalisable par an représentant environ 25 % de la capacité totale d'analyse	Nombre moyen d'analyse réalisable par semaine représentant environ 25 % de la capacité totale d'analyse
Personnel	80 000,00	36 014 400,00			
Achat biens et services	50 000,00	24 600 000,00			
Réactif	60 000,00	29 520 000,00			
Consommables	50 000,00	24 600 000,00			
Fonctionnement	70 000,00	34 440 000,00			
<b>CHARGES STRUCTURE</b>	<b>310 000,00</b>	<b>149 174 400,00</b>			
Analyses contaminants (pesticides, mycotoxines, histamine, métaux lourds)	50 000,00	24 600 000,00	100	500	10
Analyses microbiologiques	50 000,00	24 600 000,00	40	1 250	25
Analyses composition (dont vanilline)	40 000,00	19 680 000,00	50	800	16
Dotation de l'état	170 000,00	80 294 400,00			
<b>PRODUITS</b>	<b>310 000,00</b>	<b>149 174 400,00</b>			
<b>RESULTATS BRUT</b>	<b>0,00</b>	<b>0,00</b>			

Ce budget prévisionnel a été réalisé sur une hypothèse de travail à 25 % de la capacité totale du laboratoire. Ceci correspond à ce que l'on peut attendre au démarrage du laboratoire. Les prix des analyses reportés sont des valeurs moyennes de coûts équivalents aux valeurs basses au niveau international. Ce choix est fait car, comparativement, les salaires plus bas sont en général compensés par un coût plus élevé des intrants (réactifs, maintenance, consommables).

Il faut cependant noter que ce type de laboratoire de contrôle officiel, n'a pas pour vocation d'être rentable dans la mesure où il correspond à un rôle régalién de l'état.

Il n'a pas non plus vocation à être constamment déficitaire.

L'objectif est que la dotation de l'état soit la juste contrepartie de la mission de service public, c'est à dire le paiement des analyses réalisées pour le compte des organismes officiels d'inspections ou dans le cadre de plan de contrôles.

Les analyses réalisées pour le compte d'entreprises ou dans le cadre des exportations doivent être facturées aux demandeurs. Si l'état souhaite promouvoir des activités de productions privées, il devra le faire par une aide directe à l'entreprise ou en se substituant à celle-ci pour le paiement de la facture.

Le budget ainsi contrôlé par le laboratoire doit lui permettre de maintenir en bon état le parc de matériel dans le cadre de la démarche qualité en vue de l'accréditation.

Il est important de souligner que ce laboratoire ne pourra fonctionner et évoluer que dans le cadre de la mise en place des mesures SPS et d'une réglementation adéquate. Ceci implique la mise en place d'une politique de contrôle basée sur des preuves qui fournira des échantillons au laboratoire et incitera les entreprises à mettre en place des autocontrôles pour s'assurer que les contrôles officiels seront satisfaisants.

Concernant le contrôle des produits à l'importation, il ne peut être efficace que si les produits sont contrôlés pour leur conformité par un laboratoire. Dans ce cas les services de douanes doivent prélever des échantillons qui seront analysés par le laboratoire. C'est seulement en cas de non-conformité démontrée que le produit peut être confisqué, détruit ou renvoyé sans crainte de litige avec les exportateurs ou pays concernés.

## ANNEXE B : Budget récapitulatif du projet de laboratoire.

	en Euros	En KMF
Construction Bâtiment	1 200 000,00	590 400 000,00
Paillasse	80 000,00	39 360 000,00
Suivi	20 000,00	9 840 000,00
Total construction	1 300 000,00	639 600 000,00
Equipement	1 550 000,00	762 600 000,00
Formation	200 000,00	98 400 000,00
Budget Total	3 050 000,00	1 500 600 000,00

Les postes peuvent être programmés mais il doit rester une coordination et une cohérence. L'absence d'une activité peut avoir des conséquences sur l'ensemble du projet. Ainsi une malfaçon dans le bâtiment pourra perturber l'installation ou l'utilisation d'un appareil indispensable et parfois onéreux.

Cette stratégie vise à éviter de reproduire le problème du laboratoire de la société des pêches. Si les travaux avaient été suivi par une personne connaissant les aspects laboratoires, les compétences de l'architecte et les investissements n'auraient pas été utilisés en vain.

## **PROJET D'UN LABORATOIRE A LA SOCIETE DES PECHEES**

### **DES COMORES**

#### **V. INTRODUCTION**

Le gouvernement Comorien a pris la décision de construire un laboratoire national central multidisciplinaire de contrôle de la qualité des produits alimentaires.

La mise en place d'un tel projet demande un peu de temps et l'entreprise Comoros National Fishing Company a un besoin urgent de laboratoire d'analyse pour le contrôle de production. Cette entreprise avait prévu des locaux mais, n'étant pas conforme pour obtenir une accréditation, elle n'a pas commencé la mise en place des analyses.

Il a donc été demandé d'envisager la possibilité d'inclure ces éléments dans le projet du laboratoire multidisciplinaire pour envisager la possibilité de commencer des analyses prioritaires au sein des locaux du laboratoire de la société des pêches en y installant provisoirement le matériel correspondant prévu pour le laboratoire multidisciplinaire.

Ce laboratoire doit permettre de répondre rapidement aux besoins en analyses de contrôle de la production.

#### **VI. PRESENTATION DU DOSSIER**

L'objectif global de ce projet est de permettre d'une part, la mise en place la plus rapide possible des analyses requises par la société des pêches, de commencer la mise en place du laboratoire national de contrôle, de permettre de débiter des formations de personnel technique qui sera alors opérationnel dès que la construction du bâtiment principal sera terminée et d'autre part, la maîtrise de l'état sanitaire, phytosanitaire et hygiénique des produits de pêches transformés dans l'usine.

#### **VII. PRESENTATION DU PROJET :**

##### **a. Définition du besoin**

Les matrices à analyser sont définies dans le projet de la façon suivante :

- Produits de pêches et halieutiques,

Les analyses à réaliser sont les suivantes :

- Analyses physico chimiques : Histamine et ABVT, Humidité et tests sensoriels
- Analyses microbiologiques : Flore totale, coliforme, listeria, Pseudomonas,

##### **b. Proposition de plans**

L'organisation du laboratoire et les matériaux utilisés ne sont pas compatibles avec une accréditation mais les locaux peuvent néanmoins être utilisés provisoirement en tant que laboratoire pour permettre à l'entreprise de mettre en œuvre les analyses nécessaires pour son activité. Il sera cependant nécessaire par la suite de mettre les locaux aux normes pour que l'entreprise puisse être en mesure de remplir ses obligations d'autocontrôle.

Les plans proposés devront permettre d'assurer la fonctionnalité du laboratoire tout en respectant un certain nombre de règles requises par les critères de la norme ISO 17025. Les plans devront donc :

- Assurer la marche en avant des échantillons lors des analyses principalement pour la microbiologie.
- Assurer la confidentialité des données d'analyses
  - o Etre fonctionnel pour diminuer les déplacements au sein du laboratoire en rassemblant des activités similaires
  - o Avoir une réception unique.

Les plans ont donc été préparé pour un laboratoire sur un seul niveau qui regroupe toutes les activités (microbiologie et physico chimie) organisé de telle façon que :

- Que la marche en avant soit respectée.
- Que les pièces soient de taille suffisante pour pouvoir accueillir l'activité.
- Que l'ensemble soit compatible avec une accréditation.
- Les schémas fournis donnent les directives pour l'organisation des salles et l'ordre de grandeurs des pièces.
- Les plans définitifs seront préparés par un architecte diplômé qui prendra en compte toutes les obligations légales et les paramètres de génie civil.
- Dans les laboratoires de microbiologie, les éclairages doivent être intégré dans le plafond et protégés par une plaque de pexiglass pour éviter l'accumulation de poussière sur les systèmes et permettre éventuellement un nettoyage plus facile et efficace.
- Il sera nécessaire d'assurer la continuité de l'alimentation électrique. Cela peut être envisagé de différentes façons.
  - o Soit un groupe électrogène avec une réserve de batterie pour protéger l'ensemble du bâtiment et des équipements. Les batteries servent à éviter les coupures inévitables lors du passage du secteur vers le groupe ou inversement. Ces coupures même très limitées dans le temps entraîne un arrêt subit de l'appareil et une durée de vie raccourcie.
  - o Soit la deuxième option est de coupler à chaque appareil qui le nécessite un système d'onduleur avec batterie.
- Plan du laboratoire

l'emplacement des paillasses est donné.

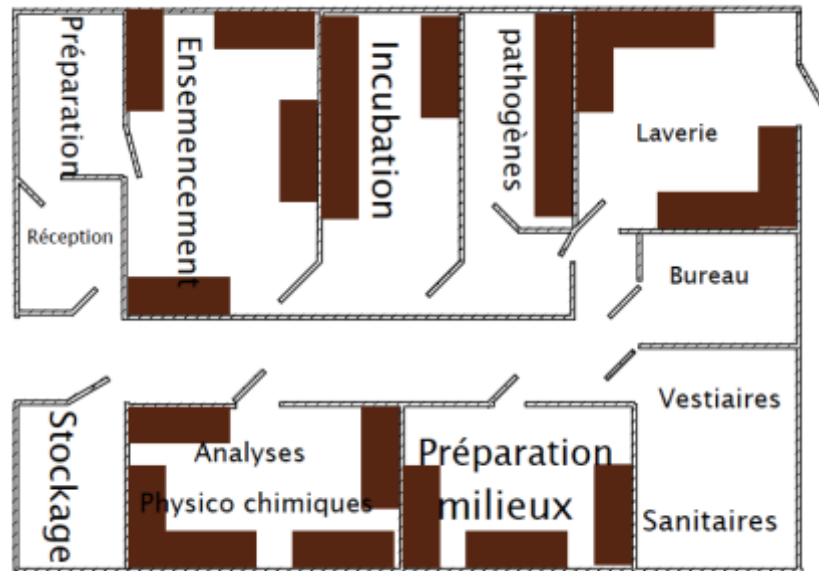
Pour certaines pièces, une climatisation sera nécessaire lorsque les méthodes définissent des critères de contrôle des conditions ambiantes.

En partant des dimensions du local de 14 m x 10 m, la surface totale du bâtiment de 140 m<sup>2</sup> a été divisée.

Cependant, la spécificité de l'activité de laboratoire ainsi que le besoin de conformité du laboratoire final à la norme ISO 17025 rendent nécessaire de programmer un suivi des travaux par un spécialiste. Une mission sera à prévoir au cours des travaux lorsque le local aura été débarrassé de

l'existant pour définir en détail les finitions (nombre et emplacements des prises électriques, des arrivées et évacuation d'eau, arrivées de gaz, nature des matériaux en microbiologie) et assister au démarrage des travaux pour être sur que les consignes ont été comprises et seront correctement appliquées.

Proposition de répartition entre la microbiologie et la physico chimie.



### c. Pour les équipements :

Une liste de matériel nécessaire à l'application des méthodes mentionnées plus haut a été constituée. Elle est obtenue par sélection du matériel requis dans la liste générale élaborée dans le projet du laboratoire central multidisciplinaire.

La liste du matériel pour la microbiologie et la physicochimie est fournie en annexe. Les tarifs sont donnés à titre indicatif basés sur les prix marchés hors taxes pour des achats « à l'unité » ils ne sont donc pas définitifs et évolueront sûrement lors d'un appel d'offre. Le budget global reste quand même une estimation réaliste de la dépense globale.

- vérifier la conformité aux normes des équipements et appareils ;

Pour la verrerie, tous les éléments doivent être de classe A.

Pour les balances, la précision doit être pour une portée de 200 g  $\pm$  0.01 mg et de 0.1 mg pour des portée jusqu'à 500 g.

Les étuves doivent couvrir une plage de températures jusqu'à 70°C pour la microbiologie, et pouvoir contrôler des températures supérieures à l'ambiante avec une précision minimale de  $\pm$  0,5°C.

### d. Pour les ressources humaines

- Besoins en personnel du laboratoire ;

Il convient de prévoir le recrutement de 10 techniciens comme expliqué dans la démarche globale.

5 techniciens/préparateur pour le département microbiologie et 5 techniciens/préparateurs pour le département de physicochimie.

Ce nombre doit permettre d'avoir (à terme) du personnel formé pour les deux laboratoires (central et entreprise).

- Qualifications et expériences nécessaires, profils et types de formation requis ;

Les personnes retenues pour les postes de techniciens de laboratoire devront avoir des connaissances dans le domaine d'activité à savoir une formation universitaire ou technique incluant des connaissances en microbiologie ou en chimie analytique, biologie ou biochimie avec une expérience ou des stages significatifs.

- Formations requises en complément des profils disponibles ;

Au vu du nombre de personnes à former et des contraintes de validation de l'installation des appareils, il est préférable de faire les formations sur sites pour s'assurer que les personnes deviennent autonomes dans leur poste et que les tâches soient réalisables ou que le matériel fonctionne. Ceci permettra d'avoir rapidement un laboratoire fonctionnel.

## **VIII. DEMARCHE GLOBALE DE MISE EN PLACE DU LABORATOIRE.**

Nous avons précédemment développé les éléments de la structure tels qu'ils devront être lorsque la structure aura atteint le mode normal de fonctionnement. Dans la démarche nous prévoyons le passage par des étapes intermédiaires.

Si nous envisageons le déroulement des différentes opérations, nous pouvons définir les grandes étapes du projet :

- iii. Pour permettre un démarrage rapide des analyses, une liste restreinte de matériel a été préparée.
- iv. Si l'entreprise a la possibilité de mettre en œuvre les transformations nécessaires proposées dans le document pour la mise en conformité des locaux. Alors les travaux peuvent être fait en gardant en tête que les locaux doivent être prêt lorsque le matériel sera réceptionné.
- v. Dès réception du matériel, l'installation sera faite dans les locaux existants à la société des pêches. Bien que non conformes pour une accréditation, ils peuvent être utilisés temporairement après quelques adaptations.
- vi. Un groupe de personnel technique sera alors affecté à la réalisation des analyses. Ces personnes seront mises à disposition par l'INRAPE.
- vii. Au moins 5 personnes pour la microbiologie et 5 personnes pour les analyses physicochimiques seront sélectionnées sur la base de leurs compétences dans un des deux domaines.
- viii. Une mission de formation et d'assistance technique devra alors être conduite pour permettre le démarrage des activités. Cette mission consistera à finaliser le démarrage des analyses en assurant le complément de formation spécifique sur les produits et paramètres requis par l'entreprise.
- ix. Lorsque le bâtiment du laboratoire principal de contrôle sera terminé, les équipements seront transférés au niveau du nouveau bâtiment ainsi que le personnel qui aura acquis une expérience qui sera utile pour la suite du développement du laboratoire multidisciplinaire.



- x. L'entreprise pourra alors mettre en œuvre les transformations nécessaires proposées dans ce document pour la mise en conformité des locaux. Si cette étape n'a pas été réalisée lors de la phase ii.
- xi. Il sera alors possible d'investir efficacement dans du matériel en tirant profit de l'expérience acquises lors des premières étapes.
- xii. Une bonne coordination de toutes ces étapes devrait permettre, à terme, à l'entreprise d'avoir un laboratoire interne de contrôle quotidien de la production et des pratiques hygiéniques et aux autorités de gagner un temps précieux dans la mise en place du laboratoire multidisciplinaire de contrôle.

#### Budget récapitulatif du projet de laboratoire société des pêches.

	en Euros	En KMF
Modification locaux	90 000,00	44 280 000,00
Paillasse	25 000,00	12 300 000,00
Suivi	8 000,00	3 936 000,00
Total construction	123 000,00	60 516 000,00
Equipement	160 000,00	78 720 000,00
Formation	20 000,00	9 840 000,00
Budget Total	303 000,00	149 076 000,00

## ANNEXE D : Liste générale des méthodes d'analyses pouvant être mise en place dans le laboratoire.

### **Exigences générales pour l'accréditation des analyses**

Elles sont définies dans les règlements de l'organisme d'accréditation. Par exemple, pour le COFRAC, l'aptitude d'un laboratoire ou organisme d'essais à être accrédité par le COFRAC est examinée au regard des critères techniques généraux constituant la norme ISO 17 025 et son application par le COFRAC (LAB REF 02 : Exigences pour l'accréditation des laboratoires selon la norme NF EN ISO/CEI 17025).

### **Exigences techniques spécifiques**

#### **I ANALYSES MICROBIOLOGIQUES DES PRODUITS AGRO-ALIMENTAIRES**

**Dans tous les cas, le laboratoire doit être à jour des textes de référence des méthodes utilisées.**

**Le délai d'application des nouvelles (ou premières) éditions des textes de référence est au maximum de six mois après leur date de parution.**

**La norme NF ISO 7218 concernant les Règles générales pour les examens microbiologiques doit être considérée comme le document devant servir à définir les exigences spécifiques.**

Ces exigences sont complétées le cas échéant par les paragraphes suivants.

#### A - Réception de l'échantillon

La température à réception de l'échantillon et/ou de l'enceinte de transport doit être mesurée.

#### B - Préparation des suspensions mères et des dilutions

Une attention particulière doit être apportée à la préparation des suspensions mères et des dilutions : **la norme NF V 08-010 "Règles générales pour la préparation des dilutions en vue de l'examen microbiologique" doit être appliquée. Pour certains produits particuliers, la préparation de l'échantillon et de la suspension mère doit être complétée selon les normes spécifiques existantes applicables.**

Quand le produit à analyser n'est pas clairement défini ni définissable, il faut appliquer le cas général de préparation de la suspension-mère, décrit dans la norme NF V 08-010.

#### C - Règles générales d'hygiène

Utiliser, dans les laboratoires et dans les toilettes, des systèmes de lavage des mains à commande non manuelle, des distributeurs de savon, des essuie-mains à usage unique.

#### D - Compétence du personnel

Le laboratoire doit apporter la preuve qu'il utilise les méthodes de référence ou de routine pour lesquelles il est accrédité ou candidat. Si cela n'est pas dans le cadre de son activité pour sa clientèle, il doit prévoir des campagnes d'entraînement. Ces dernières doivent avoir une périodicité minimale annuelle pour chaque personne impliquée dans la réalisation de l'analyse. Quand elles existent, les campagnes d'essais interlaboratoires d'aptitude peuvent être utilisées.

## E - Locaux

### 1) Locaux d'essais

Les salles indépendantes nécessaires pour les analyses microbiologiques sont au minimum celles indiquées ci-dessous :

- I- Salle indépendante de réception et de stockage des échantillons
- II- Salle indépendante de préparation des échantillons et de réalisation des analyses
- III - Salle indépendante de préparation et de stérilisation des milieux de culture et du matériel
- IV - Salle indépendante de décontamination et de nettoyage des matériels (autoclave -four) et laverie

### 2) Conception et agencement des locaux d'essais

La disposition des locaux d'essais doit être de nature à éviter toute contamination croisée et faire l'objet d'une gestion spatio-temporelle prouvée des flux.

L'ensemble des dispositions de maîtrise des circuits doit être décrit dans un document qualité et la preuve de l'application de ces dispositions doit être apportée.

### 3) Aménagement des locaux d'essais

Les exigences de la norme NF ISO 7218 sont complétées par les points suivants :

- fenêtres et portes fermées pendant les manipulations
- bois brut et nu prohibé

Le laboratoire doit fournir la preuve de la maîtrise des risques hygiéniques induits et de l'efficacité des mesures préventives adoptées : par exemple mise en place d'un programme de nettoyage et de contrôle des surfaces.

## F - Equipements et matériels

Tout matériel et équipement détenu en vue d'effectuer les analyses doit être entretenu et vérifié selon les exigences définies dans la norme NF ISO 7218.

Cette vérification doit être effectuée en conditions usuelles d'utilisation.

La cartographie des réfrigérateurs, chambres froides et congélateurs n'est pas exigée.

Un diluteur qui inclut une pesée doit être considéré comme une balance.

Verrerie : l'utilisation de verrerie de classe A et de classe B non vérifiée est acceptable dès l'instant que l'incertitude garantie est en accord avec l'incertitude souhaitée pour le résultat final. Le laboratoire doit néanmoins être conscient que, lors d'une anomalie de résultats, la verrerie peut être directement en cause.

L'autoclave de destruction des micro-organismes ne peut être utilisé pour la stérilisation du matériel propre.

L'utilisation de matériel informatique et téléphonique à l'intérieur des locaux d'essais est possible si le laboratoire apporte la preuve qu'il maîtrise les risques de contamination induits.

## G - Préparation du matériel et des milieux

Il est possible d'utiliser des appareils automatiques pour la préparation et la répartition des milieux de culture, ainsi que des procédures de stérilisation par filtration. Il est exceptionnellement possible de dépasser la durée de conservation d'un milieu. Le laboratoire doit alors apporter la preuve que le milieu a gardé toutes ses propriétés.

Contrôle de fertilité des milieux de culture.

Il y a lieu de distinguer 3 catégories de milieux de culture :

- les milieux achetés prêts à l'emploi
- les milieux achetés sous forme déshydratée et reconstitués au laboratoire (cette reconstitution incluant par exemple les étapes de pesée, solubilisation, ajustement du pH, autoclavage, ajout éventuel d'agents sélectifs)
- les milieux fabriqués au laboratoire à partir des ingrédients de base.

Le laboratoire doit avoir décrit une procédure de contrôle de fertilité des milieux de culture en microbiologie et doit avoir un registre des contrôles effectués à chaque ouverture initiale de conditionnement de poudre.

Dans le premier cas (les milieux achetés prêts à l'emploi), cette exigence peut être réputée satisfaite si le laboratoire détient du distributeur du milieu un certificat de contrôle du lot.

## H - Rapport d'essais

- Expression des résultats de dénombrements en microbiologie alimentaire

La notation "à l'américaine" (par exemple 1,6 10E6) au lieu de la notation exigée par la norme (par exemple 1,6 10<sup>6</sup>) est acceptée.

La notation "développée" (par exemple 1 600 000) au lieu de la notation exigée par la norme (par exemple 1,6 10<sup>6</sup>) est également acceptée.

- Conclusion ou interprétation :

Toute conclusion ou interprétation (incluant une grille de critères, par exemple) sur le rapport d'essais n'est acceptable qu'à la condition qu'elle soit immédiatement suivie de la mention : "non couvert par l'accréditation".

Cette conclusion (ou interprétation) ne doit concerner que l'échantillon soumis à l'essai et n'être ni une certification du produit dont est issu l'échantillon, ni un conseil, ni une recommandation.

La mention accolée à la conclusion (ou interprétation) ne saurait en aucun cas se substituer à l'une des mentions obligatoires définies dans le paragraphe du document correspondant du COFRAC.

Cette conclusion (ou interprétation) doit en outre respecter les exigences du document correspondant du COFRAC en ce qui concerne les corrections ou les adjonctions.

## III - EVALUATION

### 3.1. - Audits

L'équipe d'audit chargée des opérations d'évaluation est composée d'un auditeur qualitatif et d'un ou plusieurs auditeurs techniques spécialistes des analyses objet du présent programme, ou d'un auditeur «qualitatif technique», selon le type d'audit.

### 3.2. - Essais d'aptitude des laboratoires par intercomparaison

La participation à des essais d'aptitude des laboratoires par intercomparaison est obligatoire pour les laboratoires candidats et les laboratoires accrédités pour les essais de la portée de l'accréditation.

La fréquence doit en être d'au moins deux fois par an pour les méthodes pour lesquelles un circuit existe.

Lorsque le laboratoire est candidat ou accrédité pour une directive générale et la méthode de routine correspondante, il peut ne choisir que l'une d'entre elles pour la mise en œuvre de l'analyse d'intercomparaison.

Les résultats des essais d'aptitude des laboratoires par intercomparaison sont tenus à la disposition du COFRAC et de ses auditeurs ; des écarts occasionnels ne font pas obstacle à l'accréditation dès lors que le laboratoire apporte la preuve des dispositions prises pour y remédier et éviter leur renouvellement.

Les laboratoires doivent être en activité lors de l'audit.

### 1.1. - Méthodes horizontales

NATURE DE L'ESSAI	TEXTES DE REFERENCE	
	AFNOR	ISO
Directives générales pour le dénombrement des micro-organismes - méthode par comptage des colonies obtenues à 30°C	NF ISO 4833	
Méthode de routine pour le dénombrement des micro-organismes - méthode par comptage des colonies obtenues à 30°C	NF V 08-051	
Directives générales pour la recherche des <i>Salmonella</i>	NF EN 12824	6579
Méthode de routine pour la recherche des <i>Salmonella</i>	NF V 08-052	
Microbiologie des aliments - Méthode horizontale pour le dénombrement des staphylocoques à coagulase positive ( <i>S. aureus</i> et autres espèces) - Partie 1 : technique utilisant le milieu gélosé de Baird Parker	NF ISO 6888 - 1	

Méthode de routine pour le dénombrement de staphylocoques à coagulase positive par comptage des colonies à 37°C - Partie 1 : technique avec confirmation des colonies	V 08-057-1	
Méthode de routine pour le dénombrement de staphylocoques à coagulase positive par comptage des colonies à 37°C - Partie 2 : sans confirmation des colonies	V 08-057-2	
Microbiologie des aliments - Méthode horizontale pour le dénombrement des staphylocoques à coagulase positive ( <i>S. aureus</i> et autres espèces) - Partie 2 : technique utilisant le milieu gélosé au plasma de lapin et au fibrinogène	NF ISO 6888 - 2	
Directives générales pour le dénombrement des coliformes- méthode par comptage des colonies obtenues à 30° C	NF ISO 4832	
Méthode de routine pour le dénombrement des coliformes - méthode par comptage des colonies obtenues à 30° C	NF V 08-050	
Directives générales pour le dénombrement des coliformes-	NF ISO 4831	

technique du nombre le plus probable après incubation à 30°C		
Directives générales pour le dénombrement des coliformes fécaux et d' <i>Escherichia coli</i> (annexe à NF V 08-015 et NF V 08-016)	NF V 08-017	
Méthode de routine pour le dénombrement des <i>Escherichia coli</i> - $\beta$ -glucuronidase positive par comptage des colonies à 44°C	V 08-053	
Méthode de routine pour le dénombrement des coliformes thermotolérants par comptage des colonies à 44°C	NF V 08-060	
Directives générales pour le dénombrement des <i>Clostridium perfringens</i> - méthode par comptage des colonies	NF V 08-019	7937
Méthode de routine pour le dénombrement des <i>Clostridium perfringens</i> par comptage des colonies	V 08-056	
Directives générales pour le dénombrement d' <i>Escherichia coli</i> présumées - technique du nombre le plus probable	NF ISO 7251	
Directives générales pour le dénombrement sans revivification des <i>Enterobacteriaceae</i> - technique du nombre le plus probable et méthode par comptage des colonies	NF ISO 7402	
Méthode de routine pour le dénombrement des <i>Enterobacteriaceae</i> par comptage des colonies	NF V 08-054	

NATURE DE L'ESSAI	TEXTES DE REFERENCE	
	AFNOR	ISO
Directives générales pour le dénombrement de <i>Bacillus cereus</i> - méthode par comptage des colonies à 30°C	NF EN ISO 7932	
Méthode de routine pour le dénombrement de <i>Bacillus cereus</i> - méthode par comptage des colonies à 30°C	XP V 08-058	
Directives générales pour le dénombrement des levures et moisissures par comptage des colonies à 25°C	NF ISO 7954	
Méthode de routine pour le dénombrement des levures et moisissures par comptage des colonies à 25°C	XP V 08-059	
Directives générales pour la recherche de <i>Vibrio parahaemolyticus</i>	NF ISO 8914	
Directives générales pour la recherche des <i>Enterobacteriaceae</i> avec pré-enrichissement	NF ISO 8523	
Directives générales pour la recherche des <i>Listeria monocytogenes</i>	NF EN ISO 11290-1	
Méthode de routine pour la recherche de <i>Listeria monocytogenes</i>	NF V 08-055	
Directives générales pour le dénombrement des <i>Listeria monocytogenes</i>	NF EN ISO 11290-2	
Directives générales pour la recherche de <i>Campylobacter</i> thermotolérants	NF ISO 10272	
Directives générales pour la recherche de <i>Yersinia enterocolitica</i> présumées pathogènes	NF ISO 10273	
Dénombrement en anaérobiose des bactéries sulfite-réductrices par comptage des colonies. Méthode de routine.	XP V 08-061	
Directives générales pour le dénombrement des bactéries lactiques mésophiles	NF ISO 15214	

## 1.2. - Méthodes sectorielles

NATURE DE L'ESSAI	TEXTES DE REFERENCE		
	AFNOR	ISO	FIL
Lait et produits laitiers - dénombrement des coliformes - méthode B : technique du nombre le plus probable après incubation à 30°C		5541-2	73
Lait et produits laitiers - recherche des <i>Salmonella</i>		6785	93
Méthode normalisée pour les numérations des organismes lipolytiques			41
Méthodes de contrôle pour le lait stérilisé			48
Détection de la pénicilline dans le lait par la technique utilisant des disques de papier filtre			57
Produits laitiers secs - dénombrement des <i>Staphylococcus aureus</i> - technique du nombre le plus probable			60
Beurre, laits fermentés et fromages frais : dénombrement des organismes contaminants - technique par comptage des colonies à 30°C			153
Lait et produits laitiers - méthode normalisée pour la recherche de la thermonucléase en provenance des staphylocoques à coagulase positive			83
Lait et produits laitiers - dénombrement des levures et moisissures		6611	94
Lait liquide - dénombrement des micro-organismes psychrotrophes		6730	101
Yaourt - dénombrement des micro-organismes caractéristiques			117
Lait - dénombrement des micro-organismes - technique de l'anse calibrée en boîtes de Pétri à 30°C			131
Lait - Psychrotrophes (nombre estimatif - méthode rapide)			132
Lait et produits à base de lait - dénombrement de <i>Staphylococcus aureus</i> - technique par comptage des colonies à 37°C			145
Lait et produits laitiers - dénombrement des micro-organismes - technique par comptage des colonies à 30°C		6610	100
Lait et produits laitiers - dénombrement d' <i>Escherichia coli</i> présumés par la technique du nombre le plus probable	NF ISO 11866-1		170
Lait et produits laitiers - dénombrement d' <i>Escherichia coli</i> présumés par la technique du nombre le plus probable à l'aide de 4-méthylumbelliféryl- $\beta$ -D-glucuronide (MUG)	NF ISO 11866-2		170
Lait et produits laitiers - dénombrement d' <i>Escherichia coli</i> présumés par la technique de comptage des colonies à 44°C sur membranes		11866-3	170
Lait et produits laitiers -recherche de <i>Listeria monocytogenes</i>		10560 + R1 (1993)	

### B - Viande et produits dérivés à base de viande

NATURE DE L'ESSAI	TEXTES DE REFERENCE	
	AFNOR	ISO
Viandes et produits à base de viande - dénombrement des bactéries lactiques	NF V 04-503	
Viandes et produits à base de viande - dénombrement des bactéries lactiques		13721
Viandes et produits à base de viande -	NF V 04-504	

dénombrement des <i>Pseudomonas</i>		
Viandes et produits à base de viande - dénombrement des <i>Pseudomonas</i>		13720
Viandes et produits à base de viande - examen microbiologique - dénombrement des <i>Brochothrix thermosphacta</i>	NF V 04-505	
Viandes et produits à base de viande - examen microbiologique - dénombrement des <i>Brochothrix thermosphacta</i>		13722
Viandes et produits à base de viande - dénombrement des micro-organismes méthode par comptage des colonies à 25°C	NF V 04-506	
Viandes et produits à base de viande - dénombrement des levures et moisissures méthode par comptage des colonies	NF ISO 13681	
Viandes et produits à base de viande - dénombrement des <i>Escherichia coli</i> méthode par comptage des colonies obtenues sur membranes à 44°C		6391

C - Produits de la pêche

NATURE DE L'ESSAI	TEXTES DE REFERENCE -	
	AFNOR	Autres réf.
Dénombrement des coliformes fécaux dans les eaux conchylicoles et dans les coquillages marins vivants	NF V 45-110	
Dénombrement de <i>Vibrio parahaemolyticus</i> dans les eaux conchylicoles et dans les coquillages marins vivants	XP V 45-111	
Méthode d'analyse bactériologique pour le contrôle des coquillages - <i>Escherichia coli</i>		DGAL/SDHA/N 98 - 8137

D - Aliments des animaux

NATURE DE L'ESSAI	TEXTES DE REFERENCE	
	AFNOR	ISO
Aliments des animaux - Dénombrement des moisissures	NF V 18-301	

E- Conserves

NATURE DE L'ESSAI	TEXTES DE REFERENCE	
	AFNOR	ISO
Contrôle de la stabilité des produits appertisés et assimilés : méthode de référence	NF V 08-401	
Contrôle de la stabilité des produits appertisés et assimilés : méthode de routine	NF V 08-408	
Conserves - recherche de <i>Bacillus thermophiles</i>	NF V 08-404	
Conserves - recherche de <i>Clostridium thermophiles</i>	NF V 08-405	
Conserves - détermination du pH (Méthode de référence)	NF ISO 11289	
Détermination du pH des produits appertisés et assimilés :	NF V 08-409	



méthode de routine		
Conserves - matières premières entrant dans la composition des conserves - dénombrement des spores thermorésistantes de <i>Bacillus</i> et <i>Clostridium</i> thermophiles - technique du nombre le plus probable	NF V 08-407	

F - Epices et aromates

NATURE DE L'ESSAI	TEXTES DE REFERENCE	
	AFNOR	ISO
Epices et aromates - dénombrement des levures et moisissures	NF V 03-454	

G - Gélatine alimentaire

NATURE DE L'ESSAI	TEXTES DE REFERENCE	
	AFNOR	ISO
Gélatine alimentaire - dénombrement des micro-organismes - méthode par comptage des colonies obtenues à 30°C	NF V 59-101	
Gélatine alimentaire - recherche des coliformes - méthode par culture à 30°C sur milieu sélectif liquide	NF V 59-102	
Gélatine alimentaire - recherche de coliformes fécaux - méthode par culture à 44,5 °C sur milieu sélectif liquide	NF V 59-103	
Gélatine alimentaire - recherche des <i>Staphylococcus aureus</i>	NF V 59-105	
Gélatine alimentaire - dénombrement des spores de micro-organismes anaérobies sulfite-réducteurs - méthode par comptage des colonies obtenues en anaérobiose à 37°C	NF V 59-106	
Gélatine alimentaire - recherche des spores de <i>Clostridium perfringens</i> - technique du nombre le plus probable après incubation à 46°C	NF V 59-107	
Gélatine alimentaire - recherche des <i>Salmonella</i>	NF V 59-104	

H - Céréales et légumineuses

NATURE DE L'ESSAI	TEXTES DE REFERENCE	
	AFNOR	ISO
Céréales, légumineuses et produits dérivés - dénombrement des bactéries, levures et moisissures	NF ISO 7698	

## II - EXIGENCES SPECIFIQUES POUR LES ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES

### 2.1 - Le prélèvement des échantillons

Les règles de prélèvement ne sont pas incluses dans le présent programme car elles sont de la responsabilité des demandeurs d'analyses et non de celle des laboratoires.

Les échantillons doivent parvenir au laboratoire dans des conditions préservant leurs propriétés chimiques intrinsèques et dans les quantités nécessaires aux analyses.

Si les échantillons parvenant au laboratoire ne satisfont manifestement pas à ces exigences, le laboratoire pourra soit refuser les échantillons, soit émettre des réserves sur la signification des résultats. Toutefois, s'il s'agit d'une quantité insuffisante mettant en cause la validité des résultats, l'analyse sera faite sans les garanties de l'accréditation.

## **2.2 - Le stockage des échantillons**

2.2.1 - Les échantillons sont à conserver dans les meilleures conditions possibles, éventuellement à l'abri de la lumière, de la chaleur et de l'humidité suivant leur nature et les indications figurant sur l'emballage.

### **2.2.2 - Locaux**

Le local où sont stockés et préparés les échantillons doit être séparé du local où sont placés les appareils d'analyse.

### **2.2.3 - Matériel**

Le matériel de dosage doit être réservé à cet usage et rangé à l'abri de la poussière. Le nettoyage nécessite un soin particulier ; chaque méthode de nettoyage doit être décrite dans les documents qualité.

### **2.2.4 - Méthodes d'analyse**

Toute méthode rédigée en langue étrangère doit être traduite intégralement ou, à défaut, les chapitres importants pour l'exécution des essais.

La réalisation de certaines analyses, objet du présent programme, nécessite le recours aux documents fixant les conditions de préparation des échantillons.

Avant tout choix de méthodes, il faut s'assurer que le produit soumis à l'analyse est défini dans le domaine d'application de la méthode et, si besoin, préciser dans le rapport d'analyse les conditions particulières appliquées au traitement de cet échantillon.

## **2.3 - Exigences spécifiques particulières pour l'analyse des mycotoxines**

### **2.3.1 - Cancérogénèse**

Les mycotoxines sont des métabolites secondaires produits par certaines souches de moisissures.

Certaines mycotoxines comme les aflatoxines, la stérigmatocystine, l'ochratoxine A et la patuline ont été reconnues comme cancérogènes par différents groupes d'experts (IARC\* 1976, 1983, 1986, 1987).

Des gants doivent être portés par le personnel au cours de toutes les opérations de manipulation de ces composés ou de leurs solutions.

De plus, il a été démontré qu'une mycotoxine telle que l'aflatoxine en solution dans le chloroforme diffuse à travers les gants (latex ou vinyl). Si ces gants sont en contact avec une telle solution, ils doivent être changés aussi vite que possible pour réduire les risques de contact de la mycotoxine avec la peau.

Lorsque les mycotoxines sont sous forme de poudre, elles doivent être manipulées sous hotte et avec masque en utilisant des gants de coton pour éviter les problèmes de dispersion dûs aux effets électrostatiques (IARC, Scientific publication n° 33).

### 2.3.2 - Elimination des déchets

Suivant le cas, des méthodes particulières de décontamination et de destruction doivent être appliquées à la verrerie, aux solvants (solution étalon et autres), aux produits analysés. Ces méthodes sont décrites dans IARC Scientific publication n° 37.

### 2.3. - Préparation des échantillons

Les méthodes d'extraction utilisées par le laboratoire et spécifiques à chaque d'échantillon doivent avoir fait l'objet d'une étude permettant de s'assurer de leur validité.

## III - EXIGENCES SPECIFIQUES PARTICULIERES POUR L'ANALYSE DES RESIDUS DE PESTICIDES

### 3.1 - Matériel

On peut utiliser du matériel en verre ou en PTFE. Dans le cas où on utilise du matériel en plastique, il faut veiller au relargage des plastifiants (résistance aux solvants).

Il faut également se méfier des marqueurs feutres (solvant).

Pour le nettoyage on peut tremper la vaisselle dans le persulfate d'ammonium ou un détergent efficace. Il est judicieux de rincer à l'eau puis à l'acétone, un rinçage préalable avant l'utilisation avec le solvant employé est recommandé.

### 3.2 - Réactifs - Eau

Les solvants ne doivent pas entraîner d'interférence pour la détermination du pesticide à évaluer. Les conditions de purification doivent être adaptées en fonction de la méthode utilisée.

Tout nouveau lot de réactifs doit faire l'objet d'un essai à blanc.

Les absorbants feront l'objet d'une attention toute spéciale notamment en ce qui concerne leur activité.

### 3.3 - Substances de référence

La pureté des matières actives doit être au moins de 95 % et ou de pureté connue.

Les conserver au froid en suivant les recommandations du fabricant (à l'abri de la lumière, sous azote ...)

De nombreuses matières actives pures sont très toxiques et peuvent être absorbées par la peau.

Signaler les risques particuliers dus à leur toxicité et établir un fichier des matières actives :

- Nom (éventuellement synonymes)
- Lot
- Poids moléculaire
- Pureté
- Date de réception
- Date de péremption
- Précautions particulières concernant le stockage

### 3.4 - Evaluation des résultats

#### 3.4.1 - Calcul des résultats

Calculer la concentration de chaque résidu dans chaque échantillon en comparant les résultats des injections de solution X avec celles de solution de titre connue.

#### 3.4.2 - Récupération

Les performances de l'analyse doivent être périodiquement testées pour déterminer le taux de récupération des pesticides. Les conditions sont conventionnelles puisque l'on ajoute un pesticide au substrat. La seule véritable certitude réside dans l'utilisation de molécules marquées qui n'est pas envisageable actuellement.

La récupération sera menée de façon systématique à la LMR (limite maximale de résidu) et au 1/10 à condition que cette dernière soit supérieure à 0,05 mg/kg.

#### 3.4.3 Précision

Voir document ISO 5725

#### 3.4.4 - Répétabilité

Sur 2 ou 3 valeurs, la différence ne doit pas être plus grande que :

- 50 % à un niveau de 0,01 mg/kg
- 25 % à un niveau de 0,1 mg/kg
- 12,5 % à un niveau de 1 mg/kg (0,88 1,12).

Les valeurs intermédiaires peuvent être extrapolées sur un graphique log log.

### **III - EXIGENCES SPECIFIQUES PARTICULIERES POUR L'ANALYSE DES CONTAMINANTS METALLIQUES**

#### **3.1 - Critères applicables à la décomposition des échantillons**

Selon le système de mesure utilisé, une digestion plus ou moins complète de la matière organique dans l'échantillon peut être nécessaire. Les méthodes utilisables sont la calcination, la digestion par voie humide à l'air libre et la digestion en bombe.

Les méthodes de décomposition impliquant des manipulations qui peuvent être dangereuses, chaque méthode doit comporter un paragraphe relatif à la sécurité : l'usage d'acide perchlorique doit être le plus limité possible, les précautions d'emploi et les risques encourus doivent être mentionnés.

##### 3.1.1 - Essais pour le contrôle des pertes d'analyte

Les pertes éventuelles d'analyte, dues à la présence ou à la formation de composés volatils ou de précipités insolubles, doivent être contrôlées. Pour ce faire, on recourra de préférence à l'analyse de matériaux de référence dont la matrice est aussi proche que possible de l'échantillon à analyser et, complémentirement, à des expériences de récupération portant sur les échantillons réels. Si l'on ne dispose pas de matériaux de référence adéquats, il convient d'effectuer des expériences de récupération à différents niveaux.

##### 3.1.2 - Calcination

Il est important d'exercer un contrôle strict de la température afin d'éviter les pertes d'analyte par volatilisation. Un four à moufle équipé d'un contrôleur de température programmable est indispensable pour obtenir des conditions de calcination répétables.

##### 3.1.3.- Digestion à l'aide d'acides minéraux

Les méthodes de digestion utilisent des quantités relativement importantes de réactifs, ce qui signifie que leur niveau de contamination doit être aussi bas que possible. Au cours de la digestion, les conditions d'oxydation doivent être maintenues de manière à éviter la carbonisation : en cas de carbonisation, il convient d'ajouter immédiatement quelques millilitres d'un acide oxydant (acide nitrique). Un échantillon plusieurs fois carbonisé est très difficile à digérer par la suite .

En outre, la carbonisation peut entraîner des pertes d'analyte (arsenic, mercure) par volatilisation. Si le produit de la digestion, après dilution, doit être analysé directement par la technique SAA (flamme ou four), la présence de résidus de molécules organiques de poids moléculaire faible peut ne pas interférer dans la mesure. Les produits de digestion qui doivent être analysés par DPASV (voltamétrie à redissolution anodique par polarographie à impulsion différentielle) ou dont l'analyte doit être extrait par des agents de complexation organique, doivent être exempts de toute matière organique résiduaire. Dans de tels cas, une digestion finale au peroxyde d'hydrogène ou à l'acide perchlorique est appropriée.

Seuls des fours ou enceintes spécialement appropriés peuvent être utilisés.

Les appareils à micro-ondes doivent être d'un type spécifiquement destiné à l'utilisation en laboratoire. Cette condition doit être clairement indiquée dans le mode opératoire de toute méthode en recommandant ou en autorisant l'utilisation.

La principale restriction réside dans la quantité réduite de prise d'essai qui peut être digérée dans les modèles les plus courants du matériel disponible sur le marché.

### **3.2 - Critères applicables à la spectrométrie d'absorption atomique (SAA)**

D'une manière générale, les réglages du spectromètre doivent être effectués selon les recommandations du fabricant. La performance de l'équipement complet doit être contrôlée, à minima, avant et après chaque série de mesures d'échantillons, en procédant à l'analyse de solutions étalons et à la préparation d'un graphique d'étalonnage à partir des résultats. Si la quantification est réalisée par la méthode des ajouts dosés, il convient de veiller à ne pas dépasser la partie linéaire de la courbe d'étalonnage

#### **3.2.1 - SAA flamme**

L'étalon doit être préparé dans une matrice liquide aussi proche que possible des solutions à mesurer (par exemple : solutions aqueuses ou organiques, concentration d'acide), de manière à garantir une réponse comparable de l'instrument.

Si un procédé de séparation, tel que l'extraction, est utilisé pour séparer l'analyte d'éléments interférents ou à des fins de concentration, l'efficacité de chaque étape doit être contrôlée pour tout nouveau type de matrice.

Bien que l'absorption de fond ne pose guère de problème en SAA flamme, il est toujours nécessaire de vérifier si une correction de fond s'impose ou non.

#### **3.2.2. - SAA par atomisation électrothermique (SAA four)**

Afin d'éviter des valeurs de blanc élevées, les réactifs utilisés comme agents de modification de la matrice doivent être de la plus grande pureté possible.

L'absence d'une correction de fond efficace et fiable constitue la principale source d'erreur dans la technique SAA four. C'est pourquoi l'efficacité du procédé de correction de fond de la mesure doit faire l'objet d'une vérification très soignée. Le cas échéant, les résultats doivent être contrôlés en diluant deux ou trois fois la solution à mesurer et en répétant la mesure.

#### **3.2.3. SAA en phase vapeur à froid pour le mercure**

En raison de pertes par volatilisation, la calcination ne peut être utilisée comme technique de décomposition pour le dosage du mercure. La présence de substances organiques volatiles dans la solution à mesurer peut entraîner de faux résultats positifs.

#### **3.2.4. SAA par génération d'hydrures**

Les composés organiques contenant de l'arsenic pouvant être très stables, ils nécessitent l'application d'une méthode très élaborée de décomposition par oxydation, de manière à garantir l'obtention de résultats corrects pour l'arsenic total. Il y a lieu de prévoir, dans le cadre de la digestion par voie humide ou à la suite de la digestion en bombe, une étape de digestion finale, au peroxyde d'hydrogène, à l'aide d'autres réactifs fortement oxydants, comme le permanganate de potassium ou l'acide perchlorique. La calcination utilisant un mélange de nitrate de magnésium et d'oxyde de magnésium comme agent de calcination convient également pour le dosage de l'arsenic.

Il convient d'être attentif au fait que les hauteurs et les surfaces des pics d'absorption peuvent être fortement influencées par les constituants de la matrice, de sorte que la quantification par la méthode des ajouts dosés est généralement nécessaire. Le taux et la vitesse de formation de l'arsenic dépend de l'état d'oxydation de As, As<sup>3+</sup> réagissant généralement plus vite que As<sup>5+</sup>. Au cours de la digestion, on peut assister à la formation de As<sup>5+</sup>. Les méthodes de préparation des échantillons doivent viser à transformer tout l'arsenic présent en As<sup>3+</sup> ou en As<sup>5+</sup> et l'étalonnage doit être réalisé à l'aide de solutions As<sup>3+</sup> ou As<sup>5+</sup> selon le cas.

### **3.5 - Réactifs -Eau**

Afin d'éviter des valeurs de blanc élevées, leur niveau de contamination doit être aussi bas que possible.

Tout nouveau lot de réactifs doit faire l'objet d'un essai à blanc visant à vérifier la quantité réelle de l'élément à mesurer, et les résultats doivent être comparés à ceux obtenus pour un lot précédent.

L'eau utilisée doit être de l'eau bidistillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

### **3.6 - Matériau de référence**

Echantillon d'une substance ou produit simple manufacturé dont une ou plusieurs caractéristiques sont déterminées avec une exactitude suffisante pour qu'il puisse être utilisé pour étalonner un appareil ou vérifier une méthode de mesure.

Si des matériaux de référence ne sont pas disponibles, les caractéristiques peuvent être évaluées par l'analyse d'échantillons supplémentés.

Seul l'emploi simultané des méthodes " ajouts connus" et "prises d'essai variables", permet de déceler à la fois les erreurs systématiques constantes et les erreurs systématiques proportionnelles. Cet emploi simultané des deux méthodes ne suffit pas pour déceler toutes les erreurs systématiques et en particulier deux sortes d'erreurs assez courantes resteront cachées :

- Emploi d'une solution étalon de travail de titre erroné pour la préparation des produits de référence.
- Influence, proportionnelle à la masse, d'un élément constituant de la matrice.

### **3.7 - Etalons - Courbe d'étalonnage**

Conserver les solutions mères étalons dans des récipients inertes soigneusement bouchés par un bouchon à vis. Ces solutions stocks pourront se conserver

plusieurs mois. Bien agiter la bouteille avant utilisation. Toute nouvelle solution doit être vérifiée. Les résultats doivent être comparés à ceux obtenus sur la solution précédente.

Si le résultat dépend d'une courbe d'étalonnage, il convient de fournir les informations suivantes :

- Dans le cas d'une courbe d'étalonnage linéaire, les intervalles à l'intérieur desquels il existe une relation linéaire entre la teneur en analyte des solutions étalons et l'amplitude des signaux produits par l'instrument de mesure (intervalle linéaire de la courbe d'étalonnage).
- Si la quantification repose sur une courbe d'étalonnage non linéaire, le modèle mathématique qui décrit la courbe d'étalonnage.
- Les intervalles acceptables à l'intérieur desquels l'amplitude du signal produit par l'instrument de mesure pour une solution étalon dans la zone de travail de la courbe d'étalonnage peut varier d'un jour à l'autre.
- Une copie d'une courbe d'étalonnage représentative avec la valeur de toutes les mesures et l'indication des intervalles où la courbe peut être utilisée (zone de travail).

### **3-8 - Essai à blanc (blanc des réactifs)**

Pour chaque série de dosages, un essai à blanc devra être fait en effectuant la procédure d'analyse complète en omettant la prise d'essai ou en la remplaçant par une même masse d'eau.

### **3-9- Quantification**

#### **3.9.1 - Limite de détection**

La limite de détection est numériquement égale à trois fois l'écart type de la moyenne des essais à blanc (  $n > 20$  ).

La limite de détection est la valeur corrigée du blanc (valeur déduite de la différence  $D_0$  lue -  $D_0$  blanc) pour laquelle l'amplitude de l'intervalle de confiance est égale à ce résultat (incertitude relative de 100%).

La limite de détection doit être ramenée à la teneur, c'est-à-dire exprimée en  $\mu\text{g}/\text{kg}$  ou en  $\text{mg}/\text{kg}$  (analyte/produit), avec la quantité de la prise d'essai (en gramme) normalement utilisée lors de l'analyse (Les quantités peuvent être exprimées en volume).



(La distribution des résultats de détermination du blanc et celle des résultats de mesure à la limite de détection sont supposées normales et de même écart-type).

### 3.9.2 - Limite de quantification

La limite de quantification est le double de la limite de détection.

(Il importe de ne pas confondre la limite de détection avec la limite de quantification. La première est une valeur du résultat corrigée du blanc au dessous de laquelle on ne peut pas affirmer que la valeur vraie n'est pas nulle. La limite de quantification est la valeur vraie qui a une probabilité au moins égale à  $(1 - B)$  de donner un résultat supérieur à la limite de détection).

### 3.9.3 - Exactitude

L'exactitude peut être vérifiée en analysant un matériau de référence. Le laboratoire suivra les instructions pour l'emploi et effectuera le même nombre de dosages que les laboratoires l'ayant étalonné. A partir de ces résultats, il en déduira un écart-type  $S_t$  et une moyenne  $A_t$ .

Dans un premier temps, on doit comparer l'estimation  $S_t$  de la répétabilité des dosages avec la répétabilité des laboratoires ayant étalonné. En général  $S_t$  est inférieur ; si  $S_t$  est supérieur, il est alors possible que la répétabilité du laboratoire soit inadéquate et il est recommandé d'en rechercher les causes et d'y remédier.

Dans un deuxième temps, on compare les valeurs des moyennes (test de Student).

### 3.9.4 - Ecart de fidélité

En cas d'analyses répétées ( $n \leq 6$ ) d'un échantillon, le rapport entre l'écart-type  $\sigma$  et la moyenne arithmétique  $m$  ne doit pas dépasser les valeurs suivantes :

$$\text{Coefficient de Variation (C.V.)} = \frac{\sigma}{m}$$

- moyenne supérieure à 0,01 mg/kg et inférieure ou égale à 0,10 mg/kg	0,20
- moyenne supérieure à 0,10 mg/kg et inférieure ou égale à 1,00 mg/kg	0,15
- moyenne supérieure à 1,00 mg/kg	0,10

### 3.9.5 - Expression des résultats

Si le résultat est inférieur à la limite de quantification, on écrit :

$$X \leq \text{limite de quantification}$$

Si le résultat est supérieur à la limite de quantification, la moyenne doit être exprimée avec le même nombre de décimales que les limites de l'intervalle de confiance. Quand l'intervalle de confiance n'est pas donné avec le résultat, il est indispensable d'arrondir la valeur de façon que l'erreur ne joue que sur le dernier chiffre exprimé.

Si les résultats sont écrits en employant des unités telles que les chiffres des unités et des dizaines ne sont pas significatifs, il faut, soit changer d'unité, soit utiliser les puissances de 10 pour donner le résultat.

### **III - EVALUATION**

#### **3.1- Audits**

L'équipe d'audit chargée des opérations d'évaluation est composée d'un auditeur qualitatif et d'un ou plusieurs auditeurs techniques spécialistes des analyses objet du présent programme.

#### **3.2. - Analyses d'intercomparaison**

La participation à des chaînes d'analyses d'intercomparaison deviendra obligatoire pour les laboratoires candidats et les laboratoires accrédités lorsque de telles chaînes seront réalisées par un organisme répondant aux règles de la Section essais du COFRAC.

Les résultats des chaînes d'analyses sont tenus à la disposition de la Section essais du COFRAC et de ses auditeurs ; des écarts occasionnels ne font pas obstacle à l'accréditation dès lors que le laboratoire apporte la preuve des dispositions prises, dans toute la mesure du possible, pour y remédier et éviter leur renouvellement.

- les laboratoires devront pouvoir justifier de la validité de ces méthodes par l'un au moins des moyens suivants :
  - comparaison des résultats obtenus avec ceux résultant de la mise en oeuvre d'une méthode de référence reconnue ; la norme expérimentale AFNOR V 03-110 fournit un modèle de protocole pour les méthodes quantitatives,
  - participation obligatoire à des campagnes d'analyses circulaires. Les résultats obtenus par les laboratoires en utilisant leur méthode interne devront être satisfaisants,
  - utilisation de matériaux ou produits de référence, de composition ou de caractéristiques connues, lorsqu'ils sont disponibles,
  - validation de la méthode ou du matériel par un organisme compétent reconnu.
- un rapport sera établi, explicitant les dispositions prises pour démontrer la validité des méthodes justifiant notamment leur domaine d'application.

## ANALYSES DE BASE

NATURE DE L'ANALYSE	TEXTES DE REFERENCE	
	AFNOR	AUTRES
Détermination de la perte en masse à la dessiccation (sous pression réduite)		Arrêté du 8/09/1977 (J.O. du 3/11/1977)
Détermination de la teneur en cendres (incinération et pesée)		Arrêté du 8/09/1977 (J.O. du 3/11/1977)
Détermination de la teneur en lipides totaux (traitement chlorhydrique, extraction à l'hexane et pesée)		Arrêté du 8/09/1977 (J.O. du 3/11/1977)
Détermination à la teneur en azote total et en protides (méthode de Kjeldahl)		Arrêté du 8/09/1977 (J.O. du 3/11/1977)
Détermination de la teneur en glucides assimilables (hors fibres)		Calcul par différence*
Détermination de la teneur en glucides totaux		Calcul par différence*

\* *Le laboratoire doit être accrédité pour les déterminations intermédiaires entrant dans le calcul.*

## LES GLUCIDES

NATURE DE L'ESSAI	TEXTES DE REFERENCE	
	AFNOR	AUTRES
Dosage du glucose par chromatographie liquide haute performance (u Bondapak carbohydate et détection réfractométrique)		Official Methods of Analysis of the AOAC 980.13 et 982.14 (1990)*
Dosage du fructose par chromatographie liquide haute performance (u Bondapak carbohydate et détection réfractométriques)		Official Methods of Analysis of the AOAC 980.13 et 982.14 (1990)*
Dosage du saccharose par chromatographie liquide haute performance (u Bondapak carbohydate et détection réfractométriques)		Official Methods of Analysis of the AOAC 980.13 et 982.14 (1990)*
Dosage du lactose par méthode titrimétrique		Arrêté du 24/8/1983*** J.O. du 27/10/83
Dosage du lactose par méthode titrimétrique		1ère directive CEE 71/250 (15-6-71, JOCE 12-7-71) modifiée par directive CEE 81/680 (30-7-81) ****
Dosage du lactose par chromatographie liquide haute performance (u Bondapak carbohydate et détection réfractométrique)		Official Methods of Analysis of the AOAC 980.13 (1990)*
Dosage du maltose par chromatographie liquide haute performance (u Bondapak carbohydate et		Official Methods of Analysis of the

détection réfractométrique)		AOAC 980.13 (1990)*
-----------------------------	--	---------------------

NATURE DE L'ANALYSE	TEXTES DE REFERENCE	
	AFNOR	AUTRES
Dosage du sorbitol par chromatographie en phase gazeuse après dérivation en acétate		Official Methods of Analysis of the AOAC 973.28 (1990)
Dosage des fibres alimentaires (méthode enzymatique-gravimétrique)		J.O.R.F. page 10036-10037 (Arrêté du 25/7/1986)***
Dosage des fibres alimentaires (méthode enzymatique-gravimétrique)		AOAC 985-29 (1990)

### LES VITAMINES

NATURE DE L'ANALYSE	TEXTES DE REFERENCE	
	AFNOR	AUTRES
Dosage de la vitamine C (méthode fluorométrique à l'orthophénylène diamine)		J.O.R.F. page 8436-8437 (Arrêté du 21/5/1986)
Dosage de la vitamine B1 (chromatographie liquide haute performance en phase inverse avec dérivation précolonne en thiochrome et détection par fluorométrie)		J.O.R.F. page 13714-13715 (Arrêté du 21/10/1987)
Dosage de la vitamine B2 (chromatographie liquide haute performance en phase inverse et détection par fluorométrie)		J.O.R.F. page 13715 (Arrêté du 21/10/1987)

NATURE DE L'ANALYSE	TEXTES DE REFERENCE	
	AFNOR	AUTRES
Dosage de la vitamine B3 (nicotinique) (méthode microbiologique utilisant <i>Lactobacillus plantarum</i> , valable uniquement pour préparations vitaminées)		AOAC 944-13 (1990)
Dosage de la vitamine B6 (méthode microbiologique utilisant <i>Saccharomyces uvarum</i> )		AOAC 961-15 (1990)
Dosage de la vitamine B12 (méthode microbiologique utilisant <i>Lactobacillus leichmanii</i> , valable uniquement pour les préparations vitaminées)		AOAC 952-20 (1990)
Dosage de l'acide folique (méthode microbiologique utilisant <i>Streptococcus faecalis</i> , valable uniquement pour les préparations vitaminées)		AOAC 944-12 (1990)

Dosage de l'acide panthoténique (méthode <i>Lactobacillus plantarum</i> , valable uniquement pour les préparations vitaminées)		AOAC 945-74 (1990)
Dosage de la vitamine A (transrétinol) (chromatographie liquide haute performance d'absorption et détection UV)	NF V 18-401* (1987)	
Dosage de la vitamine E (alpha - tocophérol) (chromatographie liquide haute performance d'absorption et détection UV)	NF V 18-402* (1987)	

## **LES ELEMENTS MINERAUX**

NATURE DE L'ANALYSE	TEXTES DE REFERENCE	
	AFNOR	AUTRES
Détermination de la teneur en phosphore total (minéralisation par voie humide, traitement par le réactif vanadomolybdique et dosage photométrique)		Arrêté du 8/9/1977 J.O. du 3/11/1977

NATURE DE L'ANALYSE	TEXTES DE REFERENCE	
	AFNOR	AUTRES
Détermination de la teneur en sodium (par spectrométrie d'absorption atomique)		Arrêté du 8/9/1977 J.O. du 3/11/1977
Détermination de la teneur en potassium (par spectrométrie d'absorption atomique)		Arrêté du 8/9/1977 J.O. du 3/11/1977
Détermination de la teneur en magnésium (par spectrométrie d'absorption atomique)		Arrêté du 8/9/1977 J.O. du 3/11/1977
Détermination de la teneur en calcium (par spectrométrie d'absorption atomique)		Arrêté du 8/9/1977 J.O. du 3/11/1977
Détermination de la teneur en zinc (par spectrométrie d'absorption atomique)		Official Methods of Analysis of the AOAC, 25. 175-178 (1984)
Détermination de la teneur en zinc (par spectrométrie d'absorption atomique)	NF V 76-113* (1982)	
Détermination de la teneur en zinc (par spectrométrie d'absorption atomique)		8ème Directive CEE 78/633 (15/6/78, JOCE du 29/7/78) modifiée par Directive CEE 81/680 (30/7/81) et Directive CEE 84/4(20/12/83)**
Détermination de la teneur en fer (par spectrométrie d'absorption atomique)	NF V 76-113* (1982)	
Détermination de la teneur en fer (par spectrométrie d'absorption atomique)	NF V O5-126 *** (1982)	
Détermination de la teneur en fer (par spectrométrie d'absorption atomique)		8ème Directive CEE 78/633 (15/6/78, JOCE du 29/7/78) modifiée par Directive CEE 81/680 (30/7/81) et Directive CEE 84/4(20/12/83)**

Détermination de la teneur en cuivre (par spectrométrie d'absorption atomique)	NF V 76-113*	
Détermination de la teneur en cuivre (par spectrométrie d'absorption atomique)	NF V O5-126 *** (1982)	

NATURE DE L'ANALYSE	TEXTES DE REFERENCE	
	AFNOR	AUTRES
Détermination de la teneur en cuivre (par spectrométrie d'absorption atomique)		8ème Directive CEE 78/633 (15/6/78, JOCE du 29/7/78) modifiée par Directive CEE 81/680 (30/7/81) et Directive CEE 84/4(20/12/83)**
Détermination de la teneur en manganèse (par spectrométrie d'absorption atomique)		8ème Directive CEE 78/633 (15/6/78, JOCE du 29/7/78) modifiée par Directive CEE 81/680 (30/7/81) et Directive CEE 84/4(20/12/83)**
Détermination de la teneur en chlore (titrage potentiométrique par le nitrate d'argent)		Arrêté du 24/8/1983**** J.O. du 27/10/1983

## CORPS GRAS

### 1.2. Caractéristiques chimiques

NATURE DE L'ESSAI	TEXTES DE REFERENCE		
	AFNOR	ISO	AUTRES
Indice de saponification	NF ISO 3657		
Indice d'iode	NF ISO 3961		
Préparation des esters méthyliques d'acides gras	NF ISO 5509		Arrêté du 24/12/1975 (3)
CPG des esters méthyliques d'acides gras	NF ISO 5508		
Détermination de la composition des acides gras en position 2	NF ISO 6800		UICPA 2210 (2)

### 1.3. Constituants mineurs

NATURE DE L'ESSAI	TEXTES DE REFERENCE		
	AFNOR	ISO	AUTRES
Teneur en insaponifiable	NF T 60-205 Nov. 1975		
Composition de la fraction stérolique	NF T 60-232 Mai 1983	6799	
Stérols totaux par méthode enzymatique	NF T 60-243 Déc. 1985		
Composition de la fraction tocophérolique HPLC			UICPA 2432 (2)
Phosphore	NF T 60-227 Sept. 1969 NF T 60-228 Sept. 1969		AOCS Ca 12-55 (4)

Phosphore par S.A.A.			UICPA 2423 (2)
----------------------	--	--	----------------

#### 1.4. Altération

NATURE DE L'ESSAI	TEXTES DE REFERENCE		
	AFNOR	ISO	AUTRES
Indice d'acide et acidité	NF T 60-204 Déc. 1985 NF T 60-221 Déc. 1985	660	
Indice d'acide (MG laitière et beurre)	NF ISO 1740		
Indice de peroxyde corps gras	NF T 60-220 Déc. 1968	3960	
Indice de peroxyde (MG laitière)		3976	
Absorbance spécifique au rayonnement UV	NF T 60-223 Juil. 1978	3656	
Recherche et identification des antioxygènes	NF T 60-235 Nov. 1984		
Dosage des antioxygènes HPLC			UICPA 2642 (2)
Dosage BHA BHT	NF T 60-237 Oct. 1977	6463	
Dosage Gallates	NF T 60-238 Nov. 1984	6464	
Composés polaires	NF ISO 8420		UICPA 2507 (2) Arrêté du 01/10/86 (3)
Dosage des polymères de triglycérides			UICPA 2508 (2)
Dosage Benzo (a) pyrène			UICPA 2608 (2)

#### 1.5. Substances indésirables

NATURE DE L'ESSAI	TEXTES DE REFERENCE		
	AFNOR	ISO	AUTRES
Traces de cuivres, nickel, fer (absorption atomique en four graphite)			AOCS Ca 15-75 (4) AOCS Ca 18-79 (4) UICPA 2631 (2) UICPA 2632 (2)
Impuretés	NF T 60-202 Mars 1968	663	
Résidus d'hexane			UICPA 2607 (2)
Perchloréthylène			Règlement CEE 16/05/1988
Cendres	NF ISO 6884		
Eau	NF T 60-225 Sept. 1969 NF T 60-218 Nov. 1984	934	
Eau et matières volatiles	NF T 60-201 Nov. 1984	662	

## OLEOPROTEAGINEUX

NATURE DE L'ESSAI	TEXTES DE REFERENCE		
	AFNOR	ISO	AUTRES
Teneur en eau et matières volatiles	NF ISO 665		
Teneur en eau et matières volatiles	NF V 03-909 Juin 1988		
Teneur en impuretés	NF ISO 658		
Teneur en huile . extrait à l'hexane	NF ISO 659		
Acidité de l'huile	NF V 03-906 Janv. 1986	729	
Teneur en glucosinolates			Règlement CEE n° 1864/90 Annexe VIII du 03/07/90
Protéines	NF V 18-100 Oct. 1977	5983	
Cellulose	NF V 03-040 Fév. 1977	6498	
Préparation des esters méthyliques d'acides gras	NF ISO 5509		
Analyse par CPG des esters méthyliques d'acide gras	NF ISO 5508		
Tourteaux de graines oléagineuses - Dosage de l'hexane résiduaire	NF ISO 8892		

## TOUS PRODUITS OLEAGINEUX

NATURE DE L'ESSAI	TEXTES DE REFERENCE
Extraction de la matière grasse en vue de sa caractérisation	V 03-030 Déc. 1991

## ANALYSE DE CONTAMINANTS CHIMIQUES CHEZ LES ANIMAUX, DANS LEURS PRODUITS ET LES DENREES ALIMENTAIRES DESTINEES A L'HOMME OU AUX ANIMAUX : MYCOTOXINES - PHYCOTOXINES

### 1 - AFLATOXINES

NATURE DE L'ANALYSE	TEXTES DE REFERENCE
Aflatoxine B1 dans les aliments pour animaux	NF V 18-200 (Juin 1980)
Aflatoxine B1 (aliments composés pour animaux)	EC-DG XII (BCR) ISO/TC 34/SC 10 N 393
Aflatoxine B1 dans les matières premières pour l'alimentation des animaux	7ème directive 76/372/CEE (1)
Aflatoxines en alimentation humaine et animale	AACC 45-10
Aflatoxines en alimentation humaine et animale	AOAC 1990, 975 36
Aflatoxines (maïs et arachide)	AOAC 1990, 979 18
Aflatoxines (maïs, arachides bruts et beurre d'arachide)	AOAC 1990, Addendum, 991.31
Aflatoxines (arachide et produits dérivés)	UICPA - AOAC 1990, 968 22
Aflatoxines (arachide et produits dérivés)	AOCS Ab 6-68



Aflatoxines (arachide et produits dérivés)	AOAC 1990, 970 45
Aflatoxines (arachide et produits dérivés)	UICPA - AOAC 1990, 990 33
Aflatoxines (fèves de cacao)	UICPA - AOAC 1990, 971 23
Aflatoxines (noix de coco, coprah, tourteaux de coprah)	UICPA - AOCS Ah 1-72
Aflatoxines (noix de coco, coprah, tourteaux de coprah)	AOAC 1990, 971 24
Aflatoxines (maïs)	AOAC 1990, 972 26
Aflatoxines (café)	AOCS Aj 1-86
Aflatoxines (café)	AOCS Aj 3-87
Aflatoxines (graines de coton et produits dérivés)	AOAC 1990, 980 20
Aflatoxines (graines de coton et produits dérivés)	AOCS Aa 8-83
Aflatoxines (graines de coton et produits dérivés)	AOCS Aa 8-71
Aflatoxines B1 (graines de coton et produits dérivés)	UICPA - AOAC 1990, 989 06
Aflatoxines (noix de pistache)	AOAC 1990, 974 16
Aflatoxines B1 (oeufs)	AOAC 1990, 978 15
Aflatoxines B1 et M1 (foie)	AOAC 1990, 982 24
Aflatoxines M1 (lait et produits laitiers)	FIL 111A - 1990
Aflatoxines M1 (lait et produits laitiers)	Arrêté du 20/10/85 JORF 28/11/85)
Aflatoxines M1 (lait et produits laitiers)	AOAC 1990, 974 17
Aflatoxines M1 (lait et produits laitiers)	AOAC 1990, 980 21
Aflatoxines M1 (lait et produits laitiers)	AOAC 1990, 986 16
Aflatoxines M1 (lait et produits laitiers)	AFNOR V 03 120

## 2 - DEOXYNIVALENOL (VOMITOXINE)

NATURE DE L'ANALYSE	TEXTES DE REFERENCE
Deoxynivalénol (blé)	AOAC 1990, 986 17
Deoxynivalénol (blé)	AOAC 1990, 986 18

## 3 - OCHRATOXINES

NATURE DE L'ANALYSE	TEXTES DE REFERENCE
Ochratoxines (orge)	UICPA - AOAC 1990, 973 37
Ochratoxine A (café vert)	AOAC 1990, 975 38

## 4 - PATULINE

NATURE DE L'ANALYSE	TEXTES DE REFERENCE
Patuline (jus de pomme, cidres, concentrés)	NF V 76-116 (Novembre 1985)
Patuline (jus de pomme, cidres, concentrés)	Arrêté du 05/05/86 (JORF 27/05/86)
Patuline (jus de pomme, cidres, concentrés)	AOAC 1990, 974 18

## 5 - STERIGMATOCYSTINE

NATURE DE L'ANALYSE	TEXTES DE REFERENCE
Stérigmatocystine (orge et blé)	AOAC 1990, 973 38

## 6 - ZEARALENONE

NATURE DE L'ANALYSE	TEXTES DE REFERENCE
Zéaralénone (aliments des animaux)	NF V 18-201 (Mars 1986)
Zéaralénone (aliments des animaux)	AACC 1976, 4520
Zéaralénone (aliments des animaux)	AOAC 1990, 976 22
Zéaralénol et zéaralénone (maïs)	AOAC 1990, 985 18
Zéaralénol et zéaralénone (maïs)	AOCS Aj 2-86

## 7 - PHYCOTOXINES MARINES

NATURE DE L'ANALYSE	TEXTES DE REFERENCE
Phycotoxines paralysantes (saxitoxine et dérivés)	AOAC 1990, 959 08

## **ANALYSES DE CONTAMINANTS CHIMIQUES CHEZ LES ANIMAUX DANS LEURS PRODUITS ET LES DENREES ALIMENTAIRES DESTINEES A L'HOMME OU AUX ANIMAUX RESIDUS DE PESTICIDES**

### 1 - PRODUITS D'ORIGINE ANIMALE

(Produits laitiers, produits carnés, volailles, gibiers, œufs, poissons)

Dans le cas où dans cette classe d'aliments, la concentration en matière grasse est inférieure à 4 %, il convient d'appliquer les méthodes décrites pour les produits d'origine végétale. Dans le cas des yaourts et des fromages blancs on utilisera la méthode adoptée pour les laits.

NATURE DE L'ANALYSE	TEXTES DE REFERENCE
Organo halogénés	AOAC 1990, 970 52, 983 21
Organo halogénés	FIL 75 B
Organo halogénés	ISO DIS 3890
Organo halogénés	PAM volume 1
Organo phosphorés	AOAC, 1990, 970 52 983 21
Organo phosphorés	PAM volume 1

### 2 - PRODUITS D'ORIGINE VEGETALE

NATURE DE L'ANALYSE	TEXTES DE REFERENCE
Dithiocarbamates	Méthode de Keppel Annexe 3 DOC CEE 1729 (non publié)
Organo phosphorés	Analyst 1980, 105, 515-517
Benzimidazole10	Méthode Mestres (travaux de la société de pharmacie Montpellier 1974, 34 fas. 1. 91-100)
Organo halogénés	AOAC, 1990, 97052 985 23
Organo halogénés	PAM volume 1

Organo halogénés et Organo phosphorés	Chromatographia 1990, 29 459-466
Organo phosphorés	AOAC, 1990,968 24, 970 52, 974 22, 985 22
Organo phosphorés	Analyst 1977, 102, 858-868
Nitrates	NF V 05-121 Mars 1979
Carbamates - Méthode de KRAUSE	AOAC, 1990, 975-40

<b>NATURE DE L'ANALYSE</b>	<b>TEXTES DE REFERENCE</b>
Carbamates - Méthode de KRAUSE	AOAC, 1990, 985 23
Carbamates - Méthode de KRAUSE	JAOAC 1983, 66, 234-240
Carbamates - Méthode de KRAUSE	JAOAC 1985, 68, 726-733
Bromures	Méthode Grève et Gravenstuk : JAOAC 1979, 62, 1155
Bromures	Méthode Scudemore et Heuser : Pest Sci 1970, 1, 14
Bromures	Méthode de STYVE : Deutsch Lebens Rundsch 1985, 81, 3213
Hydrazide Maléique - Méthode LANE	JAOAC 1963, 46, 262-268
Hydrazide Maléique - Méthode LANE	JAOAC 1965, 48, 744-748
Hydrazide Maléique - Méthode Newsome	J agro food chem. 1980, 28, 270-272

### 3 - PRODUITS CEREALIERS ET DIVERS

<b>NATURE DE L'ANALYSE</b>	<b>TEXTES DE REFERENCE</b>
Organo halogénés	AOAC, 1990, 970 52 985 22
Organo halogénés	PAM volume 1
Organo halogénés	Analyst 1989,109,85-90
Organo-halogénés	Pest Sci 1977 473-483
Organo phosphorés	AOAC, 1990, 970 52, 983 21, 985 22
Organo phosphorés	PAM volume 1
Organo phosphorés	Analyst 1989, 109, 85-90
Organo phosphorés	Pest Sci 1977, 473-483
Bromures	Analyst 1976, 101, 386-390
Bromures	Méthode de Scudemore et Heuser : Pest Sci 1970, 1, 14
Bromures	Méthode de Styve : Deutsch Lebens Rundsch 1981, 77, 99-101 1985, 81, 321-322
Phosphure	Méthode de Scudemore : Pest Sci 1986, 17, 385-395

### - PRODUITS SUCRES - MIELS

<b>NATURE DE L'ANALYSE</b>	<b>TEXTES DE REFERENCE</b>
Organo halogénés	AOAC, 1990, 970 52, 985 22
Organo halogénés	PAM volume 1
Organo phosphorés	AOAC, 1990, 970 52
Organo phosphorés	PAM volume 1
Amitraz	Pest Sci 1988, 23, 59
Amitraz	J Agr, food chem. 1984, 32, 1219

### 5 - BOISSONS - VINS - JUS DE FRUITS

<b>NATURE DE L'ANALYSE</b>	<b>TEXTES DE REFERENCE</b>
----------------------------	----------------------------

Organo halogénés	Voir produits d'origine végétale
Organo phosphorés	Voir produits d'origine végétale
Dithiocarbamates	Voir produits d'origine végétale
Benzimidazoles	Voir produits d'origine végétale

## 6 - GRAINES OLEAGINEUSES

NATURE DE L'ANALYSE	TEXTES DE REFERENCE
Graines oléagineuses	Voir produits d'origine animale

## ANALYSES DE CONTAMINANTS CHIMIQUES CHEZ LES ANIMAUX DANS LEURS PRODUITS ET LES DENREES ALIMENTAIRES DESTINEES A L'HOMME OU AUX ANIMAUX : METAUX

### 1 - Ag - Argent

NATURE DE L'ANALYSE	TEXTES DE REFERENCE
Vins	Règlement CEE n° 2676/90 (JOCE du 03/10/90)

### 2- As - Arsenic

NATURE DE L'ANALYSE	TEXTES DE REFERENCE
Toute denrée	AOAC 1990, 952 13
Fruits et légumes	NF V 05-120 Novembre 1976
Gélatine	NF V 59-006 Octobre 1982
Produits utilisés en œnologie	OIV Codex Œnologique International
Polyvinylpyrrolidone	Règlement CEE n° 3220/90 (JOCE du 08/11/90)

### 3- Cd - Cadmium

NATURE DE L'ANALYSE	TEXTES DE REFERENCE
Toute denrée	AOAC 1990, 973 34
Vins	Règlement CEE n° 2676/90 (JOCE du 03/10/90)
Fruits et légumes	NF V 05-124 Octobre 1982

### 4 - Co - Cobalt

NATURE DE L'ANALYSE	TEXTES DE REFERENCE
Bière	Arrêté du 29/10/85, (JORF 17/12/85)

### 5 - Cu - Cuivre

NATURE DE L'ANALYSE	TEXTES DE REFERENCE
Toute denrée	AOAC 1990, 971 20
Alimentation animale	8ème directive (1) 78/633/CEE du 15/06/78
Bière	Arrêté du 29/10/85 (JORF du 17/12/85)
Vins	Règlement CEE n° 2676/90 (JOCE du 03/10/90)
Jus de fruits	NF V 76-113 Juin 1982
Corps Gras	AOCS Ca 1575 UICPA 2631
Fruits et légumes	NF V 05-127 Novembre 1984

Lait	FIL 76 A
Gélatine	NF V 59-011 Octobre 1982

#### 6 - Fe - Fer

NATURE DE L'ANALYSE	TEXTES DE REFERENCE
Alimentation animale	8ème directive (1) 78/633/CEE du 15/06/78
Bière	Arrêté du 29/10/85 (JORF du 17/12/85)
Cidre	Arrêté du 30/08/68 (JORF du 24/09/68)
Vins	Règlement CEE n° 2676/90 (JOCE du 03/10/90)
Jus de fruits	NF V 76-113 Juin 1982
Corps Gras	AOCS Ca 1575
Corps gras	UICPA 2631
Fruits et légumes	NF V 05-126 Octobre 1982
Fruits et légumes	ISO 9526
Lait	FIL 103 A
Gélatine	NF V 59-011 Octobre 1982

#### 7- Hg - Mercure

NATURE DE L'ANALYSE	TEXTES DE REFERENCE
Toute denrée	AOAC 1990, 971 21 977 14, 977 15
Fruits et légumes	NF V 05-123 Octobre 1982

#### 8 - Mn - Manganèse

NATURE DE L'ANALYSE	TEXTES DE REFERENCE
Alimentation animale	8ème directive (1) 78/633/CEE du 15/06/78

#### 9 - Ni - Nickel

NATURE DE L'ANALYSE	TEXTES DE REFERENCE
Corps Gras	AOCS G 1575
Corps gras	UICPA 2631

#### 10- Pb - Plomb

NATURE DE L'ANALYSE	TEXTES DE REFERENCE
Toute denrée	AOAC 1990, 935 50 972 25
Jus de Fruits	NF V 76-114 Juin 1982
Vins	Règlement CEE n° 2676/90 (JOCE du 03/10/90)
Moûts de raisins	Règlement CEE n° 2676/90 (JOCE du 03/10/90)
Corps Gras	AOAC XIV édition 25119
Corps Gras	UICPA 26.32
Fruits et légumes	NF V 05-125 Octobre 1982
Lait	FIL 133

Gélatine	NF V 59-011 Octobre 1982
----------	--------------------------

11- Se - Sélénium

NATURE DE L'ANALYSE	TEXTES DE REFERENCE
Toute denrée	AOAC 1990, 969 06974 15

12- Sn - Etain

NATURE DE L'ANALYSE	TEXTES DE REFERENCE
Toute denrée	AOAC 1990, 980 19 XIV édition 25161 XIV édition 25163
Fruits et légumes	NF V 05-111 Décembre 1970

13 - Zn - Zinc

NATURE DE L'ANALYSE	TEXTES DE REFERENCE
Toute denrée	AOAC 1990, 969 32
Alimentation animale	8ème directive (1) 78/633/CEE du 15/06/78
Vins	Règlement CEE n° 2676/90 (JOCE du 03/10/90)
Jus de fruits	NF V 76-113 Juin 1982
Fruits et légumes	NF V 05-122 Octobre 1982
Gélatine	NF V 59-011 Octobre 1982

**ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES DES SUCRES, PRODUITS SUCRES ET EDULCORES, BOISSONS SANS ALCOOL**

**A) CONFISERIE - PATISSERIE - BISCUITERIE**

NATURE DES ANALYSES	REFERENCES		
	METHODES OFFICIELLES	AFNOR	AUTRES
Perte de masse à la dessiccation (résidu sec pour les liquides) sous pression réduite	A. du 08/09/77 A. du 07/10/87	NF V 05-105 Janv. 1974 NF ISO 711 Juin 1989 (méthode fondamentale)	
Perte de masse à la dessiccation (résidu sec pour les liquides) sous pression atmosphérique		NF ISO 712 Juin 1989 (méthode pratique)	
Humidité Karl Fischer			Pour les confiseries ISO

			5381 (1983)
Sucres : mono et disaccharide (fructose, glucose, lactose, saccharose, maltose) : - CLHP			- CIQUAL (CLHP/NH2) (JAOAC V 75 n° 3 1992 p.443) - AOAC 98214*
Sucres : mono et disaccharide (fructose, glucose, lactose, saccharose, maltose) : - Chromatographie ionique			J. Agric. Food Chem.* 1990, 38, 1918

\* La préparation de l'échantillon doit être adaptée au type de produit

NATURE DES ANALYSES	REFERENCES		
	METHODES OFFICIELLES	AFNOR	AUTRES
Amidon (enzymatique)	Règlement CEE 4154/87 du 22.12.87		
Fibres	A. du 25.07.86		
Fibres			AOAC 985-29
Teneur en matières grasses	A. du 08.09.77 A. du 16.10.75	V 03-030 Déc. 1991	
Composition en acides gras			ISO 5509 ISO 5508
Triglycérides CLHP			UICPA 2.324
Triglycérides CPG			UICPA 2.323
Composition stérolique		NF ISO 6799 Juil. 1992	
Cholestérol		NF T 60-249 Juin 1989	
Azote total et protides	A. du 08.09.77		
Cendres	A. du 08.09.77		
Sodium, Potassium, Magnésium, Calcium (absorption atomique)	A. du 08.09.77		
Phosphore	A. du 08.09.77		
Zinc, fer, cuivre, (absorption atomique)	Directive CEE 78633 du 15.6.78		
Vitamine B1 (fluorimétrie)	Directive CEE		

	7346 du 5.12.72		
Anhydride sulfureux - Monnier Williams		NF V 03-060 Mai 1975	
Anhydride sulfureux - CLHP/Détection ampérométrique (méthode de KIM)			JAOAC Vol. 72, n° 2, 1989
Anhydride sulfureux - Enzymatique			WI 275001 O2*
Activité de l'eau			Lebensm. Wiss-u Technol. 19,297 (1986)
Stabilité à l'oxydation		NF T 60-219 Juil.1978	
Acide sorbique et benzoïque - CPG			AOAC 983-16

NATURE DES ANALYSES	REFERENCES		
	METHODES OFFICIELLES	AFNOR	AUTRES
Acide sorbique et benzoïque - CLHP			Pour confiserie : Ann. Fals. Exp.Chim. 1989-82 n° 879 p.325
Colorants - CCM			OIV Recueil de méthodes p. 331
Colorants - CLHP			Sciences des aliments vol.3, 1983, p. 127 à 136

### C) MIEL ET GELEE ROYALE

#### 1) Miel

	<b>REFERENCES</b>
--	-------------------



NATURE DES ANALYSES	REFERENCES	
	METH.OFF. A. 15/02/77	AUTRES
Humidité (réfractométrie)	p.1	
Matières insolubles dans l'eau	p.1	
Cendres	p.2	
pH, dosage des acides et des lactones		Manuel suisse des denrées alimentaires, chap. 23 p.13
Conductivité électrique à 20°C	p.3	
Hydroxyméthylfurfural (CLHP)	p.3	JAOC vol. 63 n° 6 (1980) p.1215
Sucres - CPG	p.7	Symposium international de technologie apicole Bologne 1977
Sucres - Chromatographie ionique		Abeille de France 754 (1990) 448
Sucres - Enzymatique		Apidologie 1979 Vol. 10 (4) p. 395-401

#### D) PRODUITS DE CHOCOLAT

NATURE DES ANALYSES	REFERENCES		
	OICCC	METHODE OFFIC. A.16/10/75	AUTRES
Humidité - par dessiccation	3 -1963		
Humidité - Karl fischer	105-1988	II	
Cendres	104	III	
Protéines totales	6 a 1972	V	
Matières grasses totales	8 a 1975 115-1990 (poudres uniquement)	VIII	
Spectrophotométrie UV des beurres de cacao	8 d 1973 8 e 1973		
Détermination de la matière grasse de lait par chromatographie des triglycérides			C.C.YOUNG JAOCS V61 3 (1984) 576
pH	9 - 1972		
Viscosité	10 - 1973		

REFERENCES
------------

NATURE DES ANALYSES	REFERENCES		
	OICCC	METHODE OFFIC. A. 16/10/75	AUTRES
Acides gras - préparation des esters méthyliques d'acides gras	17a - 1973		
Acides gras - Analyse des esters	17b - 1973		ISO 5508
Insaponifiable	102 - 1988		UICPA 2-401 AFNOR T 60-205
Sorbitol	112 - 1989		
Sucres - Glucose, fructose et saccharose (enzymathique)	113 - 1990		
Sucres - Lactose (enzymatique)	114 - 1990		
Sucres - Chromatographie ionique			J. Agric. Food Chem. 1990, 38, 1918

#### PRODUITS SUCRES ET EDULCORES DERIVES DES FRUITS

NATURE DES ANALYSES	REFERENCES		
	METHODE OFFICIELLE A. 17/10/87(1)	AFNOR	AUTRES
Résidu sec réfractométrique (matière sèche soluble)	II	NF V 05-109 Déc. 1970	Règlement CEE 558/93 du 10/03/93

NATURE DES ANALYSES	REFERENCES		
	METHODE OFFICIELLE A. 17/10/87(1)	AFNOR	AUTRES
Résidu sec total (étuve)	III	NF V 05-105 Janv. 1974	
Cendres	V		
Cendres insolubles dans HCl		NF V 05-104	

		Janv. 1974	
Sodium-Potassium (spectrométrie de flamme)	VI-VII		
Sodium-Potassium Calcium-Magnésium (absorption atomatique)		(2) NF V 76-117 Sept. 1986	
Minéralisation par voie humide		NF V 05-112 Déc. 1985	
Minéralisation par incinération		NF V 05-113 Juil. 1972	
Anhydride sulfureux	VIII	NF V 03-060 Mai 1975	
D sorbitol (enzymatique)	X		
Acide sorbique Spectro - UV	XI	NF V 05-115 Sept. 1972	
Acide sorbique - CLHP			A. 05/05/86(3)
Acides sorbique et benzoïque - CPG			AOAC 983.16 (15è édition)
Acides sorbique et benzoïque - CLHP			Ann.Fals. Exp. Chim.1989 n° 879 p.325-333
pH		NF ISO 1842 Sept. 1992	
Acidité titrable		NF V 05-101 Janv.1974	

NATURE DES ANALYSES	REFERENCES		
	METHODE OFFICIELLE A. 17/10/87(1)	AFNOR	AUTRES
Teneur en huiles essentielles		NF V 05-106 Juin 1970	
Ethanol - CPG			FIJU 2-87 (4)
Phosphore (complexe réactif molybdate vanadate)		NF V 76-103 Août 1976	A. du 17/02/87 (5)
Chlorures (potentiométrie)		NF V 05-116 Déc. 1985	

Nitrates et Nitrites (colorimétrie et réduction par le cadmium)		NF V 05-121 Mars 1979	
Sucres - Enzymatiques		In "produits dérivés des fruits et légumes" 1990 p. 313	
Azote Kjeldahl		NF V 03-350 Sept. 1970	
Acides organiques - enzymatique (citrique, isocitrique, malique, tartrique)		NF V 76-104 Oct. 1980	Recueil OIV p. 165
Acides organiques - CLHP			Analisis 1985 (6) 13,5 p. 218
Acides organiques - Chromatographie ionique (tartr., mal., citr.)			Am. Journal of Oenology Vol. 42 n° 1 1991 (2)

- (2) A adapter aux produits sucrés. Pour les produits très sucrés, utiliser une minéralisation par voie sèche.  
(4) A pratiquer après distillation.  
(5) La préparation de l'échantillon doit être adaptée.  
(6) A adapter aux produits sucrés.

NATURE DES ANALYSES	REFERENCES		
	METHODE OFFICIELLE A.7/10/87	AFNOR	AUTRES
Acide ascorbique			A. du 21/05/86
Colorants - CCM			OIV Recueil de méthodes p. 231
Colorants - CLHP			Sciences des aliments Vol. 3 1983 p.127 à 136
Edulcorants - Acésulfam			JAOAC Vol. 76 (1993) n° 2 p. 268
Edulcorants - Aspartame			JAOAC Vol. 76 (1993) n° 2 p. 275

NATURE DES ANALYSES	REFERENCES		
	METHODE OFFICIELLE A. 7/10/87	AFNOR	AUTRES
. Masse nette . Masse nette égouttée . Détermination des proportions des divers constituants des conserves de mélanges de fruits			CTCPA Annexe V de la décision n° 91 du 08/06/1988

*Méthodes spécifiques aux fruits séchés*

NATURE DES ANALYSES	REFERENCES		
	METHODE OFFICIELLE A.17/10/87	AFNOR	AUTRES
Humidité (pruneaux et raisin)			AOAC 972.20 p. 912 15è Edition

NATURE DES ANALYSES	REFERENCES		
	METHODE OFFICIELLE A. 17/10/87	AFNOR	AUTRES
Benzopyrène			Sciences des aliments n° 10 1990 p. 785 à 796

**TABLEAU III**

**BOISSONS SANS ALCOOL**

*Tableau des méthodes examinées*

Nature des	REFERENCES				
	CEN (1)	FIJU	METH.OFF.	AFNOR	AUTRES

<b>analyses</b>			<b>A. 17/02/87</b>		
Masse volumique (2) - Pycnométrie	WI 1	1.68	II		
Masse volumique (2) - Densimétrie électronique					OIV F.V. 546 (avril 1975)
Résidu sec total (étuve)	WI 7	61-91	VI	NF V 05-105 Janv. 1974	
Extrait sec réfractométrique (matière sèche soluble) (2)	WI 2	8-68	III + IV	NF V 05-109 Déc. 1970	Règlement CEE 558/93 du 10/03/93
pH	WI 3	11-68	V	NF ISO 1842 Sept. 1992	
Acide titrable	WI 17	3-68	VIII	NF V 05-101 Janv. 1974	
Acidité volatile		5-62		NF V 05-118 Janv. 1974	
Cendres	WI 8	9-89	VII	NF V 76-101 Août 1976	

Nature des analyses	REFERENCES				
	CEN (1)	FIJU	METH.OFF. A. 17/02/87	AFNOR	AUTRES
Sodium-Potassium (spectrophotométrie de flamme)		33-84	XIX et XX	NF V 76-112 Oct. 1980	
Sodium-Potassium Calcium-Magnésium (absorption atomique)	WI 5	33-84	XXI et XXII	NF V 76-117 Sept. 1986	
Cuivre (absorption atomique avec flamme)				NF V 76-113 Juin 1982	
Fer (absorption atomique avec flamme)				NF V 76-113 Juin 1982	
Zinc (absorption				NF V 76-113	

atomique avec flamme)				Juin 1982	
Plomb (absorption atomique avec flamme)				NF V 76-114 Juin 1982	
Cadmium (absorption atomique avec flamme)				NF V 05-124 Oct. 1982	
Mercure (absorption atomique avec flamme)				NF V 05-123 Oct. 1982	
Arsenic (photométrie)				NF V 05-120 Nov. 1976	
Etain (photométrie)				NF V 05-111 Déc. 1970	
Phosphore total (complexe/réactif molybdate vanadate)	WI 9	35-65	XXIV	NF V 76-103 Août 1976	
Phosphates (complexe phospho-molybdique)		50-83			

Nature des analyses	REFERENCES				
	CEN (1)	FIJU	METH.OFF. A. 17/02/87	AFNOR	AUTRES
Anydride sulfureux total (Monnier-William)			XXVI	NF V 03-060 Mai 1975	
Anydride carbonique		42-76 (jus de fruits)			CORNING : JAOAC 3 (1981) 547
Nitrites et nitrates (colométrie, réduction par du cadmium)		48-76		NF V 05-121 Mars 1979	
Sucres - Enzymatique : . Glucose et fructose	WI 13	55-85	XVII		

Sucres - Enzymatique : . Saccharose	WI 15	56-85	XVII	NF V 76-106 Oct. 1980	
Sucres - CLHP	WI 29				ASPCC/CIQUA L JAOAC 3 (1992) 443
Sucres - Chromatographie ionique					J. Agric. Food Chem. 38 (1990) 1918
Acides organiques - Enzymatique . Citrique		22-85	X	NF V 76-104 Oct. 1980	
Acides organiques - Enzymatique . D Lactique		53-83			
Acides organiques - Enzymatique . L (+) Lactique		53-83	XII		
Acides organiques - Enzymatique . D Malique					Flussiges Obst.9 (1992) 552
Acides organiques - Enzymatique . L Malique		21-85	XI	NF V 76-104 Oct. 1980	
Acides organiques - Enzymatique . D Isocitrique		54-84	XI	NF V 76-104 Oct. 1980	

REFERENCES					
HMF (CLHP)					Ann. Fals. Exp. Chim. 889 (1990) 231
Ethanol - Oxydation		51-83	XVIII	NF V 05-107 Avril 1970	
Ethanol - Enzymatique		52-83		NF V 05-131 Sept. 1986	
Ethanol - CPG		2-87			
Chlorures (titration potentiométrique)	WI 20	37-91	XXIII	NF V 05-116 Déc. 1985	
Huiles essentielles		45		NF V 05-106	



- Distillation		A-72		Juin 1970	
----------------	--	------	--	-----------	--

(3) A adapter au cas des jus de fruits

Nature des analyses	REFERENCES				
	CEN (1)	FIJU	METH.OFF. A. 17/02/87	AFNOR	AUTRES
Indice de formol	WI 4	30-84	XV	NF V 76-102 Août 1976	
Pulpe - par centrifugation	WI 21			NF V 76-118 Sept. 1988	
Pulpe - par sédimentation				NF V 76-119 Sept. 1988	
Azote total	WI 28	28-91		NF V 03-050 Sept. 1970	
Minéralisation - par voie humide				NF V 05-112 Déc. 1985	
Minéralisation - par voie sèche				NF V 05-113 Juil. 1972	
Acide ascorbique (fluorimétrie)				NF V 76-107 Oct. 1980	
Substances pectiques		26-64		NF V 05-128 Nov.1984	
Colorants artificiels - CLHP					Sciences des aliments 3 (1983) 127
Acides sorbique et benzoïque (CLHP)					Ann.Fals. Exp.Chim. 879 (1989) 325
Edulcorants (CLHP) - Acésulfam					JAOAC Vol. 76 (1993) n° 2 p. 268
Edulcorants (CLHP) - Aspartame					JAOAC Vol. 76 (1993) n° 2 p. 275

**ANNEXE E : Liste des méthodes d'analyses prioritaires**  
A mettre en place au sein du laboratoire dès le démarrage des activités.

**1.1. - Méthodes microbiologiques**

<b>NATURE DE L'ESSAI</b>
Directives générales pour le dénombrement des micro-organismes - méthode par comptage des colonies obtenues à 30°C
Directives générales pour la recherche des <i>Salmonella</i>
Méthode de routine pour la recherche des <i>Salmonella</i>
Microbiologie des aliments - Méthode horizontale pour le dénombrement des staphylocoques à coagulase positive ( <i>S. aureus</i> et autres espèces) - Partie 1 : technique utilisant le milieu gélosé de Baird Parker

Méthode de routine pour le dénombrement de staphylocoques à coagulase positive par comptage des colonies à 37°C - Partie 1 : technique avec confirmation des colonies
Méthode de routine pour le dénombrement de staphylocoques à coagulase positive par comptage des colonies à 37°C - Partie 2 : sans confirmation des colonies
Directives générales pour le dénombrement des coliformes- méthode par comptage des colonies obtenues à 30° C
Méthode de routine pour le dénombrement des coliformes thermotolérants par comptage des colonies à 44°C
Directives générales pour le dénombrement des <i>Clostridium perfringens</i> - méthode par comptage des colonies
Méthode de routine pour le dénombrement des <i>Clostridium perfringens</i> par comptage des colonies
Méthode de routine pour le dénombrement des <i>Enterobacteriaceae</i> par comptage des colonies

Directives générales pour le dénombrement de <i>Bacillus cereus</i> - méthode par comptage des colonies à 30°C
Directives générales pour le dénombrement des levures et moisissures par comptage des colonies à 25°C
Directives générales pour la recherche des <i>Enterobacteriaceae</i> avec pré-enrichissement
Directives générales pour la recherche des <i>Listeria monocytogenes</i>
Directives générales pour le dénombrement des <i>Listeria monocytogenes</i>
Directives générales pour la recherche de <i>Campylobacter</i> thermotolérants
Dénombrement en anaérobiose des bactéries sulfito-réductrices par comptage des colonies. Méthode de routine.
Détermination des salmonelles
Détermination des <i>Vibrio cholerae</i>

**1.2. - Méthodes sectorielles**

B - Viande et produits dérivés à base de viande

<b>NATURE DE L'ESSAI</b>
Viandes et produits à base de viande - dénombrement des bactéries lactiques
Viandes et produits à base de viande -dénombrement des <i>Pseudomonas</i>
Viandes et produits à base de viande - examen microbiologique - dénombrement des <i>Brochothrix thermosphacta</i>

Viandes et produits à base de viande - dénombrement des micro-organismes méthode par comptage des colonies à 25°C
Viandes et produits à base de viande - dénombrement des levures et moisissures méthode par comptage des colonies
Viandes et produits à base de viande - dénombrement des <i>Escherichia coli</i> méthode par comptage des colonies obtenues sur membranes à 44°C

C - Produits de la pêche

<b>NATURE DE L'ESSAI</b>
Dénombrement des coliformes fécaux dans les eaux conchylicoles et dans les coquillages marins vivants
Dénombrement de <i>Vibrio parahaemolyticus</i> dans les eaux conchylicoles et dans les coquillages marins vivants

F - Epices et aromates

<b>NATURE DE L'ESSAI</b>
Epices et aromates - dénombrement des levures et moisissures

**II - EXIGENCES SPECIFIQUES POUR LES ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES**

**ANALYSES DE BASE**

<b>NATURE DE L'ANALYSE</b>
Détermination de la perte en masse à la dessiccation (sous pression réduite)
Détermination de la teneur en cendres (incinération et pesée)
Détermination de la teneur en lipides totaux (traitement chlorhydrique, extraction à l'hexane et pesée)
Détermination à la teneur en azote total et en protides (méthode de Kjeldahl)
Détermination de la teneur en glucides assimilables (hors fibres)
Détermination de la teneur en glucides totaux

\* *Le laboratoire doit être accrédité pour les déterminations intermédiaires entrant dans le calcul.*

**LES ELEMENTS MINERAUX**

<b>NATURE DE L'ANALYSE</b>
Détermination de la teneur en sodium (par spectrométrie d'absorption atomique)
Détermination de la teneur en potassium (par spectrométrie d'absorption atomique)
Détermination de la teneur en magnésium (par spectrométrie d'absorption atomique)
Détermination de la teneur en calcium (par spectrométrie d'absorption atomique)
Détermination de la teneur en zinc (par spectrométrie d'absorption atomique)
Détermination de la teneur en fer (par spectrométrie d'absorption atomique)
Détermination de la teneur en cuivre (par spectrométrie d'absorption atomique)
Détermination de la teneur en manganèse (par spectrométrie d'absorption atomique)
Détermination de la teneur en chlore (titrage potentiométrique par le nitrate d'argent)

## 1.5. Substances indésirables

### OLEOPROTEAGINEUX

<b>NATURE DE L'ESSAI</b>
Teneur en eau et matières volatiles
Teneur en impuretés
Teneur en huile. extrait à l'hexane
Acidité de l'huile

### ANALYSE DE CONTAMINANTS CHIMIQUES

<b>NATURE DES ANALYSES</b>
HAP

#### 1 - AFLATOXINES

<b>NATURE DE L'ANALYSE</b>
Aflatoxine B1 dans les aliments pour animaux
Aflatoxine B1 (aliments composés pour animaux)
Aflatoxine B1 dans les matières premières pour l'alimentation des animaux
Aflatoxines en alimentation humaine et animale
Aflatoxines (maïs, arachides bruts et beurre d'arachide)
Aflatoxines (arachide et produits dérivés)
Aflatoxines (fèves de cacao)
Aflatoxines (noix de coco, coprah, tourteaux de coprah)
Aflatoxines (café)
Aflatoxines (noix de pistache)
Aflatoxines M1 (lait et produits laitiers)

Deoxynivalénol (blé)
----------------------

Ochratoxine A (café vert)
---------------------------

Zéaralénol et zéaralénone (maïs)
----------------------------------

### RESIDUS DE PESTICIDES

#### 1 - PRODUITS D'ORIGINE ANIMALE

(Produits laitiers, produits carnés, volailles, gibiers, œufs, poissons)

Dans le cas où dans cette classe d'aliments, la concentration en matière grasse est inférieure à 4 %, il convient d'appliquer les méthodes décrites pour les produits d'origine végétale. Dans le cas des yaourts et des fromages blancs on utilisera la méthode adoptée pour les laits.

Screening multirésidus
------------------------

## 2 - PRODUITS D'ORIGINE VEGETALE

Screening multirésidus (Quechers)

### METAUX LOURDS

As - Arsenic

Toute denrée

Cd - Cadmium

Toute denrée

Hg - Mercure

Toute denrée

Pb - Plomb

Toute denrée

Sn - Etain

Toute denrée

Zn - Zinc

Toute denrée

### AUTRES ANALYSES

#### NATURE DES ANALYSES

Sucres : mono et disaccharide (fructose, glucose, lactose, saccharose, maltose) :-  
CLHP

Amidon (enzymatique)

Fibres

Teneur en matières grasses

Composition en acides gras

Anhydride sulfureux - Monnier Williams

Acide sorbique et benzoïque - CLHP

Hydroxyméthylfurfural (CLHP)

Résidu sec réfractométrique (matière sèche soluble)
---

pH
----

Acidité titrable
------------------

Teneur en huiles essentielles - Distillation
--

Ethanol - CPG
---------------

Phosphore (complexe réactif molybdate vanadate)
---

Chlorures (potentiométrie)
----------------------------

Nitrates et Nitrites (colorimétrie et réduction par le cadmium) Chromatographie ionique
---

Acides organiques - enzymatique (citrique, isocitrique, malique, tartrique)
---

Acide ascorbique
------------------

Edulcorants - Acésulfam
-------------------------

Edulcorants - Aspartame
-------------------------

. Masse nette - Masse nette égouttée . Détermination des proportions des divers constituants des conserves de mélanges de fruits
---

## **BOISSONS**

Masse volumique - Densimétrie électronique
--

Acidité volatile
------------------

Anydride carbonique
---------------------

Nitrites et nitrates (Chromatographie ionique)
--

ANNEXE F : Argumentaire et chronogramme des activités pour la mise en place des projets  
de laboratoire

UNION DES COMORES

STRATEGIE DE RENFORCEMENT DU SYSTEME SANITAIRE ET  
PHYTOSANITAIRE AU COMORES (SPS)

**Projet pour la mise en place d'un laboratoire multidisciplinaire  
en union des Comores**

**Programme des Nations Unies pour le Développement**

Projet du laboratoire  
Central multidisciplinaire



## Définition du besoin

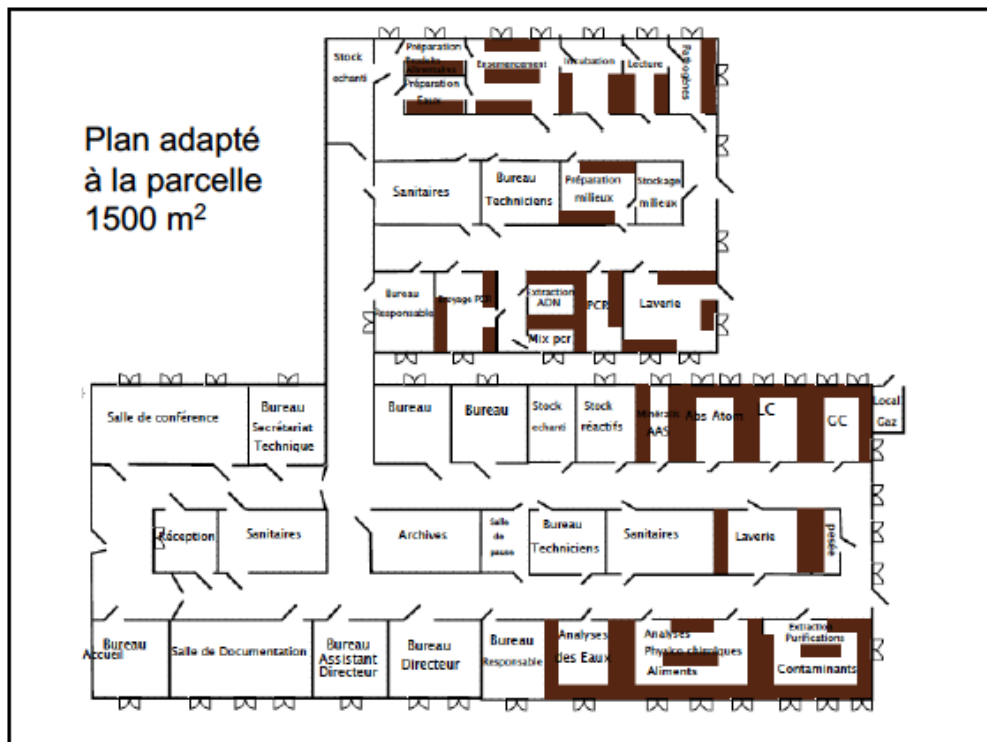
- Les matrices à analyser sont définies dans le projet de la façon suivante :

Produits de pêches et halieutiques,  
Produits végétaux et agricoles  
Autres denrées alimentaires destinées à l'importation, à l'exportation et au marché national.

- Les analyses à réaliser sont les suivantes :

Analyses physico chimiques  
compositionnelles  
contaminants  
Analyses microbiologiques

- Les médicaments pour le contrôle de la teneur en principe actif



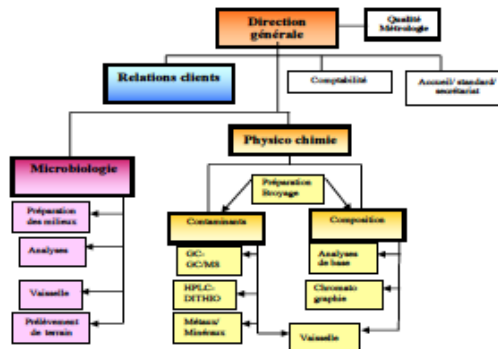
## Localisation du laboratoire

Parcelle sur le site de l'INRAPE.

=> Répond aux critères requis

## Ressources humaines

14 personnes



## Equipement

Une liste de matériel nécessaire à l'application des méthodes mentionnées plus haut a été constituée

L'adéquation entre les locaux et la liste de matériel a été vérifiée.

La liste de matériel permet que dans chaque pièce le personnel dispose de tous le matériel nécessaire à portée de mains, et qu'il y a suffisamment de place pour mettre tout le matériel.

Le coût global estimé pour cette liste de matériel est de 1 550 000,00 €

## Formations accompagnement

Au moins 4 missions d'accompagnement avec d'assistance et formation.

1 – Une première mission de formation à la maîtrise des appareillages.

2 – Une deuxième mission aura pour compléter la formation initiale (formation avancée) et permettre la mise en place de nouvelles méthodes d'analyses.

3 – La troisième mission pour la formation à la validation des méthodes.

4 – La dernière mission pour la formation à la maintenance des équipements.

✓ Si nécessaire, envoi de personnel en formation à l'étranger.

✓ Budget estimé : 200 000,00 euros

### Budget récapitulatif du projet de laboratoire

	en Euros	En KMF
<b>Construction Bâtiment</b>	1 200 000,00	590 400 000,00
<b>Paillasse</b>	80 000,00	39 360 000,00
<b>Suivi</b>	20 000,00	9 840 000,00
<b>Total construction</b>	1 300 000,00	639 600 000,00
<b>Equipement</b>	1 550 000,00	762 600 000,00
<b>Formation</b>	200 000,00	98 400 000,00
<b>Budget Total</b>	3 050 000,00	1 500 600 000,00

## Projet du laboratoire à la Société Des Pêches des Comores

### **Définition du besoin**

Les matrices à analyser sont :

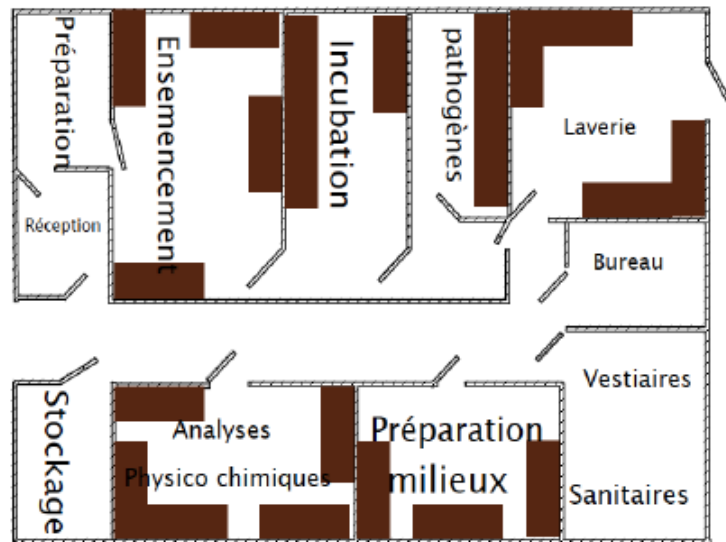
Produits de pêches et halieutiques,

Les analyses à réaliser sont :

Analyses physico chimiques : Histamine et ABVT, Humidité et tests sensoriels

Analyses microbiologiques : Flore totale, coliforme, listeria, Pseudomonas, Salmonelles

## Plan proposé pour la remise en conformité du Laboratoire de la Société Des Pêches des Comores



### **Localisation du laboratoire**

Local déjà existant à la Société des Pêches

### **Ressources humaines**

Sous la responsabilité du responsable qualité

2 techniciens/préparateur pour le département microbiologie

3 techniciens/préparateurs pour le département de physicochimie.

## Equipement

Une liste de matériel nécessaire à l'application des méthodes mentionnées plus haut a été constituée.

Le coût global estimé pour cette liste de matériel est de 160 000,00 €

## Formation

Une mission d'opérationnalisation par une formation à la maîtrise des appareillages.

### Budget récapitulatif d'installation du projet de laboratoire société des pêches.

	en Euros	En KMF
Modification locaux	90 000,00	44 280 000,00
Paillasses	25 000,00	12 300 000,00
Suivi	8 000,00	3 936 000,00
<b>Total construction</b>	<b>123 000,00</b>	<b>60 516 000,00</b>
<b>Equipement</b>	<b>160 000,00</b>	<b>78 720 000,00</b>
<b>Formation</b>	<b>20 000,00</b>	<b>9 840 000,00</b>
<b>Budget Total</b>	<b>303 000,00</b>	<b>149 076 000,00</b>

## Recommandations sur les projets de laboratoire

La recommandation principale est de mettre en œuvre, de manière coordonnée dans l'ordre de citation, les actions suivantes qui sont reprises dans la proposition de chronogramme.

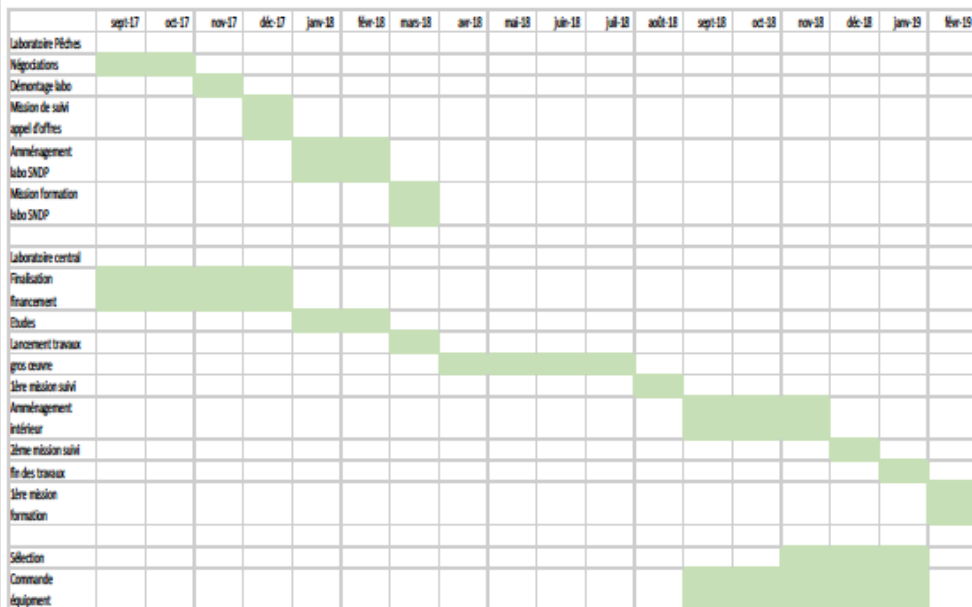
### Pour le laboratoire de la Société des Pêches

1. Négociations entre l'autorité compétente et l'entreprise pour l'affectation des locaux;
2. Effectuer le démontage des cloisons et mobiliers présents dans le local ;
3. Conduire la mission de suivi pour assurer une bonne application des consignes du nouveau plan et préparer les appels d'offres pour les équipements ;
4. Aménager le laboratoire en conformité avec les plans et indications fournies ;
5. Conduire la mission de formation / opérationnalisation du laboratoire.

## Pour le laboratoire central

1. Finalisation du financement en prenant contact avec les Partenaires Techniques et Financiers pour assurer le financement complet des actions
2. Etudes préalables à la construction par le cabinet d'architecte suivies du lancement des travaux pour la réalisation du gros œuvre
3. 1ère mission de suivi qui devra valider le gros œuvre et donner les instructions pour la phase d'aménagement intérieur.
4. Aménagement intérieur en suivant les consignes données lors de la première mission de suivi.
5. 2ème mission de suivi qui devra intervenir avant le fin des travaux intérieurs pour permettre, le cas échéant, de corriger les éventuelles non conformités avant la fin des travaux et la réception du bâtiment.
6. Sélection du personnel pendant la fin des travaux pour qu'il soit disponible pour la réception du matériel.
7. Commande équipement pour qu'il soit livré dès que le bâtiment et le personnel sont disponible.
8. 1ère mission formation pour démarrer le laboratoire et lancer la phase de suivi formation.

## Chronogramme possible des actions pour la mise en place du laboratoire





## Recommandations annexes pour assurer la pérennité du projet de laboratoire

Les recommandations suivantes s'inscrivent des domaines connexes mais qui sont importantes pour assurer la pérennité du laboratoire. Elles concernent en tout premier lieu la disponibilité de ressources humaines, la gestion des déchets, l'intégration dans le contexte des mesures SPS.

### la disponibilité de ressources humaines

Suite à la mise en place du laboratoire, le besoin en ressources humaines sera de deux ordres :

les besoins du laboratoire pour renouveler ou accroître son personnel en terme de démarches qualité ou sur les aspects techniques.

Les besoins des opérateurs de l'agroalimentaire qui devront adapter leurs pratiques de production et mettre en place des analyses d'autocontrôle pour être sur de ne pas être pris en défaut lors des contrôles par l'autorité compétente.

La recommandation sera donc de mettre en place une formation diplômante universitaire pour former des personnes en techniques analytiques appliquées à la sécurité des aliments et en démarche qualité et hygiène.

Une proposition de contenu pour une spécialisation en Master ainsi que le matériel requis en terme de formation pratique sont donnés dans les diapositives suivantes.

Programme possible d'une formation diplômante  
à l'université

**Programme de Master 1**

- Micro-organismes, aliment, santé
- Statistiques et traitement des données
- Anglais
- Notion de démarche qualité pharmaceutique et alimentaire
- Alimentation et sciences des aliments
- Sécurité des aliments, connaissance et maîtrise des dangers
- Stage en entreprise (5-6 mois)

Programme possible d'une formation diplômante  
à l'université

**Programme de Master 2**

- Sciences de l'ingénieur, concepts de management en entreprise, management de la qualité, communication, marketing
- Propriété industrielle, brevets, normes qualités et réglementation
- Référentiels qualité et obligations réglementaires des entreprises de santé et de l'alimentation
- Gestion de projet,
- Anglais
- Génie des procédés en IAA,
- Qualité des aliments et substances bio-actives
- Sécurité des aliments : analyse, traçabilité, évaluation du risque
- Stage (6 mois)

## Programme possible d'une formation diplômante à l'université

### **Matériel requis pour la formation aux techniques analytiques**

1. Spectrophotométrie d'Absorption Atomique pour l'analyse minérale (minéraux ou métaux lourds)
2. Chromatographie Gazeuse couplée à la spectrométrie de masse (trappe ionique de préférence car possibilité de réaliser les analyses de spectrométrie de masse en tandem)
3. Chromatographie liquide haute performance à détection Ultra violet
4. Chromatographie liquide haute performance couplée à la spectrométrie de masse
5. Verrerie soxhlet et Azote kjeldahl
6. Etuve pour la détermination de la matière sèche
7. Four à Moufle pour la détermination des Matières Minérales
  
8. Analyses microbiologiques

## Programme possible d'une formation diplômante à l'université

### **Matériel requis pour la formation aux techniques analytiques**

L'objectif est que les étudiants voient et comprennent les méthodes d'analyses et les équipements.

Une visite dans le laboratoire central pourra leur montrer les équipements qui sont utilisés.

## la gestion des déchets

L'activité du laboratoire va générer des déchets divers :

Déchets d'analyses microbiologiques qui seront décontaminés mais devront être détruit

Déchets des analyses chimiques qui seront des produits chimiques à recycler ou incinérer

Equipement hors d'usage

Au vu des installations requises pour gérer ces déchets et étant donné que d'autres structures sont confrontées à ce problème (hôpital, laboratoires d'analyses médicales, ...), il sera nécessaire de mettre en place une politique générale (nationale) de gestion des déchets pour équiper le pays d'installations aux normes pour ne pas générer d'autres composés plus toxiques lors d'incinérations non contrôlées.

## La maintenance des équipements

La question de la maintenance des équipements a été abordée durant la présentation du projet. Une formation spécifique à la maintenance préventive est prévue pour les techniciens.

Cependant, les techniciens ne peuvent prendre en charge la maintenance curative.

Ce problème ne sera pas spécifique du laboratoire central mais concerne au moins les laboratoires de l'INRAPE voir d'autres laboratoires dans le pays.

La recommandations sont donc de recruter une personne ayant des compétences en informatique et en électrotechnique. Cette personne serait formée aux interventions sur les appareils (changement de carte électronique, petite intervention mécanique, ...) et serait en contact avec les service après vente des fournisseurs

### **l'intégration dans le contexte des mesures SPS.**

Les services d'inspections : la mission du laboratoire est de réaliser des analyses sur les échantillons reçus et de rendre un résultat fiable. Une grande partie des échantillons reçus proviendra des prélèvements reçus en provenance des inspecteurs. De plus si il existe des contrôles, les entreprises feront appel au laboratoire pour les analyses dont elles ont besoin pour les certificats. Un service d'inspection efficace est donc indispensable. Il sera en charge du prélèvement et du rapatriement des échantillons (besoin de matériels).

### **l'intégration dans le contexte des mesures SPS.**

Concernant les activités de l'entreprise pour l'exportation, elles ne pourront être certifiées que si l'autorité compétente est structurée et fonctionne. Il est donc illusoire de penser que l'entreprise commencera à travailler pour exporter. Elle devra travailler localement d'abord pour être inspectée puis lorsque l'ensemble fonctionnera et qu'il y aura un historique d'inspection, l'OAV (ou tout autre organisme d'inspection des autorités compétentes) pourra évaluer un système opérationnel crédible et donner l'autorisation d'exporter.

### L'intégration dans le contexte des mesures SPS.

Il est aussi important de rappeler que, pour être autorisé à exporter, il est nécessaire de mettre en place un plan de surveillance des contaminants du milieu aquatique pour les produits de pêches. Les analyses sur les prélèvements réalisés par les services d'inspection compétents seront analysés par le laboratoire.

Le statut du laboratoire doit lui assurer l'indépendance vis à vis des services d'inspections et des agences de sécurité sanitaire des aliments et de l'agence du médicament pour lesquelles il sera un prestataire.

### Recommandations à l'attention des Partenaires Techniques et Financiers

Il sera important de considérer l'ensemble des activités comme un seul projet avec différents bailleurs qui doivent donc travailler dans la continuité.

Cet aspect sera particulièrement important dans les activités de suivi des travaux et de formation. Il serait intéressant que l'expert recruté puisse travailler dans la continuité pour éviter les pertes de temps à rechercher des informations dont certaines pourraient être perdues.