



PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES COMITÉ DU CODEX SUR LES POISSONS ET LES PRODUITS DE LA PÊCHE

Trente et unième session

Tromsø, Norvège

11 - 16 avril 2011

RAPPORT DU GROUPE DE TRAVAIL ÉLECTRONIQUE SUR L'AVANT-PROJET DE LISTE DE MÉTHODES POUR LA DÉTERMINATION DES BIOTOXINES DANS LA NORME POUR LES MOLLUSQUES BIVALVES VIVANTS ET CRUS (Étape 2/3)

SOMMAIRE

Le Groupe de travail électronique a accompli de réels progrès en ce qui a trait à plusieurs aspects de l'Avant-projet de liste de méthodes de détermination des biotoxines. Néanmoins, un certain nombre d'aspects de l'Avant-projet devront faire l'objet de discussions plus larges à la 31^{ème} session du Comité du Codex sur les poissons et les produits de la pêche (CCPPP), en ce qui concerne notamment :

- l'emplacement ou l'hébergement des principes/critères de performance;
- la nécessité de mener ou non de nouveaux travaux aux fins de l'élaboration de principes/critères de performance relatifs aux méthodes de dépistage;
- l'information à inclure dans la Norme ou celle à inclure dans le Code d'usages (devrait-on enlever l'annexe XI de la Norme pour l'ajouter au Code);
- la réalisation de travaux additionnels sur les brévétotoxines.

GÉNÉRALITÉS

1. À la 30^{ème} session du CCCPP (2009), le Comité a convenu de former un groupe de travail électronique sur l'avant-projet de liste de méthodes pour la détermination des biotoxines dans la *Norme pour les mollusques bivalves vivants et crus* (2009, ALINORM 10/33/18, par. 69 à 80). Le comité s'est dit incapable, dans l'état actuel des choses, de décider si des méthodes spécifiques devraient ou non être incluses dans la norme, cette question méritant un examen plus approfondi. Il a ajouté que l'on fera appel à cette fin aux conseils scientifiques de la FAO/OMS. Le Comité avait aussi rappelé que la méthode d'analyse de la saxitoxine était la seule à avoir été incluse dans la Norme et que les méthodes figurant à l'annexe XI avaient été désignées pour faire l'objet d'autres discussions. Ces méthodes seraient examinées par le Groupe de travail électronique afin que les discussions à leur sujet se déroulent plus rondement à la prochaine session. Rappelons que le Comité avait convenu de former un Groupe de travail électronique coordonné par le Canada et fonctionnant en anglais, ayant pour mandat :

- d'élaborer des principes/critères de performance pour l'évaluation des méthodes d'analyse des biotoxines en tenant compte des critères décrits dans le Manuel de procédure, des

documents mis à jour préparés en fonction du Rapport découlant de la Consultation d'experts FAO/COI (Commission océanographique internationale)/OMS sur la section traitant des méthodes d'analyse des biotoxines, des critères déjà élaborés par le Comité sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage et d'autres documents pertinents, au besoin;

- d'évaluer les méthodes actuelles par rapport aux principes/critères de performance proposés aux fins de la révision du tableau de l'annexe XI;
 - de présenter un sommaire de ses travaux et recommandations au CCPPP.
2. En mai 2010, une invitation à participer au Groupe de travail électronique était lancée à tous les membres du CCPPP. Des représentants de 21 pays, en plus de celui du Canada, ont répondu à l'appel. Une liste complète des participants au Groupe de travail figure à l'annexe I.

BUT

3. Le présent rapport décrit le processus utilisé par le Groupe de travail électronique pour l'élaboration de la version révisée de l'Avant-projet de norme, les discussions qu'il a tenues ainsi que les propositions dont le CCPPP devrait tenir compte pour faire avancer les discussions sur l'Avant-projet de liste de méthodes de détermination des biotoxines dans la Norme pour les mollusques bivalves vivants et crus.

PROCÉDURE

4. Objectifs du Groupe de travail électronique, plan de travail et première version des principes/critères de performance proposés

Les objectifs proposés, le calendrier et la première version (y compris l'information technique à l'appui) ont été distribués (version anglaise) aux membres du Groupe de travail électronique le 23 juillet 2010. Les représentants de huit (8) pays ont formulé des commentaires sur la première version avant ou à la date limite du 3 septembre 2010.

5. Deuxième version des principes/critères de performance proposés

Les commentaires formulés par les pays ont été pris en considération. Une deuxième version, y compris les principes/critères de performance pour les méthodes de dépistage, ont été distribués le 26 octobre 2010 aux membres du Groupe de travail électronique. Les représentants de sept (7) pays ont formulé des commentaires sur la deuxième version avant ou à la date limite du 10 novembre 2010.

6. Troisième version (annexe XI révisée)

Les commentaires formulés par les pays ont été pris en considération. Une annexe XI révisée (ALINORM 08/31/18) a été distribuée aux membres du groupe de travail aux fins de commentaires le 7 décembre 2010. Les représentants de sept (7) pays ont formulé des commentaires sur l'annexe XI révisée.

7. Rapport final et version finale révisée de l'Avant-projet de norme

Les commentaires des pays ont été pris en considération et la version révisée de l'Avant-projet de norme a été finalisée. Le rapport final a été envoyé au Secrétariat du Codex le 10 mars 2011.

DISCUSSIONS

1^{ère} ronde de consultation

8. Plusieurs pays soulignent le fait que les yessotoxines (YTX), les pecténotoxines (PTX) et les imines cycliques (CI) ne sont pas mentionnées dans les annexes envoyées au Groupe de travail électronique aux fins de commentaires. Ces toxines n'ont pas été prises en considération lors de l'élaboration des annexes parce qu'elles ne sont pas incluses à l'annexe XI – Projet de norme pour les mollusques bivalves vivants et crus (ALINORM 08/31/18). Par ailleurs, le rapport de la réunion du Groupe de travail tenue pour évaluer les recommandations découlant de la Consultation d'experts *ad hoc* mixte FAO-COI-OMS sur les biotoxines dans les mollusques bivalves [Ottawa (Canada), 10-12 avril 2006] recommande que la Norme du Codex ne spécifie pas d'exigences relatives aux YTX, aux PTX et aux CI pour le moment, et ce, en raison du manque de preuves d'effets nocifs sur la santé humaine. Cela pourrait être réévalué à mesure que la science progressera et que l'information deviendra disponible. Si on constate un intérêt à l'égard de l'inclusion des YTX, des PTX et des CI à la Norme du Codex pour les mollusques bivalves vivants et crus, cette question pourrait être soulevée à la prochaine session du CCPPP.
9. Certains pays proposent qu'un ensemble distinct de principes/critères de performance soit élaboré pour les méthodes de dépistage et soit inclus dans la Norme, en plus des principes/critères de performance applicables aux méthodes de référence. Des membres du Groupe de travail électronique recommandent aussi que des définitions propres aux méthodes de dépistage par rapport aux méthodes de référence soient incluses dans la Norme pour plus de précision. À la lumière des commentaires reçus par le Groupe de travail électronique, le Canada a élaboré des principes/critères de performance distincts pour les méthodes de dépistage en se basant sur les « Directives pour la conception et la mise en œuvre d'un programme national de réglementation d'assurance de la sécurité alimentaire concernant les risques liés à l'utilisation de médicaments vétérinaires sur des animaux producteurs d'aliments CAC/GL 71-2009 », comme il a été suggéré par l'Australie.
10. Plusieurs pays recommandent que des méthodes distinctes ne soient pas incluses dans la Norme pour les mollusques bivalves vivants et crus (c'est-à-dire que l'annexe XI soit supprimée). Si une liste de méthodes est jugée nécessaire pour aider les pays à trouver la méthode appropriée à utiliser, une liste de méthodes de référence et de méthodes de dépistage pourrait être incluse au Code d'usages pour autant que les méthodes inscrites sur cette liste respectent les principes/critères énoncés dans la Norme. Cette approche permettrait l'utilisation d'un éventail de méthodes validées et ne devrait pas être fréquemment modifiée pour tenir compte de méthodes nouvellement validées, compte tenu de l'évolution rapide des connaissances scientifiques dans ce domaine.
11. Plusieurs pays expriment certaines préoccupations concernant la faisabilité d'utiliser des matériaux de référence certifiés (CRM) pour évaluer l'exactitude, particulièrement dans le cas de la phycotoxine paralysante (PSP), étant donné que des CRM ne sont pas disponibles pour tous les analogues.
12. Des pays recommandent l'inclusion d'un énoncé indiquant que l'autorité compétente devrait accorder la préférence aux méthodes qui n'utilisent pas d'animaux lorsque des méthodes de rechange validées existent.
13. Le Canada a préparé un document expliquant en détail les paramètres de performance des méthodes qui ont été développés à l'aide des directives énoncées dans le Manuel de procédure du CODEX et établies par le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage. Le groupe de travail a tenu compte des diverses combinaisons de toxines, des toxicités relatives de même que de la

capacité des différentes méthodes à séparer les analogues. Le présent document, destiné à figurer en annexe de l'ébauche sur les principes/critères de performance afin d'aider les pays à évaluer si une méthode satisfait aux critères applicables, a été joint aux documents distribués au Groupe de travail électronique aux fins d'examen.

2^{ème} ronde de consultation

14. Les membres du Groupe de travail électronique s'entendent généralement pour dire que deux ensembles de principes/critères devraient être élaborés : un pour les méthodes de dépistage et un pour les méthodes de référence. À la lumière des commentaires reçus, le Canada a élaboré des principes/critères (ébauche initiale) pour les méthodes de dépistage, que l'on peut trouver à l'annexe III du présent document. Les membres du Groupe de travail électronique recommandent que le document soit présenté de manière que ses titres correspondent à ceux des principes/critères proposés pour les méthodes de référence.

3^{ème} ronde de consultation

15. Plusieurs pays soulignent qu'il serait utile d'avoir des éclaircissements sur le processus utilisé pour évaluer si une méthode répond aux principes/critères de performance, car on a suggéré qu'un certain nombre de méthodes soient enlevées du tableau de l'annexe XI parce qu'elles ne répondaient pas aux principes/critères.
16. De nombreux pays soulignent que les principes/critères de performance proposés éliminent l'utilisation du bio-essai sur souris comme méthode de référence, même si cette méthode fournissait depuis longtemps un niveau acceptable de protection des consommateurs. Le responsable du Groupe de travail électronique précise que le mandat de la tâche était d'élaborer des principes/critères de performance qu'utiliseront les pays, d'aider à la compréhension scientifique et servir d'assise commune pour les discussions sur les méthodes, au besoin.
17. Les membres ne parviennent pas à un consensus clair sur le format de présentation des méthodes, bien que la majeure partie des pays conviennent qu'il serait préférable que la liste de méthodes soit incluse dans le Code d'usages.
18. Le Groupe de travail électronique aimerait préciser qu'en raison des données limitées disponibles lors des deux premières rondes de consultation, les méthodes de dépistage des brévétotoxines n'ont pas été évaluées et ce fait est souligné dans le tableau révisé à l'annexe XI (voir annexe IV).

RECOMMANDATIONS

19. Le Comité est invité à envisager d'incorporer les principes/critères généraux énoncés dans le document « L'avant-projet de liste de méthodes de détermination des biotoxines dans la *Norme pour les mollusques bivalves vivants et crus* » et qui accompagnent « Les paramètres de performance pour les méthodes de détermination des biotoxines marines » qui seront intégrés à la Norme (annexe II).
20. Le Comité pourrait envisager de transférer le tableau de l'annexe XI (ALINORM 08/31/18) de la Norme à un endroit approprié du Code d'usages. Ce tableau pourrait être considéré comme une liste de méthodes, et une note de bas de page pourrait indiquer que les méthodes ne répondant pas aux principes/critères de performance des méthodes de référence pourraient être utilisées par les pays aux fins de surveillance et de dépistage (voir l'annexe IV). En outre, le tableau pourrait être présenté au Comité sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage pour qu'il examine les ajouts effectués dans les « Types de méthodes ».
21. Le Comité pourrait tenir compte des commentaires des membres du Groupe de travail électronique sur l'élaboration de principes/critères de performance similaires pour les méthodes de dépistage (annexe III) pour leurs prochains travaux.

Annexe I

Liste des participants au groupe de travail électronique

Pays	Nom	Courriel :
Australie*	M ^{me} Lynda Feazey Export Standards Branch, Food Division Department of Agriculture, Fisheries and Forestry Fax : +61 2 6272 4389	lynda.feazey@daff.gov.au Codex.contact@daff.gov.au
Brésil	Henrique Cesar Pereira Figueiredo Fax : +55 61 2023-3909	henrique.figueiredo@mpa.gov.br
Canada*	<p>Julie Lacoursière Analyste des politiques principale Division du poisson, des produits de la mer et de la production Agence canadienne d'inspection des aliments</p> <p>Robyn Edwards Analyste des politiques, PCCSM Division du poisson, des produits de la mer et de la production Agence canadienne d'inspection des aliments</p> <p>Rod Costain Chimiste principal Direction des science de la salubrité des aliments Direction générale des sciences Agence canadienne d'inspection des aliments</p> <p>Dr. Michael Quilliam Agent de recherche Institut des biosciences marines du CNRC Conseil national de recherches Canada</p> <p>Thea Rawn Chercheur scientifique Division de la recherche sur les aliments Santé Canada</p> <p>Dr. Peter Scott Chercheur scientifique Division de la recherche sur les aliments Santé Canada</p> <p>Jeffrey Van de Riet Coordinateur principal de recherche - chimie Laboratoire de Dartmouth, Direction générale des sciences Agence canadienne d'inspection des aliments</p>	<p>Julie.Lacoursiere@inspection.gc.ca</p> <p>Robyn.Edwards@inspection.gc.ca</p> <p>Roderick.Costain@inspection.gc.ca</p> <p>Michael.Quilliam@nrc-cnrc.gc.ca</p> <p>thea.rawn@hc-sc.gc.ca</p> <p>peter.scott@hc-sc.gc.ca</p> <p>Jeffrey.VandeRiet@inspection.gc.ca</p>
Chili*	M ^{me} Loreto Rodríguez M. Pablo Belmar	lrodriguez@sernapesca.cl pbelmar@sernapesca.cl

Pays	Nom	Courriel :
Union européenne*	<p>M. Paolo Caricato Commission européenne Tél. : ++32 - 2 - 299 32 02;</p> <p>M. Jérôme Lepeintre Commission européenne Tél. : ++32 - 2 - 299 37 01;</p>	<p>Paolo.Caricato@ec.europa.eu</p> <p>jerome.lepeintre@ec.europa.eu</p> <p>codex@ec.europa.eu</p>
France*	<p>M^{me} Urwana QUERREC Ministère de l'Alimentation, de l'Agriculture et de la Pêche DGAL/SA/SDSSA - bureau des produits de la mer et d'eau douce 251, rue de Vaugirard 75732 PARIS Cedex 15 Tél. : +33 1 49 55 84 95 Fax : +33 1 49 55 56 80</p>	<p>urwana.querrec@agriculture.gouv.fr</p> <p>sgae-codex-fr@sgae.gouv.fr</p>
Allemagne	<p>D^{re} Angelika PREISS-WEIGERT Head of Unit Contaminants Bundesinstitut für Risikobewertung (Institut fédéral allemand d'évaluation des risques) Thielallee 88-92 14195 Berlin, Allemagne Tél. : +49 - 30 - 8412 3352 Fax : +49 - 30 - 8412 3457</p>	<p>Angelika.Preiss-Weigert@bfr.bund.de</p>
Indonésie	<p>M^{me} Mufidah Fitriati Section Head of Chemical and Biological, Ministry of Marine Affairs and Fisheries. Tél./Fax : 62 21 84973584</p>	<p>m_fitriati@yahoo.com</p> <p>codex_sm@yahoo.com</p>
Japon*	<p>M. Kenji Urakami Deputy Director Standards and Evaluation Division Department of Food Safety Pharmaceutical and Food Safety Bureau Ministry of Health, Labour and Welfare 1-2-2 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8916 Japon Tél. : 81 3 3595 2341 Fax : 81 3 3501 4868</p> <p>D^r Hajime Toyofuku Section Chief (Food Safety) Department of Education and Trainings Technology Development National Institute of Public Health 2-3-6 Minami Wako-shi Saitama 351-0197 Japon Tél. : 81 48 458 6111 Fax : 81 48 469 1573</p>	<p>codexj@mhlw.go.jp</p> <p>toyofuku@niph.go.jp</p>

Pays	Nom	Courriel :
	<p>M. Tomohiko Osuga Associate Director Fisheries Processing Industries and Marketing Division Fisheries Agency Ministry of Agriculture, Forestry and Fisheries 1-2-1 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8950 Japon Tél. : 81 3 3502 8203 Fax : 81 3 3508 1357</p> <p>M. Yoshikiyo Kondo Associate Director International Affairs, Food Safety and Consumer Policy Division Ministry of Agriculture, Forestry and Fisheries 1-2-1 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8950 Japon Tél. : 81 3 3502 8732 Fax : 81 3 3507 4232</p>	<p>tomohiko_osuga@nm.maff.go.jp</p> <p>codex_maff@nm.maff.go.jp</p>
Jordanie	<p>Eng. Wail alomari Jordan institution for standards and metrology (JISM) Standardization Department Tél. : 9265301225 Fax : +96265301249</p>	<p>Womari@Jism.gov.Jo</p>
Malaisie	<p>M. Boniface Jintony Department of Fisheries, Fisheries Research Centre, 89400, Likas, Kota Kinabalu, Sabah, Malaisie Fax : +6088-425-890</p> <p>M. Belayong Nyuak Fisheries Biosecurity Centre Sarawak Province Jalan Buruh, 93450 Kuching, Sarawak, Malaisie Fax : +6082 349-686</p> <p>M. Azlan Md. Nor Fisheries Biosecurity Centre Makmal Veterinar Kawasan Petaling Jaya Persiaran Barat, 46630 Petaling Jaya Selangor, Malaisie Fax : +603-7954 0651</p>	<p>Boniface.Jintony@sabah.gov.my</p> <p>belayong@dof.gov.my yongbeln@gmail.com</p> <p>azulan77@yahoo.com.sg</p> <p>ccp_malaysia@moh.gov.my</p>
Pays-Bas*	<p>Arjen Gerssen Institute of Food Safety Fax : +31 317 41 77 17</p> <p>Hester van den Top Institute of Food Safety Fax : +31 317 41 77 17</p>	<p>Arjen.gerssen@wur.nl</p> <p>Hester.vandentop@wur.nl</p>

Pays	Nom	Courriel :
	María Luisa Rodríguez Velasco European Union Reference Laboratory for Marine Biotoxins (EU-RL-MB) Spanish Food Safety and Nutrition Agency (AESAN) Ministry of Health and Social Policy Estación Marítima, s/n 36200 Vigo (Espagne)	mrodriguezv@msps.es
Afrique du Sud	M. Pieter Truter, Specialist, National Regulator for Compulsory Specifications (NRCS)	truterpj@nrccs.org.za
Suède	Annette Johansson PhD, Senior Scientist NRL marine biotoxins National Food Administration Uppsala, Suède Fax : +46 18 10 58 48	annette.johansson@slv.se
Tonga	D ^r Sione Vailala Matoto Head of Fisheries Department of Fisheries	vailala@kalianet.to
Royaume-Uni*	M ^{me} Pendi Najran Food Composition & Labelling Division Food Standards Agency, Royaume-Uni Tél. : +44 (0)20 7276 8157 Fax : +44(0)20 7276 8193 / 8446 D ^{re} Claudia Martins Hygiene and Microbiology Policy Unit Food Standards Agency, Royaume-Uni Tél. : + 44 (0)20 7276 8978	pendi.najran@foodstandards.gsi.gov.uk claudia.martins@foodstandards.gsi.gov.uk
États-Unis d'Amérique *	Kenneth Lowery International Issues Analyst U.S. Codex Office Room 4861 South Building Tél. : (202) 690-4042 Fax : (202) 720-3157 Stacey L. DeGrasse, Ph.D. Research Biologist Office of Regulatory Science Center for Food Safety and Applied Nutrition US FDA 5100, Paint Branch Parkway, HFS-707 College Park, MD 20740 Tél. : (301) 436-1470 Jonathan Deeds, Ph.D. Biologiste Office of Regulatory Science Center for Food Safety and Applied Nutrition US FDA 5100, Paint Branch Parkway, HFS-707 College Park, MD 20740 Tél. : (301) 436-1474	Kenneth.Lowery@fsis.usda.gov Stacey.Etheridge@fda.hhs.gov Jonathan.Deeds@fda.hhs.gov

Pays	Nom	Courriel :
Vietnam	<p>M^{me} Tran Thi Dzung, Center for Fisheries Development Consultation and Planning Vietnam Institute of Fisheries Economics and Planning</p> <p>M. Pham Van Hung The National Fisheries Quality Assurance and Veterinary Directory -Branch 6 (NAFIQAVED-Branch 6)</p> <p>M. Co Hong Son The National Fisheries Quality Assurance and Veterinary Directory -Branch 6 (NAFIQAVED-Branch 6)</p> <p>M^{me} Le Thi Viet Hong, The Quality Assurance and Testing Center 1, Directorate for Standards and Quality</p> <p>M. Tran Dang Ninh The National Fisheries Quality Assurance and Veterinary Directory (NAFIQAVED)</p>	<p>trandungusvn@yahoo.com</p> <p>tlvhung@hcm.vnn.vn</p> <p>cohongsonkh@yahoo.com</p> <p>testlab4@quatest1.com.vn</p> <p>dangninh.nafi@mard.gov.vn</p>
FAO	<p>D^r Karunasagar Iddya Fonctionnaire principal chargé des industries de la pêche Service de l'utilisation et de la commercialisation du poisson Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture Viale delle Terme di Caracalla-00153, Rome Tél. : +39 06 57054873 Fax : +39 06 57055188</p>	<p>Iddya.Karunasagar@fao.org</p>

* - « Pays « actifs » du GTe, qui ont répondu au moins une fois en soumettant des observations ou en indiquant au GTe qu'ils ne désiraient pas soumettre des observations.

Annexe II

Groupe de travail électronique – Avant-projet de paramètres/critères de performance des méthodes de détermination des biotoxines dans la *Norme pour les mollusques bivalves vivants et crus*

Généralités

Comme les connaissances scientifiques évoluent rapidement dans le domaine des méthodes de détermination des biotoxines, il est entendu qu'une liste de méthodes très spécifiques risque de devenir désuète. En prévision des difficultés liées à une telle situation, nous présentons ci-dessous les principes et les critères de performance proposés pour les méthodes de références¹ pouvant être utilisées par les autorités compétentes pour choisir des méthodes appropriées pour la surveillance des biotoxines aux fins de réglementation. Une préférence devrait être accordée aux méthodes dont l'applicabilité convient à un usage régulier.

Avant de choisir une méthode d'analyse potentielle des biotoxines, chaque autorité compétente doit connaître les dangers relatifs que posent les toxines présentes dans ses eaux territoriales. Cette connaissance comprend les étapes de la chaîne de production (de la ferme aquicole à la table), y compris les algues responsables de la formation de la toxine, les analogues de la toxine généralement présents dans les mollusques (au minimum) et dans les organismes sources (s'il y a lieu) provenant des eaux territoriales de l'autorité compétente, les espèces de bivalves touchés et les mécanismes d'action des toxines sur la santé humaine.

Les autorités compétentes qui envisagent d'utiliser une méthode en particulier peuvent recourir à une méthode de dépistage comme complément aux méthodes de référence afin d'améliorer l'efficacité de la surveillance de routine des biotoxines. Les autorités compétentes devraient évaluer l'ensemble de leur stratégie d'analyse des biotoxines selon les critères de performance mentionnés dans le présent document.

Principes/critères de performance généraux proposés

Les principes/critères de performance généraux (critères généraux) sont énoncés dans le *MANUEL DE PROCÉDURE DE LA COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS* (19^{ème} éd.; ISBN 978-92-5-106493-1) à la section PRINCIPES POUR L'ÉLABORATION DES MÉTHODES D'ANALYSE DU CODEX. Les termes d'analyse sont mieux définis dans le document *Guidelines on Analytical Terminology* (CAC/GL 72-2009) du Codex. Nous recommandons à l'autorité compétente de consulter ces documents au moment de choisir les principes/critères ci-dessous pour la méthode de détermination des biotoxines marines.

Les principes et critères suivants de la méthode de détermination des biotoxines marines sont une application spécifique des critères généraux. Ces principes et critères, énoncés dans le tableau de l'Annexe I: *Paramètres de performance des méthodes pour les méthodes de détermination des biotoxines marines*, doivent être pris en considération par l'autorité compétente comme partie intégrante de la méthode d'analyse.

a) Sélectivité

- (i) Spécifique à un groupe, c'est-à-dire que la méthode utilisée doit être applicable au groupe de toxines faisant l'objet d'analyse.
- (ii) La préférence devrait être donnée aux méthodes pouvant servir à analyser des analogues de toxines multiples et, s'il y a lieu, des groupes de toxines multiples.

b) Justesse et récupération

¹ Méthode de référence : méthode d'analyse quantitative dont la fiabilité a été démontrée par une exactitude, une spécificité, une précision et une capacité de détection bien établies. Ces méthodes ont généralement fait l'objet d'études inter-laboratoires et s'appuient le plus souvent sur la spectrométrie moléculaire. Le statut des méthodes de référence est valide uniquement si la méthode est appliquée dans un régime approprié d'assurance de qualité. (Directives concernant les bonnes pratiques de laboratoire en matière d'analyse des résidus de pesticides CAC/GL 40-1993, Rév.1-2003).

- (i) Justesse du groupe, c'est-à-dire qu'il peut y avoir des différences dans la récupération, mais elles demeurent acceptables si la justesse globale (estimation de la toxicité) est correcte.
- (ii) La préférence devrait être donnée aux méthodes qui minimisent le biais et dont les corrections pour la récupération sont réduites.

c) Précision

- (i) Les méthodes ayant fait l'objet d'études inter-laboratoires ou conjointes s'appuyant sur des protocoles reconnus à l'échelle internationale (comme AOAC International ou Codex GL 64) sont à privilégier.
- (ii) Il faudrait tenir compte des études de validation intralaboratoires ou d'un seul laboratoire, qui utilise des protocoles ou des directives de validation acceptés à l'échelle internationale, dont les résultats peuvent avoir été publiés dans des revues évaluées par des pairs.

d) Capacité de détection

- (i) Les méthodes doivent permettre de détecter les composantes des biotoxines visées aux limites de performances mentionnées à l'annexe I.
- (ii) La préférence devrait être donnée aux méthodes dont les limites de détection sont inférieures à (i) et qui serviront d'indice d'alerte rapide.

e) Quantification

- (i) Les méthodes capables de détecter des groupes d'analogues devraient pouvoir estimer la toxicité totale.
- (ii) La préférence devrait être donnée aux méthodes pouvant fournir des renseignements sur le profil des biotoxines et des données quantitatives.

f) Portée

- (i) La toxicité relative des analogues structuraux devrait être prise en considération au moment de déterminer les exigences de performance des méthodes. La préférence devrait être donnée aux méthodes qui expriment les valeurs en termes de toxicité relative.
- (ii) La préférence devrait être donnée aux méthodes qui détectent un plus grand nombre d'analogues de biotoxines dans un groupe donné.

g) Incertitude de la mesure

- (i) L'incertitude de la mesure associée aux résultats des analyses devrait être estimée.

Paramètres des méthodes de performance pour les méthodes de détermination des biotoxines marines

Groupe	Toxine		Unités	Concentration maximale	Portée minimale	Limite de détection	Limite de quantification	Précision à la LM	Récupération ^{a,b}	Justesse
Groupe des saxitoxines	Toxicité totale		mg STXdiHCl eq/kg ^c	0,8	0,26 - 1,34	0,08	0,16	#44 %	70-120	MRC
	Saxitoxine	STX								
	Néosaxitoxine	NEO								
	Décarbamoyle-saxitoxine	dcSTX								
	Décarbamoyle-néosaxitoxine	dcNEO								
	Gonyautoxine-1	GTX1								
	Gonyautoxine-4	GTX4								
	Gonyautoxine-3	GTX3								
	Gonyautoxine-2	GTX2								
	Gonyautoxine-5	GTX5								
	Gonyautoxine-6	GTX6								
	Décarbamoyle-gonyautoxine-2	dcGTX2								
	Décarbamoyle-gonyautoxine-3	dcGTX3								
Groupe des acides domoïques	Acide domoïque	DA	mg DA/kg	20	13,2 - 26,8	2	4	#22 %	85-110 %	MRC
	Acide épidoïque	epiDA								
La méthode devrait détecter cette substance										
Groupe des acides okadaïques	Toxicité totale		mg OA eq/kg	0,16	0,05 -0,27	0,016	0,032	#44 %	70-120	MRC
	Acide okadaïque	OA								
	Dinophysistoxine-1	DTX1								
	Dinophysistoxine-2	DTX2								
	Esters de OA, DTX1 et DTX2	FA-ESTERS								
La méthode devrait détecter cet analyte directement ou après l'hydrolyse										
Groupe des azaspiracides	Toxicité totale		mg AZA1 eq/kg	0,16	0,05 -0,27	0,016	0,032	#44 %	70-120	MRC
	Azaspiracide-1	AZA1								
	Azaspiracide-2	AZA2								
	Azaspiracide-3	AZA3								
Groupe des brévétotoxines	Toxicité totale		mg/kg PbTx-2 eq	0,8	0,26 - 1,34	0,08	0,16	#44 %	70-120	MRC
	Brévétotoxine-1	BTX1								
	Brévétotoxine-2	BTX2								
	Dérivés de brévétotoxine-1 ^d	devBTX1								
	Dérivés de brévétotoxine-2 ^d	devBTX2								

Annexe III

Groupe de travail électronique – Avant-projet de liste de principes/critères de performance proposés pour la méthode de dépistage pour la détermination des biotoxines dans la *Norme pour les mollusques bivalves vivants et crus*

- Les méthodes de dépistage peuvent être qualitatives ou semi-quantitatives. L'objectif des méthodes de dépistage est de distinguer les échantillons ne présentant aucune concentration détectable de toxines au-delà de la valeur-seuil (c'est-à-dire des échantillons négatifs) et ceux dont la toxicité dépasse le seuil (c'est-à-dire des échantillons positifs).
- Une attention particulière doit être accordée à l'établissement des valeurs-seuil fondées sur le traitement statistique des faux positifs et des faux négatifs pour les méthodes de dépistage.
- La sensibilité d'une méthode de dépistage est définie comme la concentration la plus faible à laquelle un analyte cible peut être détecté avec certitude selon les limites statistiques établies.
- La sensibilité de la méthode de dépistage de tous les analogues du groupe de toxines spécifiques faisant l'objet de mesure doit être connue.
- La sélectivité d'une méthode de dépistage fait référence à la capacité de l'analyse à : i) déterminer que les échantillons présentant un résultat négatif sont réellement négatifs; ii) à distinguer la présence d'un composé cible ou une classe de composés d'une autre substance contenue dans l'échantillon. Les méthodes de dépistage, s'appuyant souvent sur la croissance microbiologique, des immunoessais ou une réponse chromogène, ne permettent pas d'identifier de façon non ambiguë un composé; la sélectivité peut donc être accrue lorsque la méthode est utilisée en combinaison avec une technique de séparation avant la détection. Le taux de sélectivité devrait montrer un niveau de confiance d'au moins 90 pour cent. On recommande un faux taux négatif de moins de 5 pour cent à la moitié de la LMR, et aucun faux négatif ne devrait être obtenu à la LMR.
- Une fois le niveau de confiance de la méthode établi en ce qui concerne la sélectivité, il faut déterminer les essais de la réaction croisée. La matrice témoin enrichie avec d'autres toxines et les composés de structure apparentée se trouvant possiblement dans les échantillons devraient être analysés afin de déterminer si l'on obtient des résultats négatifs lorsque les substances testées contiennent ces composés. Les résultats devraient être négatifs lorsque ces composés sont présents à des concentrations auxquelles on peut raisonnablement s'attendre dans un échantillon.
- La « valeur limite » ou la valeur-seuil pour l'analyse d'un composé ou d'une classe de composés est établie en effectuant des expériences concentration-effet.

Annexe IV

PROJET DE NORME POUR LES MOLLUSQUES BIVALVES VIVANTS ET CRUS
SECTION I-8.5 DÉTERMINATION DES BIOTOXINES
 (À l'étape 6 de la procédure)

<i>Disposition</i>	<i>Méthodologie</i>	<i>Principe</i>	<i>Type</i>
Groupe des saxitoxines	Bio-essai international sur souris AOAC	Bio-essai^{7, e}	HH
	*	Test de fixation du récepteur radiomarqué (méthode immunochimique) ²	III
	*	Méthode immunochimique ^f	III
	*	LC-MS ^{3, d}	III
	*	CL avec oxydation pré-colonne et détection par fluorescence (AOAC)^{4, 5, b}	
	*	CL avec oxydation post-colonne et détection par fluorescence ^{6, 7, b}	
	*	ELISA PSP Abraxis (méthode immunochimique) ^{8, b}	
	*	Immunoessai - écoulement latéral (méthode immunochimique) ^{9, b}	
	*	Résonance des plasmons de surface (méthode immunochimique) ^{10, b}	
Groupe des acides okadaïques	*	LC-MS ^{11, 24, d}	II
	*	Bio-essai sur souris^{12, a, c, d}	HH
	*	Bio-essai sur rat^{12, b}	
	*	PP2A ^{4, e}	HH
	*	Test d'inhibition de la protéine phosphatase 2A (PP2A) par fluorimétrie ^{13, b}	
	*	Essai d'inhibition de la phosphatase à l'aide d'une enzyme recombinante ^{14, b}	
		LC-FL^{15, a}	III
	*	ELISA DSP ABRAXIS ^{16, a, d}	HH
	*	Immunoessai - écoulement latéral ^{17, b}	

^a Méthode présentée à l'annexe XI, mais ne satisfaisant pas aux principes/critères proposés pour les méthodes de référence.

^b Méthode non présentée à l'annexe XI auparavant, mais dont on recommande l'examen par les membres du Groupe de travail électronique.

^c La détection de biotoxines lipophiles marines par bio-essai sur souris peut révéler des faux positifs à cause de la présence d'autres substances telles que les YTX, PTX et CI, qui ne sont associées à aucune maladie humaine. Lorsqu'on soupçonne de faux positifs, on peut utiliser une méthode internationalement validée pour effectuer un essai de confirmation afin d'identifier le(s) type(s) de biotoxine(s) présente(s).

^d Un développement plus avancé de la méthode (p.ex. validation inter laboratoire, disponibilité de MRC) est nécessaire avant de présenter la demande aux fins d'approbation par le CCMAS.

^e Le test d'inhibition de la protéine phosphatase PP2A a été retiré de la liste des méthodes et remplacé par un test d'inhibition de la protéine phosphatase 2A (PP2A) par fluorimétrie et un essai d'inhibition de la phosphatase à l'aide d'une enzyme recombinante (PP2A).

^f La méthode immunochimique a été retirée de la liste des méthodes et remplacée par les tests suivants : test de fixation du récepteur radiomarqué (méthode immunochimique), ELISA PSP Abraxis (méthode immunochimique), immunoessai - écoulement latéral (méthode immunochimique) et résonance des plasmons de surface (méthode immunochimique).

* Titre de méthode officielle/reconnue à préciser.

~~Termes rayés~~: Servent à indiquer les méthodes figurant à l'annexe XI ou les méthodes proposées par le Groupe de travail électronique dont il a été déterminé qu'elles ne satisfaisaient pas aux principes/critères de performance proposés pour les méthodes de référence.

Note : Il existe probablement d'autres méthodes satisfaisant aux paramètres/critères, mais celles-ci n'ont pas été proposées, prises en considération ou évaluées dans le cadre du présent exercice. Il existe également d'autres méthodes pouvant convenir aux fins de dépistage ou de surveillance.

<i>Disposition</i>	<i>Méthodologie</i>	<i>Principe</i>	<i>Type</i>
<i>Groupe des acides domoïques</i>	<i>Méthode Quilliam LC-UVD</i>	<i>LC-UV (extraction des acides)¹⁸</i>	<i>II</i>
	*	<i>LC-UV (extraction au méthanol aqueux)¹⁹</i>	
	*	<i>Biosense ELISA^{20, 21}</i>	<i>III</i>
	*	<i>LC-MS¹¹</i>	<i>III</i>
	*	<i>LFIC</i> <i>(Immunoessai écoulement latéral)^{9, a, d}</i>	<i>III</i>
	*	<i>Résonance des plasmons de surface²²</i>	
<i>Groupe des brévatoxines</i>	*	<i>LC-MS^d</i>	<i>II</i>
	*	<i>ELISA^d</i>	<i>III</i>
		<i>Bio-essai sur souris APHA</i>	<i>Bio-essai^c</i>
<i>Groupe des azaspiracides</i>	*	<i>LC-MS^{11, 24, d}</i>	<i>II</i>
	*	<i>Bio-essai sur souris^{23, a, e}</i>	<i>III</i>
		<i>Bio-essai sur rat^{23, b}</i>	

¹ Official Methods of Analysis, 18th edition (2009). AOAC International, Gaithersburg, MD., Method 959.08.

² Van Dolah, F.M., Leighfield, T.A., Doucette, G.J., Bean, L., Niedziadek, B., Rawn, D.F.K., (2009) Journal Of AOAC International Vol. 92(6), 1705-1713.

³ Dell' Aversano, C., Hess, P., and Quilliam, M. A. (2005). J. Chromatogr. A 1081(2), 190-201.

⁴ Official Methods of Analysis (2009) 18th Ed., AOAC INTERNATIONAL, Gaithersburg, MD, Method 2005.06.

⁵ Turner, A.D., Hatfield, R.G., Rapkova-Dhanji, M., Norton, D.M., Algoet, M., and Lees, D.N. (2010) J.AOAC Int. 93(5).

⁶ van de Riet, J.M., Gibbs, R.S., Chou, F.W., Muggah, P.M., Rourke, W.A., Burns, G., Thomas, K., and Quilliam, M.A. (2009). J.AOAC Int. 92(6), 1690-1704.

⁷ van de Riet, J.M., Gibbs, R.S., Muggah, P.M., Quilliam M.A. Liquid chromatography post-column oxidation (PCOX) method for the determination of paralytic shellfish toxins in mussels, clams, oysters and scallops: Collaborative study. Submitted to J.AOAC Int. (2010).

⁸ Saxitoxin (PSP) ELISA, Microtitre plate user guide, www.ABRAXISKITS.com.

⁹ Jellett, J.F., Roberts, R.L., Laycock, M.V., Quilliam, M.A. Barrett, R.E.(2002), Toxicon, 40(10), 1407-1425.

¹⁰ Campbell et al. 2010, Anal. Chem. 82:2977-2988.

¹¹ McNabb, P., Selwood, A.I., Holland, P.T. (2005). J. AOAC Int. 88(3), 761-772.

¹² EFSA Journal (2008), 589, 1-62.

¹³ González, J. C., Leira, F., Fontal, O. I., Vieytes, M. R., Arévalo, F.F., Vieites, J. M., Bermúdez-Puente, M., Muñiz, S., Salgado, C., Yasumoto, T., and Botana, L. M.(2002). Analytica Chimica Acta 466

¹⁴ Ikehara, T., Imamura, S., Yoshino, A. and Yasumoto, T (2010) Toxins 2, 195-204.

¹⁵ van de Riet, J.M., B.G. Burns and M.W. Gilgan, 1995. Can. Tech. Rep. Fish. Aquat. Sci. 1985: vii +25p.

¹⁶ Okadaic Acid (DSP) ELISA, Microtitre plate user guide, www.ABRAXISKITS.com.

¹⁷ Laycock, M. V., Jellett, J. F., Easy, D. J., Donovan, M. A. (2006). Harmful Algae 5(1), 74-78.

¹⁸ Official Methods of Analysis, 18th edition (2009). AOAC International, Gaithersburg, MD., Method 991.26.

¹⁹ Quilliam M.A., Xie M., Hardstaff W.R. (1995). J. AOAC Int. 78: 543-554.

²⁰ Official Methods of Analysis, 18th edition (2009). AOAC International, Gaithersburg, MD., Method 2006.02.

²¹ Kleivdal, H., Kristiansen, S. I., Nilsen, M. V., and Briggs, L. (2007). J. AOAC Int. 90(4), 1000-1010.

²² Traynor, I.M., Plumpton, L., Fodey, T.L., Higgins, C., Elliott, C.T. J.AOAC Int. 89(3).

²³ EFSA Journal (2008) 723,1-52.

²⁴ These, A., Klemm, C., Nausch, I., Uhlig, S.(2011) Anal. Bioanal. Chem. 399,1245-1256.