

REPUBLIQUE ISLAMIQUE DE MAURITANIE

Honneur –Fraternité- Justice

Ministère des Pêches et de l'Economie Maritime

Ministère du Commerce, de l'Industrie et du Tourisme

Ministère de la Santé

Ministère de l'Environnement et du Développement Durable

VISA : DGLTEJO

Arrête conjoint n° 014 /MPEM/MCIT/MS/MDEDD portant modification de certaines dispositions de l'arrête conjoint n° 2905 MPEM/MCAT/MSAS/SEPME du 21 novembre 2006 relatif aux critères microbiologiques, chimiques et biotoxines marines applicables aux mollusques bivalves vivants et aux produits de la pêche et de l'aquaculture et les méthodes d'analyse à utiliser, modifié

Le Ministre des Pêches et de l'Economie Maritime, la Ministre du Commerce, de l'Industrie et du Tourisme, le Ministre de la Santé et le Ministre de l'Environnement et du Développement Durable.

- Vu la loi n°2015-017 du 29 juillet 2015 portant Code des Pêches;
- Vu le décret n°2015-159 du 1^{er} octobre 2015 portant règlement général d'application de la loi n°2015-017 du 29 juillet 2015 portant Code des Pêches ;
- Vu le décret n° 94-030 du 8 mars 1994 relatif aux normes d'hygiène et de salubrité et aux conditions d'inspection sanitaire et de contrôle régissant la production et la mise sur le marché des produits de la pêche ;
- Vu le décret n° 81-062 du 2 avril 1981 portant réglementation de l'inspection sanitaire et du contrôle de salubrité des produits de la pêche destinés à l'alimentation humaine ;
- Vu le décret n° 157-2007 du 6 septembre 2007 relatif au conseil des ministres et aux attributions du Premier ministre et des ministres ;
- Vu le décret n° 296 – 2018 du 30 octobre 2018 portant nomination des membres du Gouvernement ;
- Vu le décret n° 211-2017 du 29 mai 2017 fixant les attributions du Ministre des Pêches et de l'Économie Maritime et l'organisation de l'administration centrale de son Département ;
- Vu le décret n° 198-2014 du 14 octobre 2014 fixant les attributions du Ministre du Commerce, de l'Industrie et du Tourisme et l'organisation de l'administration centrale de son Département ;
- Vu le décret n° 88-2015 du 12 mars 2015 fixant les attributions du Ministre de la Santé et l'organisation de l'administration centrale de son Département ;
- Vu le décret n° 057-2014/PM du 11 mars 2014 fixant les attributions du Ministre l'Environnement et du Développement Durable et l'organisation de l'administration centrale de son Département ;
- Vu le décret n° 2007-066 du 13 mars 2007 portant création d'un Office National d'Inspection Sanitaire des Produits de la Pêche et de l'Aquaculture et fixant ses

- règles d'organisation et de fonctionnement, modifié par le décret n° 2008-117 du 8 mai 2008 ;
- Vu l'arrêté conjoint n°2905 MPEM/MCAT/MSAS/SEPME du 21 novembre 2006 relatif aux critères microbiologiques, chimiques et biotoxines marines applicables aux mollusques bivalves vivants et aux produits de la pêche et de l'aquaculture et les méthodes d'analyse à utiliser, modifié par l'arrêté n°2504-2010 du 4 novembre 2010.

ARRÊTENT

Article Premier : Les dispositions des Annexes II et III prévues à l'article 3 de l'arrêté conjoint n° 2905-2010/MPEM/MCAT/MSAS/SEPME du 21 novembre 2006 relatif aux critères microbiologiques, chimiques et biotoxines marines applicables aux mollusques bivalves vivants et aux produits de la pêche et de l'aquaculture et les méthodes d'analyse à utiliser, telles que modifiées aux termes de l'arrêté n°2504-2010 du 4 novembre 2010, sont abrogées et remplacées par les dispositions des Annexes II et III au présent arrêté.

Article 2 : Sont abrogées toutes dispositions antérieures contraires au présent arrêté.

Article 3 : Les Secrétaires Généraux des Ministères des Pêches et de l'Economie Maritime, du Commerce, de l'Industrie et du Tourisme, de la Santé et de l'Environnement et du Développement Durable sont chargés, chacun en ce qui le concerne, de l'exécution du présent arrêté qui sera publié au Journal Officiel de la République Islamique de Mauritanie.

Nouakchott, le 15 JAN 2019

**Le Ministre des Pêches et
de l'Economie Maritime**
Yahya Oud ABDEDAYEM

Le Ministre de la Santé
Pr. KANE BOUBAKAR

**La Ministre du Commerce, de
l'Industrie et du Tourisme**

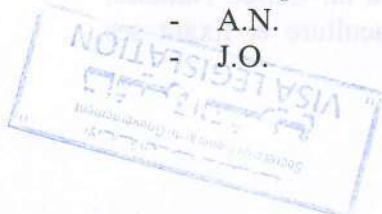
**Le Ministre de l'Environnement et du
Développement Durable**

KHADIJETOU MBARECK FALL

AMEDI CAMARA

Ampliations

- MSG/PR 03
- SGG 03
- MPEM 10
- MCIT 02
- MS 02
- MEDD 02
- Ts Dpts 30
- A.N. 03
- J.O. 03



ANNEXE II (nouvelle)

(Arrêté conjoint n° 2905 MPEM/MCAT/MSAS/SEPME du 21 novembre 2006, modifié par l'arrêté n°2504 du 14 novembre 2010)

CRITERES CHIMIQUES POUR LE CONTROLE DE CERTAINS CONTAMINANTS DANS LES MOLLUSQUES BIVALVES VIVANTS ET LES PRODUITS DE LA PECHE

CRITERES CHIMIQUES POUR LE CONTROLE DE CERTAINS CONTAMINANTS DANS LES MOLLUSQUES BIVALVES ET LES PRODUITS DE LA PECHE

CHAPITRE I - TENEURS MAXIMALES EN METAUX LOURDS

Le respect des teneurs maximales est établi en se fondant sur les teneurs déterminées dans les échantillons de laboratoire en analysant le corps entier des mollusques bivalves vivants et des poissons s'ils sont normalement consommés en entier.

Dans le cas des produits de la pêche qui sont séchés, dilués, transformés ou composés de plus d'un ingrédient, la teneur maximale applicable pour les métaux lourds est celle fixée dans le présent arrêté compte tenu, le cas échéant, des proportions relatives des ingrédients dans le produit, dans la mesure où aucune teneur maximale spécifique n'est fixée pour ces types de produits.

1. PLOMB (Pb)

Catégorie de denrées alimentaires	Teneurs maximales (mg/kg de poids à l'état frais)
1.1. Chair musculaire de poisson (1) (2)	0.3
1.2. Crustacés, à l'exception de la chair brune de crabe et à l'exception de la tête et de la chair du thorax du homard et des crustacés de grande taille semblables (<i>Nephropidae</i> et <i>Palinuridae</i>) (3)	0.5
1.3. Mollusques bivalves (3)	1.5
1.4. Céphalopodes (sans viscères) (3)	1.0

2. CADMIUM (Cd)

Catégorie de denrées alimentaires	Teneurs maximales (mg/kg de poids à l'état frais)
2.1. Chair musculaire de poisson, telle que définie dans les catégories a), b) et c) de la liste A, à l'exclusion des espèces de poissons répertoriées au point 2.1.1. et 2.1.2	0,05

2.1.1. Chair musculaire de : Bonite (<i>Sardasarda</i>), sar à tête noire (<i>Diplodus vulgaris</i>), anchois (<i>Engraulis encrasicolis</i>), mullet lippu (<i>Mugillabrosus labrosus</i>), chinchard (<i>Trachurus species</i>), sardine (<i>Sardina pilchardus</i>), thon (<i>Thunnus</i> et <i>Euthynnus species</i>), céteau (<i>Dicologlossacuneata</i>)	0,1
2.1.2. Chair musculaire de d'espadon (<i>Xiphias gladius</i>)	0,3
2.2. Crustacés, à l'exception de la chair brune de crabe et à l'exception de la tête et de la chair des crustacés de grande taille (ex. <i>Palinuridae</i>)	0,5
2.3. Mollusques bivalves	1,0
2.4. Céphalopodes (sans viscères)	1,0

3. MERCURE

3.1. Mollusques bivalves, produits de la pêche et chair musculaire de poisson, sauf ceux visés au point 3.1.1	0,5
3.1.1. Chair musculaire de : Baudroies ou lottes (<i>Lophius species</i>), bonite (<i>Sardasarda</i>), marlin (<i>Makaira species</i>), mullet (<i>Mugil species</i>) palomète (), pailona commun (<i>Centroscyttus coelolepis</i>), raies (<i>Raja species</i>), voilier de l'Atlantique (<i>Istiophorus platypterus</i>), sabre argent (<i>Lepidopus caudatus</i>), sabre noir (<i>Aphanopus carbo</i>), dorade, pageot (<i>Pagellus species</i>), requins (toutes espèces), escolier noir ou stromaté (<i>Lepidocybium flavobrunneum</i>), rouvet (<i>Ruvettus pretiosus</i>), espadon (<i>Xiphias gladius</i>), thon (<i>Thunnus species</i> , <i>Euthynnus species</i> , <i>Katsuwonus pelamis</i>)	1,0



CHAPITRE I BIS - TENEURS MAXIMALES EN DIOXINES ET HPA

1. Dioxines et PCB (4)

Denrées alimentaires	Teneurs maximales	
	Somme des dioxines (OMS-PCDD/F-TEQ) (5)	Somme des dioxines et PCB de type dioxine (OMS-PCDD/F-PCBTEQ) (5)
1-Chair musculaire de poisson et produits de la pêche et produits dérivés, à l'exclusion des anguilles (2) (6). La teneur maximale s'applique aux crustacés, à l'exception de la chair brune de crabe et à l'exception de la tête et de la chair du thorax du homard et des crustacés de grande taille semblables (Nephropidaeet Palinuridae).	4,0 pg/g de poids à l'état frais	8,0 pg/g de poids à l'état frais
2-Chair musculaire d'anguille (<i>Anguilla anguilla</i>) et produits dérivés	4,0 pg/g de poids à l'état frais	12,0 pg/g de poids à l'état frais
3- Huiles marines (huile de corps de poisson, huile de foie de poisson et huiles d'autres organismes marins destinés à être consommés par l'homme)	2,0 pg/g de graisses	10,0 pg/g de graisses

2- HPA HYDROCARBURES AROMATIQUES POLYCYCLIQUES

Denrées alimentaires	Teneurs maximales (µg/kg)	
	Benzo (a)pyrène	Somme de benzo (a) pyrène, benz (a) anthracène, benzo (b) fluoranthène et chrysène (6)
Huile de poissons	2	10
Chair musculaire de poissons fumés et produits de la pêche fumés (1), (2), (3) à l'exclusion des produits énumérés aux points 2.1.1 et 2.1.2	2	12
(2.1.1) Sprat et sprat en (<i>sprattussprattus</i>) fumés (1) (4); mollusques bivalves (frais, réfrigérés ou congelés) (2);	5	30
2.1.2 Mollusques bivalves (5) (fumés) :	6	35

(1) Lorsque le poisson doit être consommé entier, la teneur maximale s'applique au poisson entier.

(2) Denrées alimentaires relevant, selon l'espèce visée, des catégories suivantes :

Crustacés, même décortiqués, vivants, frais, réfrigérés, congelés, séchés, salés ou en saumure; crustacés non décortiqués, cuits à l'eau ou à la vapeur, même réfrigérés, congelés, séchés, salés ou en saumure; farines, poudres et agglomérés sous forme de pellets de crustacés, propres à la consommation humaine

- Graisses et huiles et leurs fractions, de poissons, même raffinées, mais non chimiquement modifiées:
- Huiles de foies de poissons et leurs fractions
- Graisses et huiles de poissons et leurs fractions, autres que les huiles de foies

(3) Poissons séchés, salés ou en saumure; poissons fumés, même cuits avant ou pendant le fumage; farines, poudres et agglomérés sous forme de pellets de poisson, propres à l'alimentation humaine

(4) Pour le produit en conserve, l'analyse porte sur l'ensemble du contenu de la boîte.

(5) Mollusques, même séparés de leur coquille, vivants, frais, réfrigérés, congelés, séchés, salés ou en saumure; invertébrés aquatiques autres que les crustacés et mollusques, vivants, frais, réfrigérés, congelés, séchés, salés ou en saumure; farines, poudres et agglomérés sous forme de pellets d'invertébrés aquatiques autres que les crustacés, propres à la consommation humaine.

CHAPITRE II - METHODES DE PRELEVEMENT D'ECHANTILLONS POUR LE CONTROLE OFFICIEL DES TENEURS EN METAUX LOURDS

1. OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Les échantillons destinés au contrôle officiel des teneurs en plomb, cadmium, mercure dans les mollusques bivalves vivants et les produits de la pêche sont à prélever conformément aux méthodes décrites ci-dessous. Les échantillons ainsi obtenus sont considérés comme représentatifs des lots sur lesquels ils sont prélevés.

2. DISPOSITIONS GENERALES

2.1. Personnel

Le prélèvement doit être effectué par une personne qualifiée, mandatée à cet effet.

2.2. Produit à échantillonner

Tout lot à analyser fait l'objet d'un échantillonnage séparé.

2.3. Précautions à prendre

Au cours de l'échantillonnage et de la préparation des échantillons de laboratoire, des précautions doivent être prises afin d'éviter toute altération pouvant modifier la teneur en plomb, cadmium, mercure ou affecter les analyses ou la représentativité des échantillons globaux.

2.4. Echantillons élémentaires



Dans la mesure du possible, les échantillons élémentaires sont prélevés en divers points du lot ou sous-lot.

2.5. Echantillon global

L'échantillon global est obtenu en assemblant tous les échantillons élémentaires. Il doit peser au moins 1 kg, à moins que ce ne soit pas possible.

2.6. Subdivision de l'échantillon global en échantillon de laboratoire à des fins de contrôle, de recours et d'arbitrage

Les échantillons de laboratoire destinés à des fins de contrôle, de recours et d'arbitrage sont prélevés sur l'échantillon global homogénéisé et la taille des échantillons doit être suffisante pour permettre au moins une double analyse.

2.7. Conditionnement et envoi des échantillons globaux et de laboratoire

Chaque échantillon global ou de laboratoire est placé dans un récipient propre, en matériau inerte, le protégeant convenablement contre tout facteur de contamination, toute perte de substance à analyser par adsorption sur la paroi interne du récipient et tout dommage pouvant résulter du transport. Toutes les précautions nécessaires doivent être prises pour éviter que la composition des échantillons ne se modifie au cours du transport ou du stockage.

2.8. Fermeture et étiquetage des échantillons de laboratoire

Chaque échantillon officiel est scellé sur le lieu de prélèvement et identifié sans ambiguïté par une étiquette indiquant la date et le lieu d'échantillonnage ainsi que toute information supplémentaire pouvant être utile à l'analyste.

3. ECHANTILLONNAGE

Idéalement, le prélèvement est effectué sur les points de prélèvement fixés dans les zones de production de coquillages ou au moment où le produit à analyser entre dans la chaîne alimentaire et où un lot distinct devient identifiable. La méthode de prélèvement appliquée doit assurer que l'échantillon global est représentatif du lot à contrôler.

3.1. Nombre d'échantillons élémentaires

Dans le cas de produits liquides, à base de produits de la mer, pour lesquels on peut supposer une distribution homogène du contaminant en question à l'intérieur d'un lot donné, il est suffisant de prélever un échantillon élémentaire par lot (indiquer le numéro du lot), qui constitue l'échantillon global.

Pour les autres produits, le nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever du lot est indiqué dans le tableau 1. Les échantillons élémentaires doivent avoir un poids semblable. Toute dérogation à cette règle est à signaler sur l'étiquette prévue au point 3.8. Si le lot se présente en emballages distincts, le nombre d'emballages (échantillons élémentaires) à prélever pour former l'échantillon global est indiqué dans le tableau 2.

Tableau 1: Nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever sur le lot

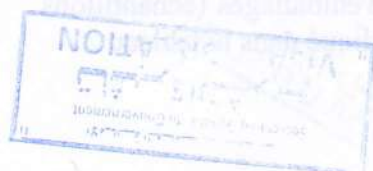
Poids du lot (en kg)	Nombre minimal d'échantillons élémentaires à prélever
<50	3
50 à 500	5
> 500	10

Tableau 2 : Nombre d'emballages à prélever pour former l'échantillon global

Nombre d'emballages ou d'unités compris dans le lot	Nombre minimal d'emballages ou d'unités à prélever
1 à 25	1 emballage ou unité
26 à 100	5 % environ, au moins 2 emballages ou unités
> 100	5 % environ, un maximum de 10 emballages ou unités

4. CONFORMITE DU LOT OU SOUS-LOT AUX SPECIFICATIONS

A des fins de contrôle, le laboratoire procède au moins à deux analyses indépendantes de l'échantillon de laboratoire et calcule la moyenne des résultats. Si cette moyenne correspond à la teneur maximale fixée dans le présent arrêté le lot est accepté. Il est rejeté si cette moyenne dépasse la teneur maximale fixée dans le présent arrêté.



CHAPITRE III - PREPARATION DES ECHANTILLONS ET METHODES D'ANALYSE UTILISEES POUR LE CONTROLE OFFICIEL DES TENEURS EN METAUX LOURDS

1. PROCEDURES SPECIFIQUES DE PREPARATION DES ECHANTILLONS POUR LE PLOMB, LE CADMIUM ET LE MERCURE

Il s'agit d'obtenir un échantillon de laboratoire représentatif et homogène sans y introduire de contamination secondaire.

Les procédures, que décrit la norme EN 13804, «Produits alimentaires — Dosage des éléments trace — Critères de performance, généralités et préparation des échantillons» peuvent être utilisées ou tout autre procédure équivalente.

Pour toute procédure utilisée, le corps entier des mollusques bivalves, crustacés et petits poissons doit faire partie des matières à analyser s'ils sont normalement consommés en entier.

2. METHODE D'ANALYSE A UTILISER PAR LE LABORATOIRE ET EXIGENCES DE CONTROLE

2.1. Exigences spécifiques pour les analyses du plomb, du cadmium et du mercure

Il n'est pas prescrit de méthodes spécifiques de détermination de la teneur en plomb, en cadmium et en mercure. Les laboratoires doivent utiliser des méthodes de détermination de la teneur en plomb, en cadmium et en mercure, validées ou reconnues sur le plan international, répondant aux exigences de la norme NF EN 13804 (Produits alimentaires - Dosage des éléments traces - Critères de performance, généralités et préparation des échantillons) ou d'une norme internationale équivalente.

Tableau 3: Critères de performance des méthodes d'analyse relatives au plomb, au cadmium et au mercure

Paramètre	Valeur / commentaire
Limite de détection	Pas plus du dixième de la valeur maximale (*)
Limite de quantification	Pas plus du cinquième de la valeur maximale (*)
Précision	Valeurs HORRATr ou HORRATR inférieures à 1,5 lors de l'essai collectif de validation
Récupération	80 % - 120 % (comme indiqué dans l'essai collectif)
Spécificité	Pas d'interférences dues à la matrice ou spectrales

(*) Valeur maximale indiquée dans le présent arrêté pour le plomb, le cadmium et le mercure

Dans la mesure du possible, la validation des méthodes utilisées inclura, dans les matériaux de test des essais collectifs, un matériau de référence certifié. Ces méthodes doivent également répondre aux critères de performance qui figurent dans le tableau 3.

2.2. Estimation de l'exactitude de l'analyse et calcul du taux de récupération

Dans la mesure du possible, l'exactitude de l'analyse est estimée en incluant, dans la série d'analyses, des matériaux de référence certifiés et adaptés. Il est dûment tenu compte des directives élaborées sous l'égide de l'IUPAC/ISO/AOAC (Harmonised Guidelines for the Use of Recovery Information in Analytical Measurement. *Edited* Michael Thompson, Steven L R Ellison, Ales Fajgelj, Paul Willetts and Roger Wood, Pure Appl. Chem., 1999, no 71, 337-348).

Le résultat de l'analyse est enregistré sous forme corrigée ou non. La façon d'enregistrer et le taux de récupération doivent être consignés.

2.3. Expression des résultats

A des fins de contrôle officiel des teneurs en métaux lourds, le laboratoire procède au moins à deux analyses indépendantes de l'échantillon de laboratoire et calcule la moyenne des résultats. Si cette moyenne correspond à la teneur maximale fixée dans le présent arrêté le lot est accepté. Il est rejeté si cette moyenne dépasse la teneur maximale fixée dans le présent arrêté.

Les résultats doivent être exprimés dans les mêmes unités que les teneurs maximales figurant dans le présent arrêté.

Paramètre	Valeur commentée
Limite de détection	Plus que le dixième de la valeur maximale (*)
Limite de quantification	Plus que le cinquième de la valeur maximale (*)
Précision	Valeur HORRAT ou HORRAT inférieure à 1,2 lots de l'essai collectif de validation
Récupération	80 % - 120 % (comme indiqué dans l'essai collectif)
Spécificité	Plus d'interférences dues à la matrice ou aux réactifs



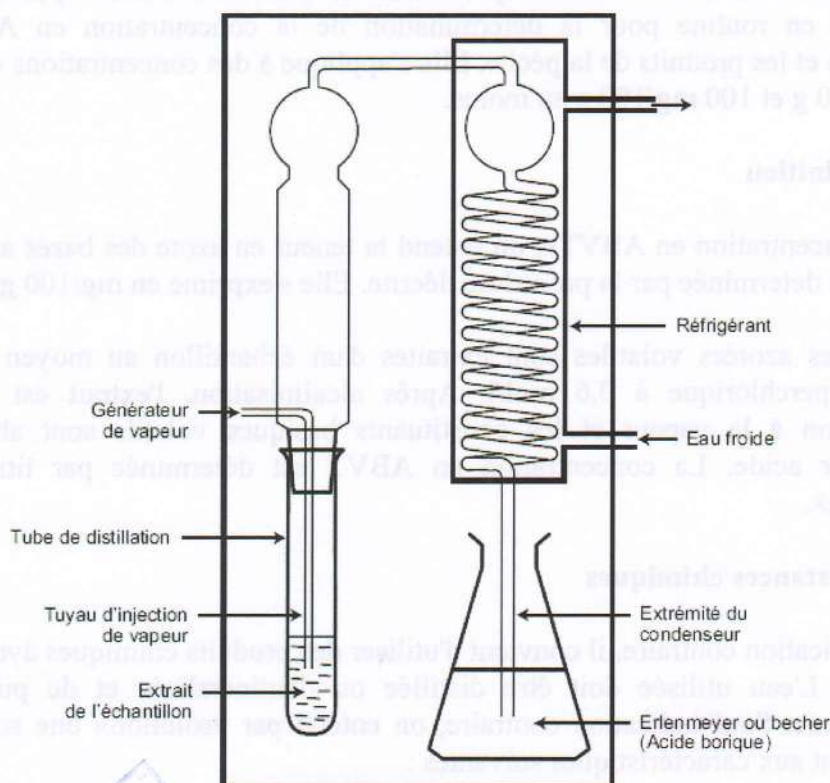
CHAPITRE IV - TENEUR MAXIMALE EN AZOTE BASIQUE VOLATIL TOTAL (ABVT) ET METHODES D'ANALYSE A UTILISER

Les produits de la pêche non transformés appartenant aux catégories d'espèces mentionnées par la réglementation en vigueur sont considérés comme impropres à la consommation humaine lorsque l'évaluation organoleptique suscite un doute sur leur fraîcheur et que le contrôle chimique montre que les limites suivantes en ABVT sont dépassées :

- i) 25 mg d'azote/100 g de chair pour les espèces telles que Sébastes spp., Helicolenusdactylopterus, Sébastichthys capensis ;
- ii) 30 mg d'azote/100 g de chair pour les espèces appartenant à la famille des Pleuronectidae ;
- iii) 35 mg d'azote/100 g de chair pour les espèces appartenant à la famille des Merlucciidae et des Gadidae.

Le dispositif de distillation à la vapeur de l'ABVT utilisé doit être conforme au schéma suivant :

DISPOSITIF DE DISTILLATION À LA VAPEUR DE L'ABVT



CHAPITRE V - METHODES D'ANALYSE POUR LA DETERMINATION DE LA CONCENTRATION EN AZOTE BASIQUE VOLATIL TOTAL (ABVT)

1. METHODES DE ROUTINE

a). Les méthodes de routine utilisables pour le contrôle de la valeur limite en ABVT sont :

- la microdiffusion, décrite par Conway et Byrne (1933),
- la distillation directe, décrite par Antonacopoulos (1968),
- la distillation d'un extrait déprotéinisé par l'acide trichloracétique (comité du Codex Alimentarius pour les poissons et les produits de la pêche, 1968).

En cas de doute ou de litige concernant les résultats de l'analyse effectuée par l'une des méthodes de routine, seule la méthode de référence peut être utilisée pour vérifier ces résultats.

b). L'échantillon doit consister en 100 grammes de chair environ, prélevés en trois endroits différents au moins et mélangés par broyage.

2. METHODE DE REFERENCE

2.1. Objet et champ d'application

La présente méthode décrit la procédure de référence utilisée par les laboratoires officiels en routine pour la détermination de la concentration en ABVT dans les poissons et les produits de la pêche. Elle s'applique à des concentrations comprises entre 5 mg/100 g et 100 mg/100 g au moins.

2.2. Définition

Par «concentration en ABVT», on entend la teneur en azote des bases azotées volatiles telle que déterminée par la procédure décrite. Elle s'exprime en mg/100 g.

Les bases azotées volatiles sont extraites d'un échantillon au moyen d'une solution d'acide perchlorique à 0,6 mol/l. Après alcalinisation, l'extrait est soumis à une distillation à la vapeur et les constituants basiques volatils sont absorbés par un récepteur acide. La concentration en ABVT est déterminée par titrage des bases absorbées.

2.3. Substances chimiques

Sauf indication contraire, il convient d'utiliser des produits chimiques ayant la qualité de réactifs. L'eau utilisée doit être distillée ou déminéralisée et de pureté au moins équivalente. Sauf indication contraire, on entend par «solution» une solution aqueuse répondant aux caractéristiques suivantes :

- a) solution d'acide perchlorique = 6 g/100 ml.
- b) solution d'hydroxyde de potassium = 20 g/100 ml.

c) solution standard d'acide chlorhydrique à 0,05 mol/l (0,05 N).

Note: avec un appareil de distillation automatique, le titrage doit se faire avec une solution standard d'acide chlorhydrique à 0,01 mol/l (0,01 N).

d) solution d'acide borique = 3 g/100 ml.

e) agent antimoissant à base de silicone.

f) solution de phénolphtaléine = 1 g/100 ml d'éthanol à 95 %.

g) indicateur (Tashiro Mixed Indicator): dissoudre 2 g de rouge de méthyle et 1 g de bleu de méthylène dans 1 000 ml d'éthanol à 95 %.

2.4. Instruments et accessoires

a) Hachoir donnant un hachis de poisson suffisamment homogène.

b) Mélangeur à grande vitesse, dont la vitesse de rotation est comprise entre 8 000 et 45 000 tours/minute.

c) Filtre plissé de 150 mm de diamètre à filtrage rapide.

d) Burette de 5 ml graduée en centième de millilitre.

e) Dispositif de distillation à la vapeur. Ce dispositif doit être muni d'un système permettant de réguler le débit de vapeur et de produire un volume de vapeur constant sur une période donnée. Il doit être conçu de telle sorte que pendant l'adjonction de substances alcalinisantes, les bases libres résultantes ne puissent s'échapper.

2.5. Exécution

Avertissement : lors de la manipulation d'acide perchlorique, qui est très corrosif, il convient de prendre les précautions et mesures préventives qui s'imposent. Les échantillons doivent, dans la mesure du possible, être préparés dans les plus brefs délais après leur arrivée, conformément aux instructions suivantes :

a) Préparation de l'échantillon

Broyer soigneusement l'échantillon à analyser dans un hachoir conforme aux spécifications du point 2.4 a). Prélever 10 g + 0,1 g de l'échantillon broyé et placer le prélèvement dans un récipient adapté. Ce prélèvement est mélangé avec 90,0 ml d'une solution d'acide perchlorique conforme aux spécifications du point 2.3 a), homogénéisé pendant deux minutes au moyen d'un mélangeur conforme aux spécifications du point 2.4 b), puis filtrer.

L'extrait ainsi obtenu peut être conservé pendant au moins sept jours à une température comprise entre + 2 et + 6 °C environ.

b) Distillation à la vapeur d'eau



Mettre 50,0 ml de l'extrait obtenu conformément au point a) dans un appareil de distillation à la vapeur (point 2.4 e). Pour une vérification ultérieure de l'alcalinisation de l'extrait, ajouter plusieurs gouttes de phénolphtaléine (point 2.3 f). Après adjonction de quelques gouttes d'agent antimoissant à base de silicone, ajouter à l'extrait 6,5 ml de solution de soude caustique (point 2.3 b) et commencer immédiatement la distillation à la vapeur.

Régler le dispositif de distillation de façon à obtenir environ 100 ml de distillat en 10 minutes. Immerger le tube d'écoulement du distillat dans un réceptacle contenant 100 ml d'une solution d'acide borique (point 2.3 d), à laquelle ont été ajoutées 3 à 5 gouttes d'indicateur [point 2.3 g)]. Arrêter la distillation après exactement 10 minutes. Enlever le tube d'écoulement du réceptacle et le rincer à l'eau. Les bases volatiles contenues dans la solution du réceptacle sont déterminées par titrage avec une solution standard d'acide chlorhydrique (point 2.3 c). Le pH du point limite devrait être de $5,0 \pm 0,1$.

c) Titrage

Les analyses doivent être effectuées en double. La méthode appliquée est correcte si la différence entre les deux analyses ne dépasse pas 2 mg/100 g.

d) Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc conformément au point b). A la place de l'extrait, utiliser 50,0 ml de solution d'acide perchlorique (point 2.3 a).

2.6. Calcul de la concentration en ABVT

Calculer la concentration en ABVT par titrage de la solution du réceptacle avec de l'acide chlorhydrique [point 3, c)] en appliquant l'équation suivante :

$$\text{ABVT (en mg/100 g)} = \frac{(V_1 - V_0) \times 0,14 \times 2 \times 100}{M}$$

- V_1 = volume d'acide chlorhydrique à 0,01 mol/l en ml pour l'échantillon
- V_0 = volume d'acide chlorhydrique à 0,01 mol/l en ml pour le témoin
- M = masse de l'échantillon en g.

Remarques :

- i) Les analyses doivent être effectuées en double. La méthode appliquée est correcte si la différence entre les deux analyses ne dépasse pas 2 mg/100 g.
- ii) Vérifier l'équipement en distillant des solutions de NH_4Cl équivalent à 50 mg d'ABVT/100 g.
- iii) Ecart type de reproductibilité $S_r = 1,20 \text{ mg/100 g}$.
Ecart type de comparabilité $S_R = 2,50 \text{ mg/100 g}$.



ANNEXE III (nouvelle)

CRITERES BIOTOXINES MARINES APPLICABLES AUX MOLLUSQUES BIVALVES ET METHODES RECONNUES

CHAPITRE I - QUANTITE TOTALE DE BIOTOXINES MARINES A NE PAS DEPASSER

La quantité totale de biotoxines marines (mesurées dans le corps entier ou dans toute partie comestible séparément) ne doit pas dépasser les limites suivantes :

- pour le «ParalyticShellfish Poison» (PSP), 800 microgrammes par kilogramme,
- pour le «AmnesicShellfish Poison» (ASP), 20 milligrammes d'acide domoïque par kilogramme,
- pour l'acide okadaïque, les dinophysistoxines et les pectenotoxines pris ensemble, 160 microgrammes d'équivalent-acide okadaïque par kilogramme,
- pour les yessotoxines, 1 milligramme déquivalent-yessotoxines par kilogramme,
- pour les azaspiracides, 160 microgrammes d'équivalent-azaspiracides par kilogramme.

CHAPITRE II - METHODES RECONNUES DE DETECTION D'ANALYSE DES BIOTOXINES MARINES

1. METHODE DE DETECTION D'ANALYSE DES TOXINES PARALYSANTES (PSP)

1.1. La teneur en toxines paralysantes (paralyticshellfish poison — PSP) des parties comestibles des mollusques (corps entier ou toute partie consommable séparément) doit être déterminée conformément à la méthode d'analyse biologique ou à toute autre méthode reconnue au niveau international. La méthode d'analyse biologique peut être associée, en tant que de besoin, à une autre méthode de détection de la saxitoxine et de ses analogues, à condition qu'elle soit normalisée.

1.2. En cas de contestation des résultats, la méthode de référence est la méthode biologique : méthode AOAC n° 959.08, 1990.

2. METHODE DE DETECTION D'ANALYSE DES TOXINES AMNESIANTES (ASP)

La teneur totale en toxines amnésiantes (amnesicshellfish poison — ASP) des parties comestibles des mollusques (corps entier ou toute partie consommable séparément) doit être déterminée par chromatographie liquide haute performance (CLHP) ou par toute autre méthode reconnue.

En cas de contestation des résultats, la méthode de référence est la méthode de CLHP/UV selon la méthode Quilliamet *al.*, 1995.

3. METHODES DE DETECTION D'ANALYSE DES TOXINES LIPOPHILES

La méthode de détection d'analyse des toxines lipophiles est la méthode LC-MS/MS qui est la méthode de référence pour la détection des toxines marines lipophiles suivantes :

- _ groupe acide okadaïque: OA, DTX1, DTX2, DTX3, y compris leurs esters;
- _ groupe des pecténotoxines: PTX1 et PTX2;
- _ groupe des yessotoxines: YTX, 45 OH YTX, homo YTX et 45 OH homo YTX,
- _ groupe des azaspiracides: AZA1, AZA2 et AZA3.

Notes :

- 1) L'équivalence toxique totale est calculée au moyen des facteurs d'équivalence toxique (*toxicity equivalent factors*, TEF) recommandés par l'EFSA.
- 2) Si de nouveaux analogues importants pour la santé publique sont découverts, ils doivent être inclus dans l'analyse. L'équivalence toxique totale est calculée au moyen des facteurs d'équivalence toxique (TEF)
- 3) D'autres méthodes, telles que la chromatographie liquide (LC) – spectrométrie de masse (MS), la chromatographie liquide haute performance (CLHP) avec la détection appropriée, les immuno-essais et les tests fonctionnels, tels que le test d'inhibition de la phosphatase, peuvent être utilisées en lieu et place de la méthode EU-R.L. LC-MS/MS, pour autant:
 - a) que seules ou combinées, elles puissent détecter au moins les analogues visés au point A, 1 du présent chapitre; le cas échéant, des critères plus appropriés sont définis;
 - b) qu'elles remplissent les critères de performance préconisés par le laboratoire de référence susmentionné. Ces méthodes devront avoir fait l'objet d'une validation intralaboratoire et avoir passé avec succès les tests effectués dans le cadre d'un programme reconnu de tests d'efficacité.
 - c) que leur application assure un degré équivalent de protection de la santé publique.

