

**RETURN BIDS TO:**  
**RETOURNER LES SOUMISSIONS À:**  
**Bid Receiving - PWGSC / Réception des  
soumissions - TPSGC**  
**11 Laurier St. / 11, rue Laurier**  
**Place du Portage , Phase III**  
**Core 0A1 / Noyau 0A1**  
**Gatineau, Québec K1A 0S5**  
**Bid Fax: (819) 997-9776**

**REQUEST FOR PROPOSAL**  
**DEMANDE DE PROPOSITION**

**Proposal To: Public Works and Government  
Services Canada**

We hereby offer to sell to Her Majesty the Queen in right of Canada, in accordance with the terms and conditions set out herein, referred to herein or attached hereto, the goods, services, and construction listed herein and on any attached sheets at the price(s) set out therefor.

**Proposition aux: Travaux Publics et Services  
Gouvernementaux Canada**

Nous offrons par la présente de vendre à Sa Majesté la Reine du chef du Canada, aux conditions énoncées ou incluses par référence dans la présente et aux annexes ci-jointes, les biens, services et construction énumérés ici sur toute feuille ci-annexée, au(x) prix indiqué(s).

**Comments - Commentaires**

<b>Title - Sujet</b> TEST CHIMIQUE	
<b>Solicitation No. - N° de l'invitation</b> 39903-130313/A	<b>Date</b> 2013-02-15
<b>Client Reference No. - N° de référence du client</b> 39903-130313	
<b>GETS Reference No. - N° de référence de SEAG</b> PW-\$\$\$-013-25446	
<b>File No. - N° de dossier</b> 013ss.39903-130313	<b>CCC No./N° CCC - FMS No./N° VME</b>
<b>Solicitation Closes - L'invitation prend fin at - à 02:00 PM on - le 2013-03-15</b>	<b>Time Zone Fuseau horaire</b> Eastern Standard Time EST
<b>F.O.B. - F.A.B.</b> <b>Plant-Usine:</b> <input type="checkbox"/> <b>Destination:</b> <input checked="" type="checkbox"/> <b>Other-Autre:</b> <input type="checkbox"/>	
<b>Address Enquiries to: - Adresser toutes questions à:</b> Dagenais, Gaétane	<b>Buyer Id - Id de l'acheteur</b> 054sq
<b>Telephone No. - N° de téléphone</b> (819) 956-1365 ( )	<b>FAX No. - N° de FAX</b> (819) 997-2229
<b>Destination - of Goods, Services, and Construction:</b> <b>Destination - des biens, services et construction:</b> <div>Specified Herein Précisé dans les présentes</div>	

**Instructions: See Herein**

**Instructions: Voir aux présentes**

**Vendor/Firm Name and Address**

**Raison sociale et adresse du  
fournisseur/de l'entrepreneur**

**Issuing Office - Bureau de distribution**

Science Procurement Directorate/Direction de l'acquisition  
de travaux scientifiques  
11C1, Phase III  
Place du Portage  
11 Laurier St. / 11, rue Laurier  
Gatineau, Québec K1A 0S5

<b>Delivery Required - Livraison exigée</b> See Herein	<b>Delivery Offered - Livraison proposée</b>
<b>Vendor/Firm Name and Address</b> <b>Raison sociale et adresse du fournisseur/de l'entrepreneur</b>	
<b>Telephone No. - N° de téléphone</b> <b>Facsimile No. - N° de télécopieur</b>	
<b>Name and title of person authorized to sign on behalf of Vendor/Firm (type or print)</b> <b>Nom et titre de la personne autorisée à signer au nom du fournisseur/ de l'entrepreneur (taper ou écrire en caractères d'imprimerie)</b>	
<b>Signature</b>	<b>Date</b>

---

## TABLE DES MATIÈRES

### PARTIE 1 - RENSEIGNEMENTS GÉNÉRAUX

1. Introduction
2. Sommaire
3. Compte rendu

### PARTIE 2 - INSTRUCTIONS À L'INTENTION DES SOUMISSIONNAIRES

1. Instructions, clauses et conditions uniformisées
2. Présentation des soumissions
3. Demandes de renseignements - en période de soumission
4. Lois applicables
5. Améliorations apportées aux besoins pendant la demande de soumissions
6. Fondement du titre du Canada sur les droits de propriété intellectuelle

### PARTIE 3 - INSTRUCTIONS POUR LA PRÉPARATION DES SOUMISSIONS

1. Instructions pour la préparation des soumissions
  - Section I : Soumission technique
  - Section II : Soumission financière
  - Section III : Attestations

### PARTIE 4 - PROCÉDURES D'ÉVALUATION ET MÉTHODE DE SÉLECTION

1. Procédures d'évaluation
2. Méthode de sélection

### PARTIE 5 - ATTESTATIONS

1. Attestations obligatoire préalables à l'attribution du contrat
2. Attestations additionnelles préalables à l'attribution du contrat

### PARTIE 6 - AUTRES EXIGENCES

1. Exigences en matière d'assurance

### PARTIE 7 - CLAUSES DU CONTRAT SUBSÉQUENT

1. Énoncé des travaux
2. Clauses et conditions uniformisées
3. Durée du contrat
4. Responsables
5. Paiement
6. Instructions relatives à la facturation
7. Attestations
8. Lois applicables

9. Ordre de priorité des documents
10. Ressortissants étrangers (entrepreneur canadien)
11. Exigences en matière d'assurance

### Liste des pièces jointes

Pièce jointe numéro 1 à la partie 3 \_ Fiche de présentation de la soumission financière  
 Pièce jointe numéro 1 à la partie 4 \_ Critères obligatoires techniques  
 Pièce jointe numéro 2 à la partie 4 \_ Évaluation du prix  
 Pièce jointe numéro 1 à la partie 5 \_ Attestations préalables à l'attribution du contrat

Les annexes comprennent l'Énoncé des travaux, la base de paiement, les exigences en matière d'assurance et le formulaire d'autorisation.

### Liste des annexes

- Annexe A** Énoncé des travaux
- Appendice I à l'annexe A - Méthodes de référence et critères
    - Pièce jointe numéro 1 à l'appendice 1 - Aflatoxines dans les produits alimentaires
    - Pièce jointe numéro 2 à l'appendice 1 - Spéciation de l'arsenic dans divers aliments
    - Pièce jointe numéro 3 à l'appendice 1 - Coumarine
    - Pièce jointe numéro 4 à l'appendice 1 - Colorants hydrosolubles dans les aliments
    - Pièce jointe numéro 5 à l'appendice 1 - Colorants liposolubles dans les aliments
    - Pièce jointe numéro 6 à l'appendice 1 - Méthode analytique pour les glycoalcaloïdes
    - Pièce jointe numéro 7 à l'appendice 1 - Analyse des mycotoxines
    - Pièce jointe numéro 8 à l'appendice 1 - Esters de phtalate dans les aliments
  - Appendice I(A) à l'annexe A - Exigences relatives aux trousse de détection des allergènes
  - Appendice II à l'annexe A - Modèle de plan annuel d'échantillonnage
  - Appendice II(A) à l'annexe A - Renseignements sur l'enquête à l'intention des échantillonneurs
  - Appendice III à l'annexe A - Formulaire de soumission d'échantillon
  - Appendice IV à l'annexe A - Exigences relatives aux photos des échantillons
  - Appendice V à l'annexe A - Critères d'entreposage et d'expédition des échantillons
- Annexe B-** Base de paiement
- Annexe C -** Exigences en matière d'assurance
- Annexe D** Formulaire d'autorisation de tâches

## **PARTIE 1 - RENSEIGNEMENTS GÉNÉRAUX**

### **1. Introduction**

La demande de soumissions compte sept parties ainsi que des pièces jointes et des annexes, elle est divisée comme suit :

Partie 1	Renseignements généraux : renferme une description générale du besoin;
Partie 2	Instructions à l'intention des soumissionnaires : renferme les instructions, clauses et conditions relatives à la demande de soumissions;
Partie 3	Instructions pour la préparation des soumissions : donne aux soumissionnaires les instructions pour préparer leur soumission;
Partie 4	Procédures d'évaluation et méthode de sélection : décrit la façon selon laquelle se déroulera l'évaluation et présente les critères d'évaluation auxquels on doit répondre dans la soumission, ainsi que la méthode de sélection;
Partie 5	Attestations : comprend les attestations à fournir;
Partie 6	Exigences en matière d'assurance : comprend des exigences particulières auxquelles les soumissionnaires doivent répondre; et
Partie	Clauses du contrat subséquent : contient les clauses et les conditions qui s'appliqueront à tout contrat subséquent.

Les annexes comprennent l'Énoncé des travaux, la Base de paiement, les exigences en matière d'assurances, et le formulaire TPSGC-PWGSC 572 Autorisation de tâches.

### **2. Sommaire**

- (i) L'Agence canadienne d'inspection des aliments (ACIA) est un organisme de réglementation fédéral dont le mandat est de veiller à la santé et au bien-être des Canadiens, à l'environnement et à l'économie en préservant la salubrité des aliments, la santé des animaux et la protection des végétaux.

En décembre 2007, le gouvernement du Canada a annoncé le Plan d'action pour assurer la sécurité des produits alimentaires et de consommation (PAASPAC), un ensemble exhaustif de nouvelles mesures qui amélioreront la sécurité des Canadiens grâce à une réglementation plus stricte des aliments, des produits de santé et des produits de consommation. Le Plan d'action pour assurer la sécurité des produits alimentaires (PAASPA) était un élément de ce plan plus vaste et était axé sur les produits non enregistrés au fédéral et représentant, au moins, jusqu'à 70 pour cent des aliments consommés par les Canadiens.

Le PAASPA comporte une série d'initiative visant à moderniser et renforcer le système canadien d'assurance de la salubrité des aliments qui s'échelonne sur une période de cinq ans. Afin de mieux comprendre les risques relatifs à la salubrité alimentaire auxquels les Canadiens sont susceptibles d'être exposés, l'ACIA doit mener des enquêtes visant à déterminer les niveaux de contamination de base dans certains secteurs alimentaires.

En outre, l'ACIA peut être tenu de prendre des mesures réglementaires en vertu d'une ou de toutes les lois qu'elle administre ou fait appliquer en vertu de l'article 11 de la Loi sur l'Agence canadienne d'inspection des aliments, ou en vertu de toute autre loi applicable, sur la base des

informations reçues ou obtenus dans le cadre de l'exécution des travaux en vertu du présent contrat.

- (ii) L'ACIA est à la recherche de laboratoires commerciaux afin de fournir la collecte d'échantillons et des services d'essais analytiques de produits alimentaires. Les résultats des analyses seront utilisés par l'ACIA afin de déterminer les risques relatifs à la salubrité alimentaire pour les Canadiens et de cerner les secteurs dans lesquels il pourrait être nécessaire de régler des problèmes liés à la salubrité alimentaire.
- (iii) Les services de collecte d'échantillons et des services d'essais analytiques sont requis à partir du 1er mai 2013 au 30 avril 2016, avec une option irrévocable pour le Canada de prolonger la période contractuelle jusqu'à deux (2) périodes d'option d'une (1) année chacune. Une partie des travaux du contrat qui comprennent les enquêtes optionnelles, les services de témoignage d'expert, les services d'enquêtes supplémentaires si cela s'applique, et les services d'essais analytiques supplémentaires seront fournis au besoin et seront assujettis aux autorisations de tâche.
- (v) Le Canada a l'intention d'attribuer un maximum de quinze (15) les contrats pour assurer la disponibilité des services de laboratoire pour toutes les enquêtes mentionnés à l'annexe A, Énoncé des travaux, mais un seul contrat par enquête sera émis sur la base des résultats de l'évaluation financière. Toutefois, si un soumissionnaire est recommandé aux fins d'attribution de contrat pour plus d'une enquête, le contrat émis portera sur les enquêtes applicables au soumissionnaire.
- (vi) Ce besoin est assujetti aux dispositions de l'Accord sur le commerce intérieur (ACI).
- (vii) Ce besoin est limité aux services canadiens. conformément au paragraphe 2 de la clause A3050T du guide des CCUA.

### **3. Compte rendu**

Après l'attribution du contrat, les soumissionnaires peuvent demander un compte rendu des résultats du processus de demande de soumissions. Les soumissionnaires devraient en faire la demande à l'autorité contractante dans les dix (10) jours ouvrables, suivant la réception des résultats du processus de demande de soumissions. Le compte rendu peut être fourni par écrit, par téléphone ou en personne.

## **PARTIE 2 - INSTRUCTIONS À L'INTENTION DES SOUMISSIONNAIRES**

### **1. Instructions, clauses et conditions uniformisées**

Toutes les instructions, clauses et conditions identifiées dans la demande de soumissions par un numéro, une date et un titre sont reproduites dans le guide des clauses et conditions uniformisées d'achat (<https://achatsetventes.gc.ca/politiques-et-lignes-directrices/guide-des-clauses-et-conditions-uniformisees-d-achat>) publié par Travaux publics et Services gouvernementaux Canada

Les soumissionnaires qui présentent une soumission s'engagent à respecter les instructions, les clauses et les conditions de la demande de soumissions, et acceptent les clauses et les conditions du contrat subséquent.

Le document 2003 (2012-11-19), Instructions uniformisées - biens ou services - besoins concurrentiels, est incorporé par renvoi dans la demande de soumissions et en fait partie intégrante.

Le paragraphe 5.4 du document , Instructions uniformisées - biens ou services - besoins concurrentiels, est modifié comme suit :

Supprimer : soixante (60) jours

Insérer : cent vingt (120) jours

#### **1.1 Clauses du guide des CCUA**

A7035T (2007-05-25), Liste des sous-traitants proposés

### **2. Présentation des soumissions**

Les soumissions doivent être présentées uniquement au Module de réception des soumissions de Travaux publics et Services gouvernementaux Canada (TPSGC) au plus tard à la date, à l'heure et à l'endroit indiqués à la page 1 de la demande de soumissions.

En raison du caractère de la demande de soumissions, les soumissions transmises par télécopieur à l'intention de TPSGC ne seront pas acceptées.

### **3. Demandes de renseignements - en période de soumission**

Toutes les demandes de renseignements doivent être présentées par écrit à l'autorité contractante au moins dix (10) jours civils avant la date de clôture des soumissions. Pour ce qui est des demandes de renseignements reçues après ce délai, il est possible qu'on ne puisse pas y répondre.

Les soumissionnaires devraient citer le plus fidèlement possible le numéro de l'article de la demande de soumissions auquel se rapporte la question et prendre soin d'énoncer chaque question de manière suffisamment détaillée pour que le Canada puisse y répondre avec exactitude. Les demandes de renseignements techniques qui ont un caractère exclusif doivent porter clairement la mention « exclusif » vis-à-vis de chaque article pertinent. Les éléments portant la mention « exclusif » feront l'objet d'une discrétion absolue, sauf dans les cas où le Canada considère que la demande de renseignements n'a pas un caractère exclusif. Dans ce cas, le Canada peut réviser les questions ou peut demander au soumissionnaire de le faire, afin d'en éliminer le caractère exclusif, et permettre la transmission des réponses à tous les soumissionnaires. Le Canada peut ne pas répondre aux demandes de renseignements dont la formulation ne permettrait pas de les diffuser à tous les soumissionnaires.

### **4. Lois applicables**

Tout contrat subséquent sera interprété et régi selon les lois en vigueur en Ontario, et les relations entre les parties seront déterminées par ces lois.

À leur discrétion, les soumissionnaires peuvent indiquer les lois applicables d'une province ou d'un territoire canadien de leur choix, sans que la validité de leur soumission ne soit mise en question, en supprimant le nom de la province ou du territoire canadien précisé et en insérant le nom de la province ou du territoire canadien de leur choix. Si aucun changement n'est indiqué, cela signifie que les soumissionnaires acceptent les lois applicables indiquées.

## **5. Améliorations apportées au besoin pendant la demande de soumissions**

Les soumissionnaires qui estiment qu'ils peuvent améliorer, techniquement ou technologiquement, le devis descriptif ou l'énoncé des travaux contenus dans la demande de soumissions, sont invités à fournir des suggestions par écrit à l'autorité contractante identifiée dans la demande de soumissions. Les soumissionnaires doivent indiquer clairement les améliorations suggérées et les motifs qui les justifient. Les suggestions, qui ne restreignent pas la concurrence ou qui ne favorisent pas un soumissionnaire en particulier, seront examinées à la condition qu'elles parviennent à l'autorité contractante au plus tard dix (10) jours avant la date de clôture de la demande de soumissions. Le Canada aura le droit d'accepter ou de rejeter n'importe quelle ou la totalité des suggestions proposées.

## **6. Fondement du titre du Canada sur les droits de propriété intellectuelle**

L'Agence canadienne d'inspection des aliments (ACIA) a déterminé que tout droit de propriété intellectuelle découlant de l'exécution des travaux prévus par le contrat subséquent appartiendra au Canada, pour les motifs suivants :

- l'objet principal du contrat ou des biens livrables en vertu du contrat est de générer des connaissances et une information pour diffusion dans le public.

## **PARTIE 3 - INSTRUCTIONS POUR LA PRÉPARATION DES SOUMISSIONS**

### **1. Instructions pour la préparation des soumissions**

Le Canada demande que les soumissionnaires fournissent leur soumission en sections distinctes (reliées séparément), comme suit :

Section I :        Soumission technique (4 copies papier pour chaque enquête)  
Section II :        Soumission financière (2 copies papier)  
Section III :        Attestations ( 1 copie papier).

Les prix doivent figurer dans la soumission financière seulement. Aucun prix ne doit être indiqué dans une autre section de la soumission.

Le Canada demande que les soumissionnaires suivent les instructions de présentation décrites ci-après pour préparer leur soumission :

- a) utiliser du papier de 8,5 po x 11 po (216 mm x 279 mm); et
- b) utiliser un système de numérotation correspondant à celui de la demande de soumissions:

En avril 2006, le Canada a approuvé une politique exigeant que les agences et ministères fédéraux prennent les mesures nécessaires pour incorporer les facteurs environnementaux dans le processus d'approvisionnement Politique d'achats écologiques (<http://www.tpsgc-pwgsc.gc.ca/ecologisation-greening/achats-procurement/politique-policy-fra.html>). Pour aider le Canada à atteindre ses objectifs, les soumissionnaires devraient :

- 1) utiliser du papier contenant des fibres certifiées provenant d'un aménagement forestier durable et contenant au moins 30 % de matières recyclées; et
- 2) utiliser un format qui respecte l'environnement : impression noir et blanc, recto-verso/à double face, broché ou agrafé, sans reliure Cerlox, reliure à attaches ni reliure à anneaux.

Les soumissionnaires peuvent présenter une soumission pour une enquête ou plus conformément à l'annexe A, mais, ils devraient présenter une soumission technique distincte pour chaque enquête. Le Canada demande aux soumissionnaires d'indiquer clairement sur la page couverture de leur soumission technique, l'enquête pour laquelle ils soumissionnent.

La catégorie « Enquêtes supplémentaires » décrite à l'article 11.4.3 de l'annexe A et indiqué à l'article 6 de la pièce jointe numéro 1 à la partie 3 - Fiche de présentation de la soumission financière, n'est pas obligatoire. Les soumissionnaires qui ne présentent pas de soumission technique à cet égard ne seront pas évalués pour cette catégorie et tout contrat subséquent n'inclura pas l'article 11.4.3 de l'annexe A, ni l'article 6 de la Base de Paiement à l'annexe B.

#### **Section I : Soumission technique**

Dans leur soumission technique, les soumissionnaires devraient démontrer leur compréhension des exigences contenues dans la demande de soumissions et expliquer comment ils répondront à ces exigences. Les soumissionnaires devraient démontrer leur capacité et décrire l'approche qu'ils prendront de façon complète, concise et claire pour effectuer les travaux.

La soumission technique devrait traiter clairement et de manière suffisamment approfondie des points faisant l'objet des critères d'évaluation en fonction desquels la soumission sera évaluée. Il ne suffit pas de reprendre simplement les énoncés contenus dans la demande de soumissions. Afin de faciliter l'évaluation de la soumission, le Canada demande que les soumissionnaires reprennent les sujets dans l'ordre des critères d'évaluation, sous les mêmes rubriques. Pour éviter les recoupements, les



soumissionnaires peuvent faire référence à différentes sections de leur soumission en indiquant le numéro de l'alinéa et de la page où le sujet visé est déjà traité.

## **Section II : Soumission financière**

**1.1** Les soumissionnaires doivent présenter leur soumission financière comme suit :

- (a) Les informations pour chaque enquête, les enquêtes optionnelles et les services de témoignage d'expert, et les services d'enquêtes supplémentaires, si cela s'applique, et les services d'essais analytiques supplémentaires devraient être fournies sur la pièce jointe numéro 1 à la partie 3 - Fiche de présentation de la soumission financière.
- (b) Le total de la taxe sur les produits et services doit être présenté séparément, le cas échéant.
- (c) Pour les soumissionnaires établis au Canada, les prix doivent être en dollars canadiens, les droits de douane et les taxes d'accise canadiens compris, et la taxe sur les produits et services (TPS) ou la taxe de vente harmonisée (TVH) exclue.

Pour les fins de la demande de soumissions, les soumissionnaires qui ont une adresse au Canada sont considérés comme étant des soumissionnaires établis au Canada, et les soumissionnaires qui ont une adresse à l'extérieur du Canada sont considérés comme étant des soumissionnaires établis à l'étranger.

## **Section III : Attestations**

Les soumissionnaires doivent présenter les attestations exigées à la Partie 5.

## **PARTIE 4 - PROCÉDURES D'ÉVALUATION ET MÉTHODE DE SÉLECTION**

### **1. Procédures d'évaluation**

- (a) Les soumissions seront évaluées par rapport à l'ensemble des exigences de la demande de soumissions, incluant les critères d'évaluation techniques et financiers.
- (b) Une équipe d'évaluation composée de représentants du Canada évaluera les soumissions.
- (c) L'équipe d'évaluation ne prendra en considération que les soumissions accompagnées d'une attestation valide de contenu canadien. Si les soumissions sont reçues sans une attestation valide, ils seront déclarées non recevables et aucun autre examen ne sera accordée.

#### **1.1 Évaluation technique**

##### **1.1.1 Critères techniques obligatoires**

Les critères d'évaluation techniques obligatoires sont décrits à la pièce jointe numéro 1 à la partie 4, Critères techniques obligatoires.

Aux fins de cette évaluation technique obligatoire, l'expérience du soumissionnaire et de ses sous-traitants sera prise en considération comme identifiés à la pièce jointe numéro 1 à la partie 4, Critères techniques obligatoires.

#### **1.2 Évaluation financière**

##### **1.2.1 Évaluation du prix**

Les soumissionnaires devraient présenter leur soumission financière en conformité avec la pièce jointe numéro 1 à la partie 3, Fiche de présentation de la soumission financière.

Uniquement aux fins d'évaluation, le prix évalué de la soumission pour chaque enquête, y compris les services de témoignage d'expert et les enquêtes optionnelles, et le prix évalué pour les services d'enquêtes supplémentaires, si cela s'applique et le prix évalué pour les services d'essais analytiques supplémentaires seront déterminés conformément à la pièce jointe numéro 2 à la partie 4, Évaluation du Prix.

Le prix de la soumission sera évalué en dollars canadiens, excluant la taxe sur les produits et services ou la taxe de vente harmonisée, FAB destination, incluant les droits de douane et les taxes d'accise canadiens.

### **2. Méthode de sélection**

#### **2.1 Méthode de sélection - le prix évalué le plus bas**

##### **2.1.1 Pour être déclarée recevable, une soumission doit :**

- (a) respecter toutes les exigences de la demande de soumissions;
- (b) satisfaire à tous les critères d'évaluation techniques obligatoires.

Les soumissions ne répondant pas aux exigences de (a) ou (b) ou (c) ou (d) seront déclarées non recevables.

##### **2.1.2 Pour chaque enquête :**

Les soumissions recevables seront classées par ordre croissant des prix évalués pour chaque enquête, la soumission recevable ayant le prix évalué le plus bas pour chaque enquête étant classée au premier rang. Le prix évalué pour chaque enquête sera déterminé sur la base des articles 1 à 5 de la pièce jointe numéro 1 à la partie 3 - Fiche de présentation de la soumission financière. La soumission recevable ayant le prix évalué le plus bas pour chaque enquête sera recommandée pour attribution d'un contrat. Dans le cas où deux ou plusieurs soumissions recevables ont le même bas prix évalué, le contrat sera recommandée pour attribution sur la base de la meilleure valeur. Les critères suivants, pondérés par l'autorité contractante s'il le juge à propos, seront utilisés pour déterminer la meilleure valeur :

- (a) la préférence sera accordé à un soumissionnaire dont le dossier fait état d'un rendement global satisfaisant, plutôt qu'à un soumissionnaire dont le dossier laisse à désirer sur ce point;
- (b) la préférence sera accordé à un soumissionnaire capable d'assurer un bon service après-vente et dont le dossier est bon sur ce point, plutôt qu'à un soumissionnaire inapte à fournir un bon service ou dont le dossier laisse à désirer;
- (c) lorsque la livraison constitue un facteur important, on donne la préférence au soumissionnaire offrant la meilleure date de livraison;
- (d) lorsque la soumission porte sur plusieurs articles et que les prix de quelques articles seulement sont identiques, on accorde la préférence à l'entreprise dont la soumission porte sur la valeur monétaire la plus élevée; et
- (e) lorsque la soumission porte sur plusieurs articles, et qu'une ou plusieurs entreprises ont fait des soumissions plus basses sur un ou plusieurs d'entre eux, on donne la préférence à l'entreprise dont la soumission est basse sur la valeur monétaire la plus élevée tant à l'égard des articles pour lesquels elle a offert des prix égaux qu'à l'égard des articles pour lesquels elle a offert des prix plus bas.

Canada a l'intention d'attribuer un maximum de quinze (15) contrats pour assurer la disponibilité des services de laboratoire ciblés pour toutes les enquêtes mentionnés à l'annexe A, Énoncé des travaux. Toutefois, un seul contrat par enquête sera attribué sur la base des résultats de l'évaluation financière. Si un soumissionnaire est recommandé pour attribution d'un contrat pour plus d'une enquête, le contrat attribué portera sur toutes les enquêtes applicables au soumissionnaire.

### **2.1.3 Pour les services d'enquêtes supplémentaires : (n'est pas un besoin obligatoire)**

Le prix évalué pour les services d'enquêtes supplémentaires est déterminé sur la base de l'article 6 de la pièce jointe numéro 1 à la partie 3 - Fiche de présentation de la soumission financière. Les soumissions recevables seront classées par ordre croissant de prix évalués et ce classement sera inclus dans les contrats attribués comme suite à l'article 2.1.2. Le choix d'un entrepreneur pour effectuer des services d'enquêtes supplémentaires sera en conformité avec la méthodologie de classement figurant à l'article 1.4 de la Partie 7 - Clauses du contrat subséquent.

### **2.1.4 Pour les services d'essais analytiques supplémentaires :**

Le prix évalué pour les services d'essais analytiques supplémentaires est déterminé sur la base de l'article 7 de la pièce jointe numéro 1 à la partie 3 - Fiche de présentation de la soumission financière. Les soumissions recevables seront classées par ordre croissant de prix évalués et ce classement sera inclus dans les contrats attribués comme suite à l'article 2.1.2. Le choix d'un entrepreneur pour effectuer des services d'essais analytiques supplémentaires sera en conformité avec la méthodologie de classement figurant à l'article 1.5 de la Partie 7 - Clauses du contrat subséquent.

## **PARTIE 5 - ATTESTATIONS**

Pour qu'un contrat leur soit attribué, les soumissionnaires doivent fournir les attestations exigées et la documentation connexe. Le Canada déclarera une soumission non recevable si les attestations exigées et la documentation connexe ne sont pas remplies et fournies tel que demandé.

Le Canada pourra vérifier l'authenticité des attestations fournies par les soumissionnaires durant la période d'évaluation des soumissions (avant l'attribution d'un contrat) et après l'attribution du contrat. L'autorité contractante aura le droit de demander des renseignements supplémentaires pour s'assurer que les soumissionnaires respectent les attestations avant l'attribution d'un contrat. La soumission sera déclarée non recevable si on constate que le soumissionnaire a fait de fausses déclarations, sciemment ou non. Le défaut de respecter les attestations, et fournir la documentation connexe ou de donner suite à la demande de renseignements supplémentaires de l'autorité contractante aura pour conséquence que la soumission sera déclarée non recevable.

### **1. Attestations obligatoires préalables à l'attribution du contrat**

#### **1.1 Code de conduite et attestations - documentation connexe**

- 1.1.1 En présentant une soumission, le soumissionnaire atteste, en son nom et en celui de ses affiliés, qu'il respecte la clause concernant le Code de conduite et attestations, des instructions uniformisées. La documentation connexe mentionnée ci-après aidera le Canada à confirmer que les attestations sont véridiques. En présentant une soumission, le soumissionnaire atteste être informé, et que ses affiliés sont informés, du fait que le Canada pourra demander d'autres informations, attestations, formulaires de consentement et éléments prouvant son identité ou son éligibilité. Le Canada pourra aussi vérifier tous les renseignements fournis par le soumissionnaire, incluant les renseignements relatifs aux actions ou condamnations précisées aux présentes en faisant des recherches indépendantes, en utilisant des ressources du gouvernement ou en communiquant avec des tiers. Le Canada déclarera une soumission non recevable s'il constate que les renseignements demandés sont manquants ou inexacts, ou que les renseignements contenus dans les attestations précisées aux présentes s'avèrent être faux, à quelque égard que ce soit, après vérification par le Canada. Le soumissionnaire et ses affiliés devront également demeurer libres et quittes des actions ou condamnations précisées aux présentes pendant la période de tout contrat découlant de cette demande de soumissions.

Les soumissionnaires qui sont incorporés, incluant ceux soumissionnant à titre d'entreprise en coparticipation, doivent fournir avec leur soumission ou le plus tôt possible après le dépôt de celle-ci la liste complète des noms de tous les individus qui sont actuellement administrateurs du Soumissionnaire. Les soumissionnaires soumissionnant à titre d'entreprise à propriétaire unique, incluant ceux soumissionnant dans le cadre d'entreprise en coparticipation, doivent fournir le nom du propriétaire avec leur soumission ou le plus tôt possible après le dépôt de celle-ci. Les soumissionnaires soumissionnant à titre de sociétés, sociétés de personnes, entreprises ou associations de personnes n'ont pas à fournir de liste de noms. Si les noms requis n'ont pas été fournis par le temps où l'évaluation des soumissions est complétée, le Canada informera le soumissionnaire du délai à l'intérieur duquel l'information doit être fournie. À défaut de fournir ces noms dans le délai prévu, la soumission sera déclarée non recevable. Fournir les noms requis est une exigence obligatoire pour l'attribution d'un contrat.

Le Canada peut, à tout moment, demander à un soumissionnaire de fournir des formulaires de consentement dûment remplis et signés (Consentement à la vérification de l'existence d'un casier judiciaire - PWGSC-TPSGC 229) (<http://www.tpsgc-pwgsc.gc.ca/app-acq/forms/formulaires-forms-fra.html>) pour toute personne susmentionnée, et ce dans un délai précis. À défaut de fournir les formulaires de consentement dans le délai prévu, la soumission sera déclarée non recevable.

### **2. Attestations additionnelles préalables à l'attribution du contrat**

Les attestations reproduites à la pièce jointe numéro 1 à la partie 5, Attestations préalables à l'attribution du contrat, devraient être remplies et fournies avec la soumission mais elles peuvent être fournies plus tard. Si l'une de ces attestations n'est pas remplie et fournie tel que demandé, l'autorité contractante en informera le soumissionnaire et lui donnera un délai afin de se conformer aux exigences. Le défaut de répondre à la demande de l'autorité contractante et de se conformer aux exigences dans les délais prévus aura pour conséquence que la soumission sera déclarée non recevable.

## **PARTIE 6 - EXIGENCES EN MATIÈRE D'ASSURANCE**

### **1. Exigences en matière d'assurance**

Le soumissionnaire doit fournir une lettre d'un courtier ou d'une compagnie d'assurances autorisé à faire des affaires au Canada stipulant que le soumissionnaire, s'il obtient un contrat à la suite de la demande de soumissions, peut être assuré conformément aux exigences en matière d'assurance décrites à l'annexe C.

Si l'information n'est pas fournie dans la soumission, l'autorité contractante en informera le soumissionnaire et lui donnera un délai afin de se conformer à cette exigence. Le défaut de répondre à la demande de l'autorité contractante et de se conformer à l'exigence dans les délais prévus aura pour conséquence que la soumission sera déclarée non recevable.

## **PARTIE 7 - CLAUSES DU CONTRAT SUBSÉQUENT**

Les clauses et conditions suivantes s'appliquent à tout contrat subséquent découlant de la demande de soumissions et en font partie intégrante.

### **1. Énoncé des travaux**

L'entrepreneur doit exécuter les travaux conformément à l'énoncé des travaux qui se trouve à l'annexe A.

#### **1.1 Autorisation de tâches**

- (a) Une partie des travaux du contrat qui sont décrits à l'article 11.4 de l'annexe A, Énoncé des travaux, seront réalisés sur demande, au moyen d'une autorisation de tâches (AT). Les travaux décrits dans l'AT doivent être conformes à la portée du contrat.
- (b) L'obligation relative à tous travaux entrera en vigueur seulement lorsqu'une autorisation de tâche (AT) a été approuvée et délivrée conformément à la clause intitulée "Processus d'autorisation des tâches".
- (c) Puisque plus d'un contrat sera attribué dans le cadre du besoin, on transmettra une demande d'exécution de tâches pour les services d'enquêtes supplémentaires à l'article 11.4.3 de l'annexe A ou pour les services d'essais analytiques supplémentaires à l'article 11.4.4 de l'annexe A, à l'entrepreneur classé au premier rang pour ces services respectifs. Si l'entrepreneur pour les services respectifs confirme par écrit qu'il est incapable d'accomplir la tâche en raison d'engagements antérieurs au titre d'une assistance technique, la demande pour effectuer une tâche sera transmise à l'entrepreneur au deuxième rang. Ce processus se poursuivra jusqu'à ce que la tâche peut être effectuée par un autre entrepreneur. Si aucun entrepreneur ne peut exécuter la tâche, le Canada se réserve le droit d'acquérir le travail requis par d'autres moyens. Un entrepreneur peut aviser le responsable technique et l'autorité contractante par écrit qu'il n'est pas en mesure d'effectuer des tâches supplémentaires à la suite des engagements pris antérieurement en vertu d'un AT et aucune demande d'effectuer une tâche sera envoyée à cet entrepreneur jusqu'à ce que l'entrepreneur a donné un avis par écrit au responsable technique et l'autorité contractante qu'elle est disponible pour effectuer des tâches supplémentaires.

#### **1.2 Processus d'autorisation des tâches :**

- 1. Le responsable technique fournira à l'entrepreneur une description des tâches au moyen du « formulaire « Autorisation de tâches » de l'annexe D.
- 2. L'AT comprendra les détails des activités à exécuter, une description des produits à livrer et un calendrier indiquant les dates d'achèvement des activités principales ou les dates de livraison des produits livrables. L'AT comprendra également les bases et les méthodes de paiement applicables, comme le précise le contrat.
- 3. Dans les dix (10) jours civils suivant la réception de l'AT, l'entrepreneur doit fournir au responsable technique le coût total estimatif proposé pour l'exécution des tâches et une ventilation de ce coût, établie conformément à la Base de paiement du contrat.
- 4. L'entrepreneur ne doit pas commencer les travaux avant la réception de l'AT autorisée par le responsable technique. L'entrepreneur reconnaît que avant la réception d'une AT le travail effectué sera à ses propres risques.

#### **1.3 Limite d'autorisation de tâches**

Le responsable technique peut autoriser les autorisations de tâches individuelles jusqu'à une limite de \$100,000.00, taxe sur les produits et services ou taxe de vente harmonisée incluse, y compris toutes révisions.

Une autorisation de tâches qui dépasserait cette limite doit être recommandée par le responsable technique et autorisée par l'autorité contractante avant d'être émise.

#### **1.4 Autorisation de tâches - ordre de classement pour les services d'enquêtes supplémentaires**

\_\_\_ (*insérer le nombre*) contrats ont été attribués suite à la demande de soumissions de Travaux publics et Services gouvernement Canada (TPSGC) portant le numéro 054sq.39903-130313.

Voici l'ordre de classement des entrepreneurs classés au premier rang, en conformité avec le classement des taux pour l'article 11.4.3 de l'annexe A du contrat:

Premier rang : (*l'entrepreneur avec le taux le plus bas pour les services d'enquêtes supplémentaires*)

Deuxième rang : (*l'entrepreneur avec le deuxième taux le plus bas pour les services d'enquêtes supplémentaires*)

(*Insérer autant de lignes qu'il y a d'entrepreneurs*)

#### **1.5 Autorisation de tâches - ordre de classement pour les services d'essais analytiques supplémentaires**

\_\_\_ (*insérer le nombre*) contrats ont été attribués suite à la demande de soumissions de Travaux publics et Services gouvernement Canada (TPSGC) portant le numéro 054sq.39903-130313.

Voici l'ordre de classement des entrepreneurs classés au premier rang, en conformité avec le classement des taux pour l'article 11.4.4 de l'annexe A du contrat:

Premier rang : (*l'entrepreneur avec le taux le plus bas pour les services d'essais analytiques supplémentaires*)

Deuxième rang : (*l'entrepreneur avec le deuxième taux le plus bas pour les services d'essais analytiques supplémentaires*)

(*Insérer autant de lignes qu'il y a d'entrepreneurs*)

#### **1.6 Obligation du Canada - Portion des travaux réalisée au moyen d'autorisations de tâches**

L'obligation du Canada à l'égard de la portion des travaux qui est réalisée en vertu du contrat au moyen d'autorisations de tâches est limitée au montant total des tâches effectivement réalisées par l'entrepreneur.

#### **1.7 Rapports d'utilisation périodiques - Contrats avec autorisation de tâches**

L'entrepreneur doit compiler et tenir à jour des données sur les services fournis au gouvernement fédéral, conformément à l'autorisation de tâches approuvée émise dans le cadre du contrat.

L'entrepreneur doit fournir ces données conformément aux exigences d'établissement de rapports précisées ci-dessous. Si certaines données ne sont pas disponibles, la raison doit en être indiquée. Si aucun service n'a été fourni pendant une période donnée, l'entrepreneur doit soumettre un rapport portant la mention " NÉANT ".

Les données doivent être présentées tous les trimestres à l'autorité contractante.



Voici la répartition des trimestres :

premier trimestre : du 1er avril au 30 juin;  
deuxième trimestre : du 1er juillet au 30 septembre;  
troisième trimestre : du 1er octobre au 31 décembre;  
quatrième trimestre : du 1er janvier au 31 mars.

Les données doivent être présentées à l'autorité contractante dans les quinze (15) jours civils suivant la fin de la période de référence.

### **Exigence en matière de rapport - Explications**

Il faut tenir à jour un dossier détaillé de toutes les tâches approuvées pour chaque contrat avec une autorisation de tâches (AT). Le dossier peut comprendre (*l'autorité contractante peut modifier le texte, s'il y a lieu*) :

#### **Pour chaque AT autorisée:**

- (i) le numéro de la tâche autorisée ou le numéro de révision de la tâche;
- (ii) le titre ou une courte description de chaque tâche autorisée;
- (iii) le coût estimatif total précisé dans l'AT autorisée de chaque tâche, TPS ou TVH en sus;
- (iv) le montant total, TPS ou TVH en sus, dépensé jusqu'à maintenant pour chaque AT autorisée;
- (v) dates de début et de fin de chaque AT autorisée;
- (vi) l'état actuel de chaque AT autorisée, (s'il y a lieu).

#### **Pour toutes les AT autorisées:**

- (i) Le montant (TPS ou TVH en sus) précisé dans le contrat (selon la dernière modification, s'il y a lieu) de la responsabilité totale du Canada envers l'entrepreneur pour toutes les AT autorisées;
- (ii) le montant total, TPS ou TVH en sus, dépensé jusqu'à présent pour toutes les AT autorisées.

## **2. Clauses et conditions uniformisées**

Toutes les clauses et conditions identifiées dans le contrat par un numéro, une date et un titre sont reproduites dans le guide des Clauses et conditions uniformisées d'achat (<https://achatsetventes.gc.ca/politiques-et-lignes-directrices/guide-des-clauses-et-conditions-uniformisees-d-achat>) publié par Travaux publics et Services gouvernementaux Canada (TPSGC).

### **2.1 Conditions générales**

2035 (2012-11-19), Conditions générales - besoins plus complexes de services, s'appliquent au contrat et en font partie intégrante.

## **3. Durée du contrat**

### **3.1 Période du contrat**

La période du contrat est du 1er mai, 2013 au 30 avril, 2013 inclusivement.

### **3.2 Option de prolongation du contrat**

L'entrepreneur accorde au Canada l'option irrévocable de prolonger la durée du contrat pour au plus deux (2) période(s) supplémentaire(s) de une (1) année chacune, selon les mêmes conditions. Il est entendu avec l'entrepreneur que pendant la durée prolongée du contrat, il sera payé conformément aux dispositions applicables prévues à la base de paiement.

Le Canada peut exercer cette option à n'importe quel moment, en envoyant un avis écrit à l'entrepreneur au moins soixante (60) jours civils avant la date d'échéance du contrat. Cette option ne pourra être exercée que par l'autorité contractante et sera confirmée, pour des raisons administratives seulement, par une modification au contrat.

#### **4. Responsables**

##### **4.1 Autorité contractante**

L'autorité contractante pour le contrat est:

Gaëtane Dagenais  
Gestionnaire, Approvisionnements  
Travaux publics et Services gouvernementaux Canada  
Direction générale des approvisionnements  
Direction de l'approvisionnement en travaux scientifiques  
Place du Portage, Phase III, 11C1  
11, rue Laurier  
Gatineau (Québec)  
K1A 0S5

Téléphone : 819-956-1365  
Télécopieur : 819-997-2229  
Courriel: gaetane.dagenais@tpsgc-pwgsc.gc.ca

L'autorité contractante est responsable de la gestion du contrat, et toute modification doit être autorisée par écrit par l'autorité contractante. L'entrepreneur ne doit pas effectuer de travaux dépassant la portée du contrat ou des travaux qui n'y sont pas prévus, suite à des demandes ou instructions verbales ou écrites de toute personne autre que l'autorité contractante.

##### **4.2 Responsable technique**

Le responsable technique pour le contrat est:

Nom : \_\_\_\_\_  
Titre : \_\_\_\_\_  
Organisation : \_\_\_\_\_  
Adresse : \_\_\_\_\_

Téléphone: \_\_\_\_\_  
Télécopieur : \_\_\_\_\_  
Courriel : \_\_\_\_\_

Le responsable technique représente le ministère ou l'organisme pour lequel les travaux sont exécutés en vertu du contrat. Il est responsable de toutes les questions liées au contenu technique des travaux prévus dans le contrat. On peut discuter des questions techniques avec le responsable technique; cependant, celui-ci ne peut pas autoriser les changements à apporter à l'énoncé des travaux. De tels changements peuvent être effectués uniquement au moyen d'une modification au contrat émise par l'autorité contractante.

##### **4.3 Représentant de l'entrepreneur**

(À remplir ou à supprimer selon le cas)

#### **5. Paiement**

## 5.1 Base de paiement

L'entrepreneur sera remboursé pour les coûts qu'il a raisonnablement et convenablement engagés dans l'exécution des travaux, établis conformément à la base de paiement à l'annexe \_\_\_\_\_, jusqu'à une limitation des dépenses de \_\_\_\_\_\$ (*insérer le montant au moment de l'attribution du contrat*). Les droits de douane sont exclus et la taxe sur les produits et services ou la taxe de vente harmonisée est en sus, s'il y a lieu.

### 5.1.1 Base de paiement - Limitation des dépenses - Autorisation de tâches

La base de paiement suivante fera partie de l'autorisation de tâche (AT) approuvée. Le prix de la tâche sera établi conformément à la base de paiement à l'annexe B et comme suit.

L'entrepreneur sera remboursé pour les coûts qu'il a engagés raisonnablement et convenablement dans l'exécution des travaux décrits dans l'autorisation de tâches (AT) approuvée, comme ils ont été déterminés conformément à la base de paiement qui figure dans l'annexe B, jusqu'à la limite des dépenses indiquée dans l'AT approuvée.

La responsabilité du Canada envers l'entrepreneur en vertu de l'AT approuvée ne doit pas dépasser la limitation des dépenses indiquée dans l'AT approuvée. Les droits de douane sont inclus et la taxe sur les produits et services ou la taxe de vente harmonisée est en sus, s'il y a lieu.

Aucune augmentation de la responsabilité totale du Canada ou du prix des travaux précisés dans toute AT approuvée découlant de tout changement à la conception, ou de toute modification ou interprétation des travaux, ne sera autorisée ou payée à l'entrepreneur, à moins que ces changements à la conception, ces modifications ou ces interprétations n'aient été approuvés, par écrit, par l'autorité contractante avant d'être intégrés aux travaux.

## 5.2 Limitation des dépenses

1. La responsabilité totale du Canada envers l'entrepreneur en vertu du contrat ne doit pas dépasser la somme de \_\_\_\_\_ \$ (*le montant sera inséré au moment de l'attribution du contrat*). Les droits de douane sont inclus et la taxe sur les produits et services ou la taxe de vente harmonisée est en sus, s'il y a lieu.
2. Aucune augmentation de la responsabilité totale du Canada ou du prix des travaux découlant de tout changement de conception, de toute modification ou interprétation des travaux, ne sera autorisée ou payée à l'entrepreneur, à moins que ces changements de conception, modifications ou interprétations n'aient été approuvés, par écrit, par l'autorité contractante avant d'être intégrés aux travaux. L'entrepreneur n'est pas tenu d'exécuter des travaux ou de fournir des services qui entraîneraient une augmentation de la responsabilité totale du Canada à moins que l'augmentation n'ait été autorisée par écrit par l'autorité contractante. L'entrepreneur doit informer, par écrit, l'autorité contractante concernant la suffisance de cette somme :
  - a) lorsque 75 p. 100 de la somme est engagée, ou
  - b) quatre (4) mois avant la date d'expiration du contrat, ou
  - c) dès que l'entrepreneur juge que les fonds du contrat sont insuffisants pour l'achèvement des travaux,selon la première de ces conditions à se présenter.
3. Lorsqu'il informe l'autorité contractante que les fonds du contrat sont insuffisants, l'entrepreneur doit lui fournir par écrit une estimation des fonds additionnels requis. La présentation de cette information par l'entrepreneur n'augmente pas la responsabilité du Canada à son égard.

### **5.2.1 Limite des dépenses - Total cumulatif de toutes les autorisations de tâches**

1. La responsabilité totale du Canada envers l'entrepreneur dans le cadre du contrat pour toutes les autorisations de tâches autorisées, y compris toutes révisions, ne doit pas dépasser la somme de \_\_\_\_\_ \$. Les droits de douane sont inclus et la taxe sur les produits et services ou la taxe de vente harmonisée est en sus, s'il y a lieu.
2. Aucune augmentation de la responsabilité totale du Canada ne sera autorisée ou payée à l'entrepreneur, à moins qu'une augmentation ait été approuvée, par écrit, par l'autorité contractante.
3. L'entrepreneur doit informer, par écrit, l'autorité contractante concernant la suffisance de cette somme :
  - a) lorsque 75 p. 100 de la somme est engagée, ou
  - b) quatre (4) mois avant la date d'expiration du contrat, ou
  - c) dès que l'entrepreneur juge que la somme est insuffisante pour l'achèvement des travaux requis dans le cadre des autorisations de tâches, y compris toutes révisions,selon la première de ces conditions à se présenter.
4. Lorsqu'il informe l'autorité contractante que les fonds du contrat sont insuffisants, l'entrepreneur doit lui fournir par écrit une estimation des fonds additionnels requis. La présentation de cette information par l'entrepreneur n'augmente pas la responsabilité du Canada à son égard.

### **5.3 Modalités de paiement**

#### **5.3.1 Paiements mensuels**

Le Canada paiera l'entrepreneur chaque mois pour les travaux complétés pendant le mois visé par la facture conformément aux dispositions de paiement de l'autorisation de tâche et du contrat si :

- (a) une facture exacte et complète ainsi que tout autre document exigé par le contrat ont été soumis conformément aux instructions de facturation prévues au contrat;
- (b) tous ces documents ont été vérifiés par le Canada;
- (c) les travaux livrés ont été acceptés par le Canada.

#### **5.3.2 Paiements mensuels - Autorisation de tâches approuvées**

Selon les modalités de paiement précisées dans l'autorisation de tâche (AT), la clause suivante s'appliquera.

Le Canada paiera l'entrepreneur chaque mois pour les travaux complétés pendant le mois visé par la facture conformément aux dispositions de paiement de l'autorisation de tâche et du contrat si :

- (a) une facture exacte et complète ainsi que tout autre document exigé par le contrat ont été soumis conformément aux instructions de facturation prévues au contrat;
- (b) tous ces documents ont été vérifiés par le Canada;
- (c) les travaux livrés ont été acceptés par le Canada.

## **5.4 Clause du guide des CCUA**

A9117C (2007-11-30), T1204 - demande directe du ministère client

C0305C (2008-05-12), État des coûts

## **5.5 Vérification des échantillons et du temps**

L'analyse des échantillons facturés, le temps facturé pour les services de laboratoires, l'exactitude du système de consignation des échantillons et du système d'enregistrement du temps de l'entrepreneur sont assujetties à une vérification par le Canada, avant ou après le paiement de l'entrepreneur. Si la vérification est effectuée après paiement, l'entrepreneur devra rembourser, à la demande du Canada, tout paiement en trop.

## **6. Instructions relatives à la facturation**

- 6.1. L'entrepreneur doit soumettre ses factures conformément à l'article intitulé « Présentation des factures » des conditions générales. Les factures ne doivent pas être soumises avant que tous les travaux identifiés sur la facture soient complétés.

Chaque facture doit être appuyée par :

- (a) une copie de la vérification de l'échantillon pour corroborer la réalisation des tests;
- (b) une copie des formulaires de soumission d'échantillons et tout autre document précisé dans le contrat;
- (c) une copie des factures, reçus et tous les frais de déplacement et de subsistance, le cas échéant;
- (d) une copie du rapport mensuel.

- 6.2. Les factures doivent être distribuées comme suit :

- (a) Une (1) copie doit être présentée en format électronique au responsable technique responsable dont le nom apparaît sous l'en-tête « Responsables » du contrat pour certification et paiement. Les formats Microsoft Word, Adobe Reader (.pdf) sont acceptables.
- (b) Une (1) copie doit être présentée en format électronique à l'autorité contractante dont le nom apparaît sous l'en-tête « Responsables » du contrat. Les formats Microsoft Word, Adobe Reader (.pdf) sont acceptables.

## **7. Attestations**

### **7.1 Conformité**

Le respect des attestations et documentation connexe fournies par l'entrepreneur avec sa soumission est une condition du contrat et pourra faire l'objet d'une vérification par le Canada pendant toute la durée du contrat. En cas de manquement à toute déclaration de la part de l'entrepreneur, à fournir la documentation connexe ou encore si on constate que les attestations qu'il a fournies avec sa soumission comprennent de fausses déclarations, faites sciemment ou non, le Canada aura le droit de résilier le contrat pour manquement conformément aux dispositions du contrat en la matière.

## **7.2 Clauses du guide des CCUA**

A3060C (2008-05-12), Attestation du contenu canadien

## **8. Lois applicables**

Le contrat doit être interprété et régi selon les lois en vigueur en Ontario et les relations entre les parties seront déterminées par ces lois.

## **9. Ordre de priorité des documents**

En cas d'incompatibilité entre le libellé des textes énumérés dans la liste, c'est le libellé du document qui apparaît en premier sur la liste qui l'emporte sur celui de tout autre document qui figure plus bas sur la liste.

- a) les articles de la convention;
- b) les conditions générales \_\_\_\_\_ (inscrire le numéro, la date et le titre);
- c) l'Annexe A, Énoncé des travaux e) l'Annexe \_\_\_\_, Base de paiement;
- d) l'Annexe B, Base de paiement;
- e) l'Annexe C, Exigences en matière d'assurance;
- f) les autorisations de tâches signées (y compris toutes les annexes, s'il y a lieu);
- g) la soumission de l'entrepreneur datée du \_\_\_\_\_ (inscrire la date de la soumission)

## **10. Ressortissants étrangers (entrepreneur canadien)**

Clause du guide des CCUA A2000C (2006-06-16), Ressortissants étrangers (entrepreneur canadien)

## **11. Assurances**

L'entrepreneur doit respecter les exigences en matière d'assurance prévues à l'annexe C. L'entrepreneur doit maintenir la couverture d'assurance exigée pendant toute la durée du contrat. Le respect des exigences en matière d'assurance ne dégage pas l'entrepreneur de sa responsabilité en vertu du contrat, ni ne la diminue.

L'entrepreneur est responsable de décider si une assurance supplémentaire est nécessaire pour remplir ses obligations en vertu du contrat et pour se conformer aux lois applicables. Toute assurance supplémentaire souscrite est à la charge de l'entrepreneur ainsi que pour son bénéfice et sa protection.

L'entrepreneur doit faire parvenir à l'autorité contractante, dans les dix (10) jours suivant la date d'attribution du contrat, un certificat d'assurance montrant la couverture d'assurance et confirmant que la police d'assurance conforme aux exigences est en vigueur. L'assurance doit être souscrite auprès d'un assureur autorisé à faire affaire au Canada. L'entrepreneur doit, à la demande de l'autorité contractante, transmettre au Canada une copie certifiée de toutes les polices d'assurance applicables.

**PIÈCE JOINTE NUMÉRO 1 À LA PARTIE 3**  
**FICHE DE PRÉSENTATION DE LA SOUMISSION FINANCIÈRE**

Le soumissionnaire doit remplir la fiche de présentation de la soumission financière conformément aux dispositions ci-dessous et l'inclure dans sa soumission financière.

1. **Période du contrat (01-05-2013 au 30-04-2016) :**  
**Pour le prélèvement d'échantillons et les essais analytiques qui sont décrits aux articles 6, 7, 11.2 et 11.3 et aux tableaux 1 et 2 de l'Énoncé des travaux de l'annexe A :**

Les prix unitaires fermes tout compris par enquête indiqués ci-dessous, lorsque cités par le soumissionnaire, comprennent les coûts associés, mais sans s'y limiter, au prélèvement d'échantillons, au transport et à l'expédition, aux essais analytiques, aux produits livrables, aux photos, aux rapports, notamment aux rapports spéciaux et aux procédures de confirmation, selon le cas.

*\* Le nombre d'échantillons estimé n'est fourni qu'à des fins d'évaluation.*

Période du contrat										
	01-05-2013 au 30-04-2014				01-05-2014 au 30-04-2015			01-05-2015 au 30-04-2016		
Enquêtes	N <sup>bre</sup> d'échant. estimé*	Prix unitaire ferme tout compris par enquête	Sous- total (axb=c)	N <sup>bre</sup> d'échant. estimé*	Prix unitaire ferme tout compris par enquête	Sous-total (dxe=f)	N <sup>bre</sup> d'échant. estimé*	Prix unitaire ferme tout compris par enquête	Sous-total (gxh=i)	Total par enquête = (c+f+i = j)
	(a)	(b) (\$)	(c) (\$)	(d)	(e) (\$)	(f) (\$)	(g)	(h) (\$)	(i) (\$)	(j) (\$)
Acrylamide dans certains aliments	750			750			Non requis			
Aflatoxines dans certains aliments	750			1,000			1,000			
Espèces chimiques d'arsenic dans certains aliments	1,000			1,000			1,000			





2.

**Pour la période d'option 1 (01-05-2016 au 30-04-2017):**

**Pour le prélèvement d'échantillons et les essais analytiques qui sont décrits aux articles 6, 7, 11.2 et 11.3 et aux tableaux 1 et 2 de l'Énoncé des travaux de l'annexe A :**

Les prix unitaires fermes tout compris par enquête indiqués ci-dessous, lorsque cités par le soumissionnaire, comprennent les coûts associés, mais sans s'y limiter, au prélèvement d'échantillons, au transport et à l'expédition, aux essais analytiques, aux produits livrables, aux photos, aux rapports, notamment aux rapports spéciaux et aux procédures de confirmation, selon le cas.

**\* Le nombre d'échantillons estimé n'est fourni qu'à des fins d'évaluation.**

Enquêtes	Période d'option 1 (01-05-2016 au 30-04-2017)		
	N <sup>bre</sup> d'échant. estimé*	Prix unitaire ferme tout compris par enquête	Total par enquête (a x b = c)
	(a)	(b) (\$)	(c) (\$)
Acrylamide dans certaines aliments		Non requis	
Aflatoxines dans certains aliments	1,000		
Espèces chimiques d'arsenic dans certains aliments	1,000		
Coumarine dans certains aliments	750		
Colorants pour aliments dans certains aliments	1,000		
Fumonisines dans certains aliments	750		
Furanes (y compris 2-méthylfurane and 3-méthyl furane) dans les aliments traités à la chaleur	500		
Glycoalcaloïdes dans les pommes de terre		Non requis	
Mycotoxines multiples dans certains aliments	750		
PBDE multiples dans certains aliments	500		
Perchlorate dans certains aliments		Non requis	
PFOS/PFOA dans certains aliments	500		
Phthalates dans certains aliments	750		
Allergènes multiples dans des aliments préemballés	1,200		

Allergène unique dans des aliments préemballés	2,000	
--	-------	--

### 3. Pour la période d'option 2 (01-05-2017 to 30-04-2018)

**Pour le prélèvement d'échantillons et les essais analytiques qui sont décrits aux articles 6, 7, 11.2 et 11.3 et aux tableaux 1 et 2 de l'Énoncé des travaux de l'annexe A :**

Les prix unitaires fermes tout compris par enquête indiqués ci-dessous, lorsque cités par le soumissionnaire, comprennent les coûts associés, mais sans s'y limiter, au prélèvement d'échantillons, au transport et à l'expédition, aux essais analytiques, aux produits livrables, aux photos, aux rapports, notamment aux rapports spéciaux et aux procédures de confirmation, selon le cas.

**\* Le nombre d'échantillons estimé n'est fourni qu'à des fins d'évaluation.**

		Période d'option 2 (01-05-2017 au 30-04-2018)	
Enquêtes	N <sup>b</sup> re d'échant. estimé*	Prix unitaire ferme tout compris par enquête (b) (\$)	Total par enquête (a x b=c) (c) (\$)
Acrylamide dans certaines aliments			Non requis
Aflatoxines dans certains aliments	1,000		
Espèces chimiques d'arsenic dans certains aliments	1,000		
Coumarine dans certains aliments	750		
Colorants pour aliments dans certains aliments	1,000		
Furonisines dans certains aliments	750		
Furanes (y compris 2-méthylfurane et 3-méthyl furane) dans les aliments traités à la chaleur	500		
Glycoalcaloïdes dans les pommes de terre			Non requis
Mycotoxines multiples dans certains aliments	750		
PBDE multiples dans certains aliments	500		
Perchlorate dans certains aliments			Non requis
PFOS/PFOA dans certains aliments	500		



[illegible]

**5. Pour les services de témoignage d'expert sur demande, tel que décrit à l'article 11.4.2 de l'Énoncé des travaux de l'annexe A :**  
 Les taux journaliers fermes tout compris indiqués ci-dessous, lorsque cités par le soumissionnaire, comprennent les frais généraux et les bénéfices.

*\* Le nombre d'échantillons estimé n'est fourni qu'à des fins d'évaluation.*

Nombre de jours estimé par an *	Période du contrat 01-05-2013 au 30-04-2014		Période du contrat 01-05-2014 au 30-04-2015		Période du contrat 01-05-2015 au 30-04-2016		Période d'option 1 01-05-2016 au 30-04-2017		Période d'option 2 01-05-2017 au 30-04-2018	
	Taux journalier <sup>1</sup> ferme tout compris par enquête	Sous-total (a x b= c)	Taux journalier <sup>1</sup> ferme tout compris par enquête	Sous-total (a x d= e)	Taux journalier <sup>1</sup> ferme tout compris par enquête	Sous-total (a x f= g)	Taux journalier <sup>1</sup> ferme tout compris par enquête	Sous-total (a x h= i)	Taux journalier <sup>1</sup> ferme tout compris par enquête	Sous-total (a x j= k)
(a)	(b) (\$)	(c) (\$)	(d) (\$)	(e) (\$)	(f) (\$)	(g) (\$)	(h) (\$)	(i) (\$)	(j) (\$)	(k) (\$)
1										
Total pour 5. = (c + e + g + i + k)										

<sup>1</sup>Définition d'un jour / Calcul proportionnel: Une journée est définie à 7,5 heures, à l'exclusion des pauses-repas. Le paiement sera effectué pendant des jours effectivement travaillés sans provision pour les congés annuels, les jours fériés et les congés de maladie. Temps de travail (jours travaillés, dans la formule ci-dessous) qui est moins d'une journée sera calculé au prorata pour tenir compte du temps de travail effectif conformément à la formule suivante:

Jour de travail = heures travaillées  
 7,5 heures par jour

6. Pour les services d'enquêtes supplémentaires, sur demande, tel que décrites aux articles 11.4.3, 11.2 et 11.3 de l'Énoncé des travaux de l'annexe A :

Les taux horaires fermes tout compris indiqués ci-dessous, lorsque cités par le soumissionnaire, comprennent les coûts associés, mais sans s'y limiter, au prélèvement d'échantillons, au transport et à l'expédition, aux essais analytiques, aux produits livrables, aux photos, aux rapports, notamment aux rapports spéciaux et aux procédures de confirmation, selon le cas.

\* Le nombre d'échantillons estimé n'est fourni qu'à des fins d'évaluation.

Période du contrat				Période d'option 1			Période d'option 2		
Nombre d'heures estimé pendant la période du contrat *	01-05-2013 au 30-04-2014	01-05-2014 au 30-04-2015	01-05-2015 au 30-04-2016	01-05-2016 au 30-04-2017			01-05-2017 au 30-04-2018		
	Taux horaire ferme tout compris (a x b = c) (b) (\$)	Taux horaire ferme tout compris (a x d = e) (d) (\$)	Sous-total (a x f = g) (f) (\$)	Nombre d'heures estimé pendant la période d'option 1* (h)	Taux horaire ferme tout compris (i) (\$)	Sous-total (h x i = j) (j) (\$)	Nombre d'heures estimé pendant la période d'option 2* (k)	Taux horaire ferme tout compris (l) (\$)	Sous-total (k x l = m) (m) (\$)
(a)	(b) (\$)	(d) (\$)	(f) (\$)	(h)	(i) (\$)	(j) (\$)	(k)	(l) (\$)	(m) (\$)
1000				300			300		
Total pour 6. = (c + e + g + j + m)									

7. Pour les services d'essais analytiques supplémentaires, sur demande, tel que décrites aux articles 11.4.4, 11.2 et 11.3 de l'Énoncé des travaux de l'annexe A :

Les taux horaires fermes tout compris indiqués ci-dessous, lorsque cités par le soumissionnaire, comprennent les coûts associés, mais sans s'y limiter, aux essais analytiques, aux produits livrables, aux photos, aux rapports, notamment aux rapports spéciaux et aux procédures de confirmation, selon le cas.

\* Le nombre d'échantillons estimé n'est fourni qu'à des fins d'évaluation.

Période du contrat	Période d'option 1	Période d'option 2
--------------------	--------------------	--------------------



**PIÈCE JOINTE NUMÉRO 1 À LA PARTIE 4  
CRITÈRES TECHNIQUES OBLIGATOIRES**

<b>Point</b>	<b>Désignation</b>	<b>Atteint</b>	<b>Non-atteint</b>
<b>CO1</b>	<p>Pour la collecte d'échantillon, le soumissionnaire et (ou) les sous-traitants proposés, doit démontrer qu'il possède une installation au Canada.</p> <p>Pour les analyses en laboratoire, le soumissionnaire doit démontrer qu'il possède un laboratoire au Canada offrant des essais analytiques accrédités par le Conseil canadien des normes (CCN) dans le domaine de spécialité de programme relative aux produits agricoles et alimentaires, ou accrédités par la Canadian Association of Laboratory Accreditation (CALA) en ce qui concerne les analyses des aliments. Il doit fournir une copie du certificat d'accréditation du CCN et/ou de la CALA.</p>		
<b>CO2</b>	<p>Le soumissionnaire doit présenter une copie contrôlée <sup>1</sup> de ses méthodes analytiques et de la procédure opératoire normalisée (PON) relative au dépistage des agents dangereux mentionnés à l'appendice I de l'annexe A, lesquelles doivent respecter les critères CO2.1 ou CO2.2 :</p> <p><b>CO2.1</b> Les méthodes analytiques doivent être accréditées par le CCN ou la CALA pour les échantillons d'aliments. Afin de démontrer son accréditation, le soumissionnaire doit :</p> <p><b>CO2.1.1</b> Identifier la PON par son titre et le n° de PON, le cas échéant;</p> <p><b>OU</b></p> <p><b>CO2.1.2</b> Si la méthode est accréditée par le CCN ou la CALA, mais que l'accréditation n'est pas encore été affichée sur leur site Web au moment de la soumission, le soumissionnaire doit fournir une lettre signée par l'organisme d'accréditation à cet effet (référer à l'article 6.3 de l'Énoncé des travaux).</p> <p><b>OU</b></p> <p><b>CO2.2</b> Si le CCN ou la CALA n'a pas encore accrédité la méthode, le soumissionnaire doit fournir des documents de validation suffisants</p>		



	afin de démontrer son acceptabilité vis-à-vis de la vingtième édition du manuel de procédure de la COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS <a href="ftp://ftp.fao.org/codex/Publications/ProcManuels/Manual_20e.pdf">ftp://ftp.fao.org/codex/Publications/ProcManuels/Manual_20e.pdf</a> Tableau 1 : Lignes directrices sur l'établissement des valeurs numériques des critères, à la page 66.		
<b>CO3</b>	<p>En ce qui concerne les analyses d'allergènes, le soumissionnaire doit démontrer qu'il peut respecter la limite de détection (LD) publiée par le fournisseur de la trousse d'analyses.</p> <p><b>CO3.1</b> Fournir les données d'extension de la matrice ou de la validation entière de la matrice pour démontrer les limites valides de détection de la matrice des trousse d'analyses d'allergènes pour les sachets d'assaisonnement, les sauces à cuisson et les bases de bouillon de poulet.</p>		
<b>CO4</b>	Le soumissionnaire doit présenter des méthodes analytiques qui respectent les critères obligatoires concernant la LD et la limite de quantification (LQ) qui sont indiqués à l'appendice I de l'annexe A, Méthodes de référence et critères. Afin de démontrer la conformité, la copie contrôlée <sup>1</sup> de la PON d'une analyse donnée qui est soumise doit indiquer clairement que les critères obligatoires sont respectés et préciser clairement la LD et la LQ qui sont indiquées au tableau 5, Grille d'évaluation technique pour tous les analytes dosés au moyen de la méthode analytique, conformément à la matrice des échantillons spécifiques, préférentiellement la matrice recommandée. Ajouter d'autres rangs si vous avez validé plus d'une matrice pour les méthodes.		
<b>CO5</b>	Le soumissionnaire doit pouvoir mener à bien les analyses des agents dangereux faisant l'objet de la soumission. Afin de démontrer sa capacité, le soumissionnaire doit fournir des informations sur les instruments employés et le débit de traitement hebdomadaire au moyen du <b>tableau 5</b> Grille d'évaluation technique des agents dangereux faisant l'objet de la soumission.		

<b>CO6</b>	<p>Le soumissionnaire et (ou) les traitants doit démontrer qu'il peut offrir un service de collecte des échantillons dans les six (6) régions métropolitaines qui sont indiquées au paragraphe 7.1.2. de l'annexe A, Énoncé des travaux. À cette fin, le soumissionnaire, et (ou) les sous-traitants proposés, doit fournir :</p> <p><b>CO6.1</b> Une copie contrôlée<sup>1</sup> des PON notamment pour la collecte, la manutention, l'expédition, la réception et la vérification des échantillons selon l'appendice II, IV et V de l'annexe A, l'Énoncé des travaux.</p> <p><b>CO6.2</b> L'adresse physique et des photos avant l'expédition dans chaque région métropolitaine.</p> <table><tr><th>Ville</th><th>Adresse<sup>2</sup> et emplacement<sup>2</sup></th></tr><tr><td>Calgary</td><td></td></tr><tr><td>Halifax</td><td></td></tr><tr><td>Montreal</td><td></td></tr><tr><td>Ottawa</td><td></td></tr><tr><td>Toronto</td><td></td></tr><tr><td>Vancouver</td><td></td></tr></table>	Ville	Adresse <sup>2</sup> et emplacement <sup>2</sup>	Calgary		Halifax		Montreal		Ottawa		Toronto		Vancouver		
Ville	Adresse <sup>2</sup> et emplacement <sup>2</sup>															
Calgary																
Halifax																
Montreal																
Ottawa																
Toronto																
Vancouver																
<b>CO7</b>	<p>Le soumissionnaire doit démontrer qu'il peut fournir des installations d'entreposage adéquates pour la conservation des échantillons à la réception au Laboratoire comme suit :</p> <p><b>CO7.1</b> Le soumissionnaire doit avoir un système de surveillance de la température dans ses installations conformément à l'appendice V de l'annexe A, Critères relatifs à l'entreposage et à l'expédition des échantillons. Afin de le démontrer, le soumissionnaire doit fournir une copie des relevés de température récente de l'installation d'entreposage.</p> <p><b>CO7.2</b> Le soumissionnaire doit démontrer que les installations d'entreposage au laboratoire peuvent accommoder le volume de matériaux échantillonnés qui est prévu au tableau 1, Lignes directrices sur les échantillons d'enquête de l'annexe A, Énoncé des travaux. Afin de le démontrer, le soumissionnaire doit fournir l'emplacement, des photos</p>															

	des installations d'entreposage et les informations suivantes :					
		Température ambiante	Sous réfrigération	Sous congélation		
	Adresse et détails de l'emplacement <sup>2</sup>					
	Capacité <sup>3</sup> (en pi <sup>3</sup> )					

- 1-

Une copie contrôlée est une copie de PON qui est signée et datée par la personne d'assurance qualité.
- 2-

L'adresse et détails de l'emplacement doivent être fournies, p. ex. L'adresse et la rue et le numéro de local. Veuillez énumérer tous les emplacements, s'il en existe plus d'un.
- 3-

Toutes les capacités d'entreposage doivent être en pi<sup>3</sup> et plus grand que zero (0). La capacité totale d'entreposage exigée dans une ville doit être au minimum de 100 pi<sup>3</sup>.

**Tableau 5 Grille d'évaluation technique (Paramètres de la méthode)**

<b>Agents dangereux</b>	<b>Matrice recommandée pour l'évaluation</b>	<b>Étalon de référence utilisé<sup>1</sup></b>	<b>Analyte(s) concerné(s)</b>	<b>LD<sup>2</sup> / LQ<sup>2</sup></b>	<b>Plage d'étalonnage</b>	<b>Instrumentation primaire et secondaire<sup>3</sup></b>	<b>Matrices actuellement validées</b>	<b>Matrices devant être validées</b>	<b>Débit de traitement hebdomadaire prévu</b>
Exemple de danger	Biscuits	NIST RSM 2387	Analyte A Analyte B	1/5 ppb 2/6 ppb	2,5 – 20 ppb 2,5 – 20 ppb	LC-MS/MS / GC-ECD	Pouding, Jello, Biscuits	Sucreries	2 séries de 20 échantillons
Acrylamide	Olives		Acrylamide						
Aflatoxines	Pistaches		Aflatoxine B1						
			Aflatoxine B2						
			Aflatoxine G1						
			Aflatoxine G2						
Spéciation de l'arsenic	Algues		AS 3+						
			DMA						
			MMA						
			AS 5+						
Coumarine	Céréales pour petit déjeuner sans cannelle		Coumarine						
Colorants alimentaires	Boissons énergisantes (par ex. Redbull)		jaune soleil FCF						
			Amarante						
			carmin d'indigo						
			vert solide FCG						
			Bleu brillant FCF						
			Rouge allura						
			Ponceau SX						
			Erythrosine B, Ponceau 4R						
			Azorubine						
			Vert de lissamine						
Fumonisines	Quinoa ou céréale à base d'orge		Bleu patenté violet						
			Rhodamine B						
			Fumonisine B1						
			Fumonisine B2						

Agents dangereux	Matrice recommandée pour l'évaluation	Étalon de référence utilisé <sup>1</sup>	Analyte(s) concerné (s)	LD <sup>2</sup> / LQ <sup>2</sup>	Plage d'étalonnage	Instrumentation primaire et secondaire <sup>3</sup>	Matrices actuellement validées	Matrices devant être validées	Débit de traitement hebdomadaire prévu
Furanes	Bretzels		Furane 2-méthyle						
			Furane 3-méthyle						
Glycoalcaloïdes	Tubercules de pommes de terre fraîches		Solanine						
			Chaconine						
Analyse multi-mycotoxines	Craquelins à base de grains		AFB1						
			AFB2						
			AFG1						
			AFG2						
			STE						
			CPA						
			OTA						
			DON						
			NIV						
			FUS-X						
			3-AcDON						
			15-AcDON						
			NEO						
			DAS						
			HT-2						
			T-2						
			FB1						
			FB2						
			FB3						
			ZEA						
			α-ZOL						
			β-ZOL						
			ergocristine						
			ergocryptine						
			ergosine						
PBDE	Beurre de noix		BDE-17,						
			BDE-28						
			BDE-47						
			BDE-66						
			BDE-77						

Agents dangereux	Matrice recommandée pour l'évaluation	Étalon de référence utilisé <sup>1</sup>	Analyte(s) concerné(s)	LD <sup>2</sup> / LQ <sup>2</sup>	Plage d'étalonnage	Instrumentation primaire et secondaire <sup>3</sup>	Matrices actuellement validées	Matrices devant être validées	Débit de traitement hebdomadaire prévu
			BDE-85						
			BDE-99						
			BDE-100						
			BDE-138						
			BDE-153						
			BDE-154						
			BDE-183						
			BDE-209						
Perchlorate	Cantaloup		Perchlorate						
SPFO/APFO	Maïs soufflé pour micro-ondes		SPFO						
			APFO						
Phthalates	Préparation pour nourrissons		BBP						
			DBP						
			DEHP						
			DNOP						
			DINP						
			DIDP						
Allergènes	Collation (mélange de noix) sans présence d'amande déclarée		Amandes						
	Craquelins sans présence de substance laitière déclarée		BLG						
	Craquelins sans présence de substance laitière déclarée		Caséine						
	Barre céréalière sans présence d'œuf déclarée		Œuf						

Agents dangereux	Matrice recommandée pour l'évaluation	Étalon de référence utilisé <sup>1</sup>	Analyte(s) concerné (s)	LD <sup>2</sup> / LQ <sup>2</sup>	Plage d'étalonnage	Instrumentation primaire et secondaire <sup>3</sup>	Matrices actuellement validées	Matrices devant être validées	Débit de traitement hebdomadaire prévu
	Craquelins sans présence de gluten déclarée		Gluten						
	Barre céréalière sans présence de noisette déclarée		Noisette						
	Sauces sans présence de moutarde déclarée		Moutarde						
	Collation (avec amandes) sans présence d'arachide déclarée		Arachide						
	Bagels sans présence de sésame déclarée		Sésame						
	Sauces sans présence de soya déclarée		soya						

1. Fournir un certificat d'analyse du matériel de référence. Si le matériel de référence certifié n'est pas disponible dans le commerce, fournir des précisions sur le matériel utilisé.
2. Pour démontrer que les critères relatifs à la LD/LQ peuvent être respectés par la méthode proposée, le soumissionnaire doit fournir un chromatogramme (ou les lectures dans le cas de la méthode ELISA) fortifié à la LD et à la LQ à l'intérieur de la matrice spécifiée ainsi qu'une matrice représentative à blanc.
3. Fournir des informations sur les autres trousseaux d'analyse employées pour les méthodes d'analyses des allergènes.

## PIÈCE JOINTE NUMÉRO 2 À LA PARTIE 4 EVALUATION DU PRIX

Les soumissions financières présentées en réponse à cette demande de soumission seront évaluées conformément aux sections A, B, et C ci-dessous :

**Lorsque les prix unitaires fermes ne sont pas requis, 0,00 \$ est utilisé pour fin d'évaluation**

**A. Le prix d'évaluation pour chaque enquête sera calculé comme suit :**

**1: Période du contrat**

**(a) 05/01/2013 au 30-04-2014**

Sous-total = multiplication des prix unitaires fermes tout compris pour chaque enquête par le nombre estimé d'échantillons tel que stipulé dans la fiche de présentation de la soumission financière

Total pour chaque enquête au point 1(a) = Somme des sous-totaux par enquête

**(b) 01-05-2014 au 30-04-2015**

Sous-total = multiplication des prix unitaires fermes tout compris pour chaque enquête par le nombre estimé d'échantillons tel que stipulé dans la fiche de présentation de la soumission financière

Total pour chaque enquête au point 2. = Somme des sous-totaux par enquête

**(c) 01-05-2015 au 30-04-2016**

Sous-total = multiplication des prix unitaires fermes tout compris pour chaque enquête par le nombre estimé d'échantillons tel que stipulé dans la fiche de présentation de la soumission financière

Total pour chaque enquête au point 3. = Somme des sous-totaux par enquête pour la période contractuelle

**2. Période optionnelle 1 (05/01/2016 à 30-04-2017)**

Sous-total = multiplication des prix unitaires fermes tout compris pour chaque enquête par le nombre estimé d'échantillons tel que stipulé dans la fiche de présentation de la soumission financière

Total pour chaque enquête au point 4. = Somme des sous-totaux par enquête pour la période optionnelle 1

**3. Période optionnelle 2 (05/01/2017 à 30-04-2018)**

Sous-total = multiplication des prix unitaires fermes tout compris pour chaque enquête par le nombre estimé d'échantillons tel que stipulé dans la fiche de présentation de la soumission financière

Total pour chaque enquête au point 5. = Somme des sous-totaux par enquête pour la période optionnelle 2

**4. Enquêtes optionnelles :**



Sous-total = multiplication des prix unitaires fermes tout compris pour chaque enquête pour chacune des 3 périodes contractuelles et pour chacune des 2 périodes optionnelles, par le nombre estimé d'échantillons tel que stipulé dans la fiche de présentation de la soumission financière

Total pour chaque enquête au point 4. = Somme des sous-totaux par enquête pour la période contractuelle et les 2 périodes optionnelles

**5. Pour les services de témoignage d'expert :**

Sous-totaux: en multipliant le taux de ferme tout compris par jour pour la période contractuelle et chacune des périodes optionnelles, par le nombre estimé de jours stipulé dans la fiche de présentation de la soumission financière

Total au point 5. = Somme des totaux des témoignages d'experts pour la période contractuelle et les 2 périodes optionnelles

**Prix total évalué pour les points 1. à 5. pour chaque enquête pour toutes les périodes :**

Total du point 1. pour chaque enquête + Total du point 2. pour chaque enquête + Total du point 3. pour chaque enquête + Total du point 4 pour chaque enquête + Total du point 5. pour les services de témoignage d'expert

(TPS / TVH en sus)

**Exemple A. : Soumissionnaire A**

***Le soumissionnaire a soumis une soumission et le prix total évalué pour les points 1. à 5 relativement à l'acrylamide dans certains aliments et pour les services de témoignage d'expert est calculé comme suit :***

**Pour la période du contrat (05/01/2013 au 30-04-2016)**

Période du contrat											
	01-05-2013 au 30-04-2014			01-05-2014 au 30-04-2015			01-05-2015 au 30-04-2016				
Enquêtes	N <sup>pre</sup> d'échant. estimé*	Prix unitaire ferme tout compris par enquête	Sous-total (axb=c)	N <sup>pre</sup> d'échant. estimé*	Prix unitaire ferme tout compris par enquête	Sous-total (dxe=f)	N <sup>pre</sup> d'échant. estimé*	Prix unitaire ferme tout compris par enquête	Sous-total (gxh=i)	Total par enquête = (c+f+i = j)	
	(a)	(b)	(c)	(d)	(e)	(f)	(g)	(h)	(i)	(j)	

Acrylamide dans certains aliments	750	\$40.00	750 x \$40.00 = \$30,000.00	750	\$41.00	750 x \$41.00 - \$30,500.00	Non requis	\$60,750.00
---	-----	---------	-----------------------------------	-----	---------	--------------------------------	------------	-------------

**Total pour l'acrylamide dans certains aliments au point 1. = \$60,750.00**

**2. Pour la période d'option 1 (01-05-2016 au 30-04-2017) :**

L'acrylamide dans certains aliments : Non requis

Pas de prix unitaires fermes requis : \$ 0.00 est utilisé

**3. Pour la période d'option 2 (01-05-2017 au 30-04-2018) :**

L'acrylamide dans certains aliments : Non requis

Pas de prix unitaires fermes requis : \$ 0.00 est utilisé

**4. Pour les enquêtes optionnelles**

L'acrylamide dans certains aliments : Non requis

Pas de prix unitaires fermes requis : \$ 0.00 est utilisé

**5. Pour les services de témoignage d'expert (pour chaque enquête) :**

	Période du contrat 01-05-2013 au 30-04-2014	Période du contrat 01-05-2014 au 30-04-2015	Période du contrat 01-05-2015 au 30-04-2016	Période d'option 1 01-05-2016 au 30-04-2017	Période d'option 2 01-05-2017 au 30-04-2018
--	--	--	--	--	--

Nombre de jours estimés par an	Taux journalier ferme tout compris par enquête	Sous-total (a x b= c)	Taux journalier ferme tout compris par enquête	Sous-total (a x d= e)	Taux journalier ferme tout compris par enquête	Sous-total (a x f= g)	Taux journalier ferme tout compris par enquête	Sous-total (a x h= i)	Taux journalier ferme tout compris par enquête	Sous-total (a x j= k)
(a)	(b)	(c)	(d)	(e)	(f)	(g)	(h)	(i)	(j)	(k)
1	\$235.00	1 x \$325.00 = \$325.00	\$330.00	1 x 330.00 = \$330.00	\$335.00	1 x \$335.00 = \$335.00	\$340.00	1 x \$340.00 = \$340.00	\$345.00	1 x \$345.00 = \$345.00
<b>Total pour 5. = (c + e + g + i + k) = \$325.00 + \$330.00 + \$340.00 + \$345.00 = \$1,340.00</b>										

Le prix total évalué pour l'enquête aux points 1. à 5. est : 60,750.00 \$ + \$ 0.00 +\$ 0.00 + \$ 0.00 + \$ 0.00 + \$ 1 340.00 \$ = \$ 62,090.00

La sélection se fera conformément à l'article 2. Méthode de sélection, Partie 4 - Procédures d'évaluation et Méthode de sélection de la Demande de soumission.

**B. Le prix évalué pour les services d'enquêtes supplémentaires sera calculé comme suit:**

**1. Pour les services d'enquêtes supplémentaires :**

Sous-totaux: en multipliant le taux horaire ferme tout compris pour chacune des 3 périodes contractuelles et chacune des 2 périodes optionnelles, par le nombre estimé de jours dans la fiche de présentation de la soumission financière

**Total au point B.1. = Somme des totaux pour les services d'enquêtes supplémentaires pour chacune des 3 périodes contractuelles et chacune des 2 périodes optionnelles**

Prix total évalué pour le point B.1. pour les services d'enquêtes supplémentaires pour toutes les périodes

**Total au point B.1. pour les enquêtes supplémentaires pour les 3 périodes contractuelles et les 2 périodes optionnelles TPS / TVH en sus**

**Le soumissionnaire a soumis une soumission et le prix total évalué pour les services d'enquêtes supplémentaires sera calculé comme suit :**

**Le prix total évalué pour le point B.1. pour les services d'enquêtes supplémentaires est : \$ 149,000.00**

**C. 1. Le prix évalué pour les services d'essais analytiques supplémentaires sera calculé comme suit :**

Sous-totaux: en multipliant le taux horaire ferme tout compris pour chacune des 3 périodes contractuelles et chacune des 2 périodes optionnelles, par le nombre estimé de jours dans la fiche de présentation de la soumission financière

Total au point B.1. = Somme des totaux pour les essais analytiques supplémentaires pour chacune des 3 périodes contractuelles et chacune des 2 périodes optionnelles

Prix total évalué pour le point B.1. pour les essais analytiques supplémentaires pour toutes les périodes

Total au point B.1. pour les services d'essais analytiques supplémentaires pour les 3 périodes contractuelles et les 2 périodes optionnelles  
TPS / TVH en sus

Exemple C. : Soumissionnaire A

*Le soumissionnaire a soumis une soumission et le prix total évalué pour les services d'essais analytiques supplémentaires est calculé comme suit :*

Période du contrat						Période d'option 1			Période d'option 2			
Nombre d'heures estimées	01-05-2013 au 30-04-2014		01-05-2014 au 30-04-2015		01-05-2015 au 30-04-2016		01-05-2016 au 30-04-2017		01-05-2017 au 30-04-2018			
	Taux horaire ferme tout compris	Sous-total (a x b= c)	Taux horaire ferme tout compris	Sous - total (a x d= e)	Taux horaire ferme tout compris	Sous - total (a x f= g)	Nombre d'heures estimées pendant la période d'option 1	Taux horaire ferme tout compris	Sous - total (h x i = j)	Nombre d'heures estimées pendant la période d'option 2	Taux horaire ferme tout compris	Sous - total (k x l = m)
	(a)	(b)	(c)	(d)	(e)	(f)	(g)	(h)	(i)	(j)	(k)	(l)
25	\$30.00	25 x \$30.00 = \$750.00	\$31.00	25 x \$31.00 = \$775.00	\$32.00	25 x \$32.00 = \$800.00	25	\$33.00	25 x \$33.00 = \$825.00	25	\$34.00	25 x \$34.00 = \$850.00
Total pour C.1 = (c+ e + g + j + m) = \$750.00 +\$775.00 + \$800.00 + \$825.00 + \$850.00 = \$4,000.00												

Le prix total évalué pour le point C.1. pour les services d'essais analytiques supplémentaires est : \$ 4,000.00

La sélection se fera conformément à l'article 2. Méthode de sélection, Partie 4 - Procédures d'évaluation et Méthode de sélection de la Demande de soumission.

## PIÈCE JOINTE NUMÉRO 1 DE LA PARTIE 5

### ATTESTATIONS PRÉALABLES À L'ATTRIBUTION DU CONTRAT

#### 1. Programme de contrats fédéraux pour l'équité en matière d'emploi - Attestation

##### 1.1 Programme de contrats fédéraux - 200000\$ ou plus

1. En vertu du Programme de contrats fédéraux (PCF), certains fournisseurs, y compris un fournisseur qui est membre d'une coentreprise, soumissionnant pour des contrats du gouvernement fédéral d'une valeur de 200 000 \$ ou plus (incluant toutes les taxes applicables) doivent s'engager officiellement à mettre en oeuvre un programme d'équité en matière d'emploi. Il s'agit d'une condition préalable à l'attribution du contrat. Si le soumissionnaire, ou, si le soumissionnaire est une coentreprise et qu'un membre de la coentreprise, est assujéti au PCF, la preuve de son engagement doit être fournie avant l'attribution du contrat.

Les fournisseurs qui ont été déclarés entrepreneurs non admissibles par Ressources humaines et Développement des compétences Canada (RHDCC) n'ont plus le droit d'obtenir des contrats du gouvernement au-delà du seuil prévu par le Règlement sur les marchés de l'État pour les demandes de soumissions. Les fournisseurs peuvent être déclarés entrepreneurs non admissibles soit parce que RHDCC a constaté leur non-conformité ou ils se sont retirés volontairement du PCF pour une raison autre que la réduction de leur effectif à moins de 100 employés. Toute soumission présentée par un entrepreneur non admissible, y compris une soumission présentée par une coentreprise dont un membre est un entrepreneur non admissible, sera déclarée non recevable.

2. Si le soumissionnaire n'est pas visé par les exceptions énumérées aux paragraphes 3.a) ou b) ci-dessous, ou qu'il n'a pas de numéro d'attestation valide confirmant son adhésion au PCF, il doit télécopier (819-953-8768) un exemplaire signé du formulaire LAB 1168, Attestation d'engagement pour la mise en oeuvre de l'équité en matière d'emploi, à la Direction générale du travail de RHDCC.
3. Le soumissionnaire, ou, si le soumissionnaire est une coentreprise le membre de la coentreprise, atteste comme suit sa situation relativement au PCF :

Le soumissionnaire ou le membre de la coentreprise :

a) ( ) n'est pas assujéti au PCF, puisqu'il compte un effectif de moins de 100 employés permanents à temps plein ou à temps partiel, et/ou des employés temporaires ayant travaillé 12 semaines ou plus au Canada;

b) ( ) n'est pas assujéti au PCF, puisqu'il est un employeur réglementé en vertu de la Loi sur l'équité en matière d'emploi, L.C. 1995, ch. 44;

c) ( ) est assujéti aux exigences du PCF, puisqu'il compte un effectif de plus de 100 employés permanents à temps plein ou à temps partiel, et/ou des employés temporaires ayant travaillé 12 semaines ou plus au Canada, mais n'a pas obtenu de numéro d'attestation de RHDCC puisqu'il n'a jamais soumissionné pour des contrats de 200 000 \$ ou plus. Dans ce cas, une attestation d'engagement dûment signée est jointe;

d) ( ) est assujéti au PCF et possède un numéro d'attestation valide, à savoir le numéro : \_\_\_\_\_ (c.-à-d. qu'il n'a pas été déclaré entrepreneur non admissible par RHDCC).

Des renseignements supplémentaires sur le PCF sont offerts sur le site Web de RHDC (http://www.rhdcc.gc.ca/fra/travail/egalite/pcf/index.shtml).

## **2. Attestation pour ancien fonctionnaire**

Les contrats attribués à des anciens fonctionnaires qui touchent une pension ou qui ont reçu un paiement forfaitaire doivent résister à l'examen scrupuleux du public et constituer une dépense équitable des fonds publics. Afin de respecter les politiques et les directives du Conseil du Trésor sur les contrats avec des anciens fonctionnaires, les soumissionnaires doivent fournir l'information exigée ci-dessous.

### Définition

Aux fins de cette clause,

« ancien fonctionnaire » signifie tout ancien employé d'un ministère au sens de la Loi sur la gestion des finances publiques, L.R., 1985, ch. F-11, un ancien membre des Forces armées canadiennes ou de la Gendarmerie royale du Canada. Un ancien fonctionnaire peut être :

- a) un individu;
- b) un individu qui s'est incorporé;
- c) une société de personnes constituée d'anciens fonctionnaires; ou
- d) une entreprise à propriétaire unique ou une entité dans laquelle la personne visée détient un intérêt important ou majoritaire.

« période du paiement forfaitaire » signifie la période mesurée en semaines de salaire à l'égard de laquelle un paiement a été fait pour faciliter la transition vers la retraite ou vers un autre emploi par suite de la mise en place des divers programmes visant à réduire la taille de la fonction publique. La période du paiement forfaitaire ne comprend pas la période visée par l'allocation de fin de services, qui se mesure de façon similaire.

« pension » signifie, dans le contexte de la formule de réduction des honoraires, une pension ou une allocation annuelle versée en vertu de la Loi sur la pension dans la fonction publique (LPFP), L.R., 1985, ch. P-36, et toute augmentation versée en vertu de la Loi sur les prestations de retraite supplémentaires, L.R., 1985, ch. S-24, dans la mesure où elle touche la LPFP. La pension ne comprend pas les pensions payables conformément à la Loi sur la pension de retraite des Forces canadiennes, L.R., 1985, ch. C-17, à la Loi sur la continuation de la pension des services de défense, 1970, ch. D-3, à la Loi sur la continuation des pensions de la Gendarmerie royale du Canada, 1970, ch. R-10, et à la Loi sur la pension de retraite de la Gendarmerie royale du Canada, L.R., 1985, ch. R-11, à la Loi sur les allocations de retraite des parlementaires, L.R., 1985, ch. M-5, et à la partie de la pension versée conformément à la Loi sur le Régime de pensions du Canada, L.R., 1985, ch. C-8.

### Ancien fonctionnaire touchant une pension

Est-ce que le soumissionnaire est un ancien fonctionnaire touchant une pension tel qu'il est défini ci-dessus? **OUI ( ) NON ( )**

Si oui, le soumissionnaire doit fournir l'information suivante :

- a) le nom de l'ancien fonctionnaire;
- b) la date de cessation d'emploi dans la fonction publique ou de la retraite.

### Programme de réduction des effectifs

Est-ce que le soumissionnaire est un ancien fonctionnaire qui a reçu un paiement forfaitaire en vertu des dispositions d'un programme de réduction des effectifs? **OUI ( ) NON ( )**

Si oui, le soumissionnaire doit fournir l'information suivante :

- a) le nom de l'ancien fonctionnaire;
- b) les conditions de l'incitatif versé sous forme de paiement forfaitaire;
- c) la date de la cessation d'emploi;
- d) le montant du paiement forfaitaire;
- e) le taux de rémunération qui a servi au calcul du paiement forfaitaire;
- f) la période correspondant au paiement forfaitaire, incluant la date du début, d'achèvement et le nombre de semaines;
- g) nombre et montant (honoraires professionnels) des autres contrats assujettis aux conditions d'un programme de réduction des effectifs.

Pour tous les contrats attribués pendant la période du paiement forfaitaire, le montant total des honoraires qui peut être payé à un ancien fonctionnaire qui a reçu un paiement forfaitaire est limité à 5 000 \$, incluant la taxe sur les produits et services ou la taxe de vente harmonisée.

#### Attestation

En déposant une soumission, le soumissionnaire atteste que l'information fournie par le soumissionnaire pour répondre aux exigences ci-dessus est exacte et complète.

### **3. Attestation du contenu canadien**

Cet achat est limité aux services canadiens.

Le soumissionnaire atteste que :

(    ) le(s) service(s) offert est(sont) un service canadien tel qu'il est défini au paragraphe 2 de la clause A3050T.

#### **3.1 Clause du guide des CCUA A3050T (2010-01-11), Définition du contenu canadien**

### **4. Compétences linguistiques**

Le soumissionnaire atteste qu'il possède les compétences linguistiques requises pour exécuter les travaux conformément à l'Énoncé des travaux.





## ÉNONCÉ DE TRAVAIL

### 1.0 Titre

Services d'analyse pour la détection et la quantification d'allergènes, d'additifs chimiques et de contamination par des résidus dans des aliments aux fins d'exécution d'enquêtes ciblées pour le compte de l'Agence canadienne d'inspection des aliments (ACIA)

### 2.0 Définitions

Enquête	Les allergènes, additifs chimiques et contamination par des résidus ciblés dans une étude des aliments exigée par l'ACIA pour évaluer divers produits alimentaires aux fins de détection de risques particuliers. Ces enquêtes servent à recueillir des données de base sur certains produits alimentaires disponibles au Canada à une date donnée, c.-à-d. les spécifications des échantillons et résultats d'analyse.
Agents dangereux	Chaque agent dangereux représente une enquête spécifique. Un agent dangereux est une source de dommages potentiels, des dommages ou des effets néfastes sur la santé provenant de la nourriture.
Méthode d'analyse	Méthode proposée par l'entrepreneur dans ses procédures opérationnelles normalisées (PON) pour la détection et/ou la quantification d'allergènes, d'additifs chimiques et de contamination par des résidus dans des aliments d'intérêt pour l'ACIA.
Méthode de référence	Méthode prescrite par l'ACIA, en regard de laquelle la méthode proposée par l'entrepreneur doit être approuvée comme étant équivalente.
PON	Procédures opérationnelles normalisées que l'entrepreneur a soumises dans sa proposition pour une enquête particulière. Ces procédures peuvent couvrir les analyses en laboratoire, la manipulation des échantillons et autres activités connexes.
LD (limite de détection)	La plus faible concentration d'analyte pouvant être détectée au moyen des PON soumises, en parties par million (ppm), sauf indication contraire.
LQ (limite de quantification)	La limite d'analyte pouvant être quantifiée au moyen des PON soumises, en parties par million (ppm), sauf indication contraire.
Aliment	Tel que défini dans la <i>Loi sur les aliments et drogues</i> , un aliment s'entend de tout article fabriqué, vendu ou présenté comme pouvant servir de nourriture ou de boisson pour l'être humain, la gomme à mâcher ainsi que tout ingrédient pouvant être mélangé avec un aliment à quelque fin que ce soit.
Produit	Types d'aliment identifiés comme produits laitiers, œufs, viande, miel, frais, transformés ou Division des aliments importés et manufacturés (DAIM).
Type de produit	Description utilisée par le responsable technique pour un groupe de produits alimentaires similaires, p. ex. fruits secs, préparation pour nourrissons – soya.
Jour ouvrable	N'importe quel jour entre lundi et vendredi inclusivement, à l'exclusion des jours de fête nationale ou provinciale (dans la province où est situé le laboratoire de l'entrepreneur).

### 3.0 Terminologie de l'Énoncé de travail

#### 3.1 Acronymes

AOAC - Association of Analytical Communities

CALA – Association canadienne pour la reconnaissance officielle des laboratoires

ELISA – Dosage immunoenzymatique (Enzyme-linked Immunosorbent Assay)

ESI - Ionisation par électronébulisation

FAPAS – Food Analysis Performance Assessment Scheme (mécanisme d'évaluation de la compétence en analyse des aliments)

PASPAC – Plan d'action pour la sécurité des produits alimentaires et de consommation  
 PAASPA – Plan d'action pour assurer la sécurité des produits alimentaires  
 CPG – Chromatographie en phase gazeuse  
 CEI – Chromatographie par échange d'ions  
 CPL – Chromatographie en phase liquide  
 CPLHP – Chromatographie en phase liquide à haute performance  
 LMR – Limite maximale de résidus  
 SM – Spectromètre de masse  
 CCN – Conseil canadien des normes  
 EPS – Extraction sur phase solide  
 UV – Rayons ultraviolets  
 PIHF – Plasma induit par haute fréquence  
 DAIM – Division des aliments importés et manufacturés

### 3.2 Formulaires/Rapports

Formulaire de demande d'analyse des échantillons	« Formulaire »
Rapport d'analyse	« RA »
Rapports mensuels de collecte d'échantillons	« Rapport n° 1 »
Rapports mensuels de résultats	« Rapport n° 2 »

### 4.0 Objectif

L'objectif du travail est de fournir des services de laboratoire pour l'exécution d'enquêtes ciblées d'allergènes, d'additifs chimiques et de contamination par des résidus dans des aliments pour le compte de l'ACIA conformément à la liste des groupes d'agents dangereux énumérés en Appendice I de l'Annexe A, Méthodes de référence et critères.

Les services d'analyse doivent être effectués dans un laboratoire accrédité par le Conseil canadien des normes (CCN) ou l'Association canadienne pour la reconnaissance officielle des laboratoires (CALA) pour les exigences énoncées. Pour obtenir plus d'information sur le processus d'accréditation, consulter les sites Web suivants :

(a) CCN - <http://www.scc.ca/fr/about-scc/publications/criteria-and-procedures/laboratory-accreditation>

(b) CALA - [http://www.cala.ca/accred\\_program.html](http://www.cala.ca/accred_program.html)

### 5.0 Contexte

L'ACIA est un organisme de réglementation fédéral dont le mandat consiste à veiller à la santé et au bien-être des Canadiens, à l'environnement et à l'économie en préservant la salubrité des aliments, la santé des animaux et la protection des végétaux.

En décembre 2007, le gouvernement du Canada a annoncé le Plan d'action pour la sécurité des produits alimentaires et de consommation (PASPAC). Il s'agit d'un vaste ensemble de nouvelles mesures qui amélioreront la sécurité des Canadiens grâce à une réglementation plus stricte des aliments, des produits de santé et des produits de consommation. Le Plan d'action pour assurer la sécurité des produits alimentaires (PAASPA) est un élément de ce plan plus vaste et porte sur les produits qui sont considérés comme faisant partie du secteur « non enregistré au fédéral » et qui constituent, selon une estimation prudente, 70 % des aliments que les Canadiens consomment.

Le PAASPA englobe une série d'initiatives visant à moderniser et à renforcer le système canadien de salubrité des aliments sur une période de cinq ans. Afin de mieux comprendre les risques liés à la salubrité des aliments auxquels les Canadiens peuvent être exposés, l'ACIA cible des produits faisant partie du secteur non enregistré au fédéral et en établit le profil. Dans la suite du PAASPA, l'ACIA doit

effectuer des enquêtes visant à déterminer les niveaux de contamination de base dans certains secteurs alimentaires ciblés. L'Agence est à la recherche de laboratoires commerciaux pouvant offrir des services d'analyse de produits alimentaires. Les résultats de ces analyses permettront à l'ACIA de déterminer les risques relatifs à la salubrité des aliments pour les Canadiens et de cerner les secteurs dans lesquels il pourrait être nécessaire de régler des problèmes liés à la salubrité. Les agents dangereux (risques) ciblés sont énumérés en Appendice I de l'Annexe A, Méthodes de référence et critères. Chaque agent représente une enquête précise.

En plus, l'ACIA peut se voir obligée de prendre des mesures réglementaires en application de l'une ou de plusieurs des lois qu'elle administre, conformément à l'article 11 de *la Loi sur l'Agence canadienne d'inspection des aliments*, ou de toute autre loi applicable, sur la foi de renseignements reçus ou obtenus dans le cadre d'exécution du travail couvert par le contrat.

## **6.0 Portée**

L'entrepreneur doit assurer la prestation des services suivants :

### **6.1 Prélèvement d'échantillons**

L'entrepreneur doit prélever les échantillons décrits en détail dans les enquêtes d'allergènes, de résidus chimiques et de contamination par des résidus dans des aliments et les transporter. Les échantillons doivent être prélevés par l'entrepreneur dans les régions du Canada identifiées à l'article 7.0 (Tâches et spécifications techniques).

### **6.2 Analyses**

L'entrepreneur doit effectuer l'analyse d'allergènes, d'additifs chimiques et de contamination par des résidus dans des aliments conformément aux exigences de l'enquête établie par l'ACIA. Le responsable technique lui fournira une enquête semblable celle incluse en Appendice II de l'Annexe A, Modèle de plan annuel d'échantillonnage après l'attribution du contrat. Le travail doit être accompli selon la date prévue dans le Plan annuel d'échantillonnage. Pour chaque année suivante de la période du contrat, le responsable technique fournira à l'entrepreneur une confirmation et des détails de l'enquête à réaliser. La préparation et l'analyse des échantillons doivent être effectuées dans les locaux identifiés dans la soumission technique de l'entrepreneur tel qu'identifié dans le contrat.

### **6.3 Procédures**

L'entrepreneur doit présenter les échantillons prélevés conformément à un Plan d'échantillonnage d'enquête. Consulter l'Appendice II, Modèle de plan annuel d'échantillonnage comme exemple. L'entrepreneur doit manipuler et expédier les échantillons conformément aux procédures indiquées en Appendice V, Critères d'entreposage et d'expédition des échantillons.

L'entrepreneur doit effectuer des analyses de dépistage d'allergènes, de résidus chimiques et de contamination par des résidus dans les échantillons d'aliments prélevés conformément aux méthodes d'analyse et aux PON. Ces PON doivent être accréditées par le CCN dans le Domaines de spécialité de programmes pour les produits agricoles et alimentaires, à [http://www.scc.ca/sites/default/files/migrated\\_files/DLFE-453.pdf](http://www.scc.ca/sites/default/files/migrated_files/DLFE-453.pdf), ou la CALA, à <http://www.cala.ca>, ou acceptées par le responsable technique. Pour les PON qui ne sont pas accréditées du CCN ou de la CALA au moment de la soumission, l'accréditation doit être obtenue dans l'année qui suit l'attribution du contrat, ou l'entrepreneur doit cesser immédiatement toutes activités reliées à ces PON et aviser par écrit le responsable technique jusqu'à ce que des instructions soient reçues du responsable technique.

#### **6.3.1. L'entrepreneur doit tenir ses PON à jour pour tous les secteurs d'analyses couvertes par le contrat. Un exemplaire des PON révisées doit être fourni pour approbation au responsable technique dans**

les dix (10) jours ouvrables suivant leur révision. La méthode d'analyse à utiliser pour les services de dépistage fournis par l'entrepreneur sera celle décrite dans les PON de l'entrepreneur.

- 6.3.2. Les méthodes de référence à utiliser pour exécuter les travaux sont indiquées en Appendice I de l'Annexe A, Méthodes de référence et critères. Toute révision proposée à une méthode de référence particulière doit être soumise au responsable technique pour approbation et doit répondre aux critères énumérés en Appendice I de l'Annexe A, ou les dépasser.
- 6.3.3. L'entrepreneur doit démontrer au responsable technique que les méthodes de référence qu'il a soumises sont validées conformément aux lignes directrices en matière de validation de l'entrepreneur pour toutes les matrices d'échantillons qui diffèrent sensiblement de celles décrites dans les méthodes de référence. Les dossiers de validation doivent être disponibles aux fins d'évaluation par le responsable technique sur demande. Les paramètres de performance des méthodes (LD/LQ) doivent être évalués et indiqués au besoin selon les matrices spécifiques si elles sont différentes.
- 6.3.4. Quoi qu'il en soit, l'entrepreneur ne doit pas autoriser l'utilisation de la méthode de référence proposée qui a été révisée tant qu'elle n'a pas été évaluée et approuvée par le responsable technique. Si l'entrepreneur ne peut pas effectuer le travail en utilisant la méthode de référence choisie au départ, tous les travaux nécessitant l'utilisation de cette méthode de référence particulière doivent cesser immédiatement. L'entrepreneur doit, dès que possible, aviser le responsable technique du motif du remplacement de la méthode de référence et fournir les documents à l'appui.
- 6.4 Délai d'exécution des analyses de dépistage d'allergènes, d'additifs chimiques et de contamination par des résidus dans des aliments

Les délais d'exécution seront de :

- a) vingt (20) jours ouvrables suivant la réception de l'échantillon pour toutes les enquêtes à l'exception des enquêtes sur les allergènes non-déclarés
- b) dix [10] jours ouvrables suivant la réception de l'échantillon pour les enquêtes sur les allergènes non déclarés, tant pour les enquêtes d'allergènes multiples que d'allergène unique.

#### 6.5 Conservation des échantillons

Après que toutes les analyses et les rapports requis sont terminés sur un échantillon donné, le laboratoire de l'entrepreneur doit conserver le restant de l'échantillon sous congélation pour en éviter la détérioration, pendant quatre-vingt-dix (90) jours civils supplémentaires. Ceci peut être nécessaire pour permettre d'effectuer des analyses supplémentaires sur l'échantillon, tel que demandé par le responsable technique tel que mentionné sous l'article 11.4.4 Essais supplémentaires. L'ACIA couvrira les frais des analyses supplémentaires. Après quatre-vingt-dix (90) jours, si aucune action supplémentaire n'a été demandée par le responsable technique, les portions restantes de l'échantillon peuvent être éliminées conformément aux lois et règlements fédéraux, provinciaux et municipaux.

### 7.0 **Tâches et spécifications techniques**

L'entrepreneur doit fournir des services d'analyse conformément aux enquêtes ciblées par l'ACIA, telles que décrites à la section 8.0 (Responsabilités du Canada). L'entrepreneur a la responsabilité d'effectuer les tâches suivantes, sans s'y limiter :

#### 7.1 Prélèvement et transport des échantillons

Pour chaque enquête énumérée en Appendice I de l'Annexe A, Méthodes de référence et critères, l'ACIA prévoit qu'un certain nombre d'échantillons seront prélevés et analysés sur une période de 12 mois. Ces nombres sont indiqués comme « Nombre d'échantillons estimatif » dans le tableau 1,

Lignes directrices pour l'échantillonnage. Ces échantillons doivent être recueillis principalement dans les commerces de détail suivant (incluant, sans s'y limiter) : épiceries, sites d'auto-cueillette, marchés de producteurs, commerces de spécialités ethniques, boutiques spécialisées, cafés, salons de thé et comptoirs à jus. Le responsable technique fournira à l'entrepreneur, après l'attribution du contrat tel qu'à l'article 8 (Responsabilité du Canada), un plan d'échantillonnage détaillé semblable à celui inclus en Appendice II de l'Annexe A, Modèle de plan annuel d'échantillonnage. Pour chaque année du contrat suivante, le responsable technique fournira à l'entrepreneur la confirmation et les détails de l'enquête que ce dernier doit effectuer.

**Tableau 1.** Lignes directrices pour l'échantillonnage.

Nom de l'enquête	Nombre d'échantillons estimés	Origine des produits ciblés	Types de produits ciblés, y compris sans s'y limiter :
Acrylamide dans certains aliments	750	Produits canadiens et importés	Céréales pour petit déjeuner, biscuits, craquelins/croûtons/pain croustillant, barres céréalières, biscuits pour bébés, aliments en pot pour bébés, olives, produits de patate douce précuits, aliments à base de pruneaux, graines et beurres de noix, pains tendres, maïs et produits du maïs, croustilles/bâtonnets aux légumes.
Aflatoxines dans certains aliments	1 000	Produits canadiens et importés	Produits à base de maïs, noix écalées (arachides, pistaches, noix du Brésil, amandes, cajous, noix de Grenoble, noisettes, pacanes, noix de macadamia), beurres de noix, fruits séchés, épices et poudre de cacao, pains (nature, contenant des céréales, contenant des fruits) (peut nécessiter le développement et la validation d'une méthode), céréales pour petit déjeuner/bébés (avec grains, contenant des fruits, des noix) (peut nécessiter le développement et la validation d'une méthode).
Espèces chimiques d'arsenic dans certains aliments	1 000	Produits canadiens et importés	Cidre de pomme, eau en bouteille, algues et produits à base d'algues, céréales pour petit déjeuner/bébés (à base de riz ou non), riz et produits de riz, produits de fruits (jus, mélanges, nectars, collations, sauces), son de blé, préparations pour nourrissons.
Coumarine dans certains aliments	750	Produits canadiens et importés	Cannelle, mélanges d'épices contenant de la cannelle, aliments contenant de la cannelle (céréales, barres céréalières, collations, et desserts, mélanges à pâtisserie et produits de boulangerie).
Colorants pour aliments dans certains aliments	1 000	Produits canadiens et importés	Céréales à déjeuner pour enfants, collations pour enfants, boissons énergisantes/pour sportifs et mélanges à cocktail, collations surgelées ne contenant pas de produits laitiers/gâteaux au fromage, tartes et pâtisseries surgelées, légumes marinés/relish, collations/pâtisseries de longue conservation, yogourt.
Fumonisines dans certains aliments	750	Produits canadiens et importés	Maïs et produits à base de maïs (en particulier semoule, farine, gruau, polenta et maïs extrudé), produits à base de soja, produits céréaliers choisis, céréales pour petit déjeuner/bébés.
Furanes (y compris 2-méthylfurane et	500	Produits canadiens et importés	Céréales pour petit déjeuner, collations (bretzels, croustilles, craquelins), fruits/légumes en conserve, café, jus de fruit, aliments pour bébés en pot, sauces à cuisson, soupes/ragoûts en conserve.

Nom de l'enquête	Nombre d'échantillons estimés	Origine des produits ciblés	Types de produits ciblés, y compris sans s'y limiter :
3-méthylfurane) dans les aliments traités à la chaleur			
Glycoalcaloïdes dans les pommes de terre	500	Produits canadiens et importés	Tubercules de pomme de terre, produits de pomme de terre.
Mycotoxines multiples dans certains aliments	750	Produits canadiens et importés	Produits à base de grains (grain moulu, son/germe, repas, farine de blé, de maïs et d'avoine, produits à base de grains finis (p. ex. céréales pour petit déjeuner/bébés, pains, biscuits, craquelins, préparations à pâtisserie, nouilles).
PBDE dans certains aliments	500	Produits canadiens et importés	Produits laitiers, huile/graisse végétale, beurre de noix, grains et produits de grain moulu.
Perchlorate dans certains aliments	500	Produits canadiens et importés	Produits laitiers (lait, fromage, yogourt, lait en poudre), préparations pour nourrissons (en poudre, prêtes à l'emploi); fruits et légumes frais (cantaloups, pastèques, pommes, raisins, oranges, fraises, épinards, feuilles à salade, brocolis, choux à rosette, concombres, haricots verts, céleris), produits céréaliers, fruits et légumes transformés.
PFOS et PFOA dans certains aliments	500	Produits canadiens et importés	Repas congelés, céréales, maïs soufflé, farine, pommes de terre fraîches.
Phtalates dans certains aliments	750	Produits canadiens et importés	Eau en bouteille, boissons et jus prêts à boire, produits céréaliers, aliments et préparations pour nourrissons, repas préemballés, confiture, pain et produits de pâtisserie (peut nécessiter le développement et la validation d'une méthode), produits laitiers (peut nécessiter le développement et la validation d'une méthode), huiles et graisses (peut nécessiter le développement et la validation d'une méthode).
Allergènes multiples non déclarés dans des aliments préemballés	1200	Produits canadiens et importés	Sachets d'arôme, tartinades, aliments marinés, grignotines, bière et vin, aliments en pot pour bébés, collations (croustilles, bretzels et craquelins), fruits et légumes transformés, sauces à cuisson, aliments en conserve, préparations et bouillon pour soupe et produits à base de grains.
Allergène unique non déclaré dans des aliments préemballés	2000	Produits canadiens et importés	Aliments en pot pour bébés, collations (croustilles, craquelins), fruits et légumes transformés (fruits en conserve, jus et nectars), sauces à cuisson, aliments en conserve, céréales et aliments pour bébés, produits à base de grains (grains moulus, son/germe, repas, farines de blé, de maïs et d'avoine et d'autres grains), produits finis à base de grains, conserves, aliments surgelés, desserts/collations et yogourts, repas prêts-à-manger.

- 7.1.1 Le nombre d'échantillons indiqué au tableau 1 est fourni à titre d'estimation seulement aux fins de la planification. Il ne doit pas être considéré comme final. Le nombre réel peut varier selon les priorités de l'ACIA à ce moment-là. Ce nombre « estimatif » d'échantillons peut être demandé au cours d'une seule ou de toutes les années de la durée du contrat.
- 7.1.2 Des échantillons doivent être prélevés dans les six régions métropolitaines suivantes : Calgary, Halifax, Montréal, Ottawa, Toronto et Vancouver. Un maximum de 10 % des tâches de prélèvement d'échantillons nécessitera des déplacements entre les limites géographiques des villes et le rayon de 100 km. Pour les enquêtes énumérées au tableau 1, la proportion d'échantillons à prélever dans chacune de ces six régions est estimée comme suit :
- |             |                                    |
|-------------|------------------------------------|
| Calgary :   | 12 % du nombre total d'une enquête |
| Halifax :   | 7 % du nombre total d'une enquête  |
| Montréal :  | 23 % du nombre total d'une enquête |
| Ottawa :    | 7 % du nombre total d'une enquête  |
| Toronto :   | 32 % du nombre total d'une enquête |
| Vancouver : | 19 % du nombre total d'une enquête |
- 7.1.3 Les échantillons doivent être prélevés sous forme de produits préemballés sauf indication contraire. Lorsqu'un échantillon d'un produit en vrac doit être prélevé, il doit être emballé individuellement afin d'éviter le contact direct avec le matériel d'expédition ou d'autres matières présentes dans le même contenant d'expédition et d'assurer l'intégrité et la traçabilité du produit prélevé.
- 7.1.4 Un formulaire de soumission d'échantillons en format pdf doit accompagner chaque échantillon prélevé pour l'enquête. Le modèle de formulaire inclus en Appendice III de l'Annexe A, Formulaire de soumission d'échantillons doit être utilisé.
- 7.1.5 Des photos numériques doivent être prises pour chaque échantillon avant qu'ils soient déballés. Exigences relatives à la soumission de photos
- Au moins deux (2) photos numériques en format jpg doivent être fournies pour chaque échantillon, conformément à l'Appendice IV, Exigences relatives aux photos des échantillons.
  - Les photos ainsi que les formulaires de soumission d'échantillons doivent être transmis au responsable technique sous forme de fichiers électroniques toutes les deux semaines ou envoyés par la poste sous forme de CD ou de DVD.
  - Pour l'enquête d'allergènes multiples non déclarés, les photos des échantillons doivent avoir été reçues et examinées par le responsable technique avant qu'ils soient déballés ou traités aux fins d'analyse. Les exigences relatives à ces photos sont précisées en Appendice IV de l'Annexe A, Exigences relatives aux photos des échantillons.
  - Dans certains cas, le responsable technique peut demander des photos additionnelles des échantillons aux fins d'éclaircissements ou d'enquête, ou il peut demander des photos avant la date prévue.
  - Les photos et le Formulaire de soumission d'échantillons doit être soumis au responsable technique avant ou en même temps que les résultats d'analyses. Le responsable technique rejettera les résultats présentés sans photos ou un formulaire de soumission d'échantillons. Les frais relatifs à cet échantillon ne seront pas acceptés.
- 7.1.6 Si un échantillon ne peut pas être prélevé conformément au plan d'échantillonnage pour une enquête, l'entrepreneur doit communiquer avec le responsable technique par courrier électronique pour connaître la marche à suivre. Le responsable technique n'acceptera pas les résultats qui sont communiqués dix (10) jours ouvrables après la date prévue, à moins qu'il en convienne par écrit.
- 7.2 Lorsque l'entrepreneur prévoit sous-traiter les services de prélèvement des échantillons, il doit en soumettre les détails au responsable technique pour examen. Les activités de prélèvement des



échantillons ne doivent pas commencer tant que le responsable technique n'a pas approuvé l'impartition de ces services par écrit.

### 7.3 Réception et analyse des échantillons

#### 7.3.1 Après réception des échantillons au laboratoire d'analyse, l'entrepreneur doit fournir les services suivants :

- Inspecter les échantillons conformément au plan d'échantillonnage pour l'enquête. Comme exemple, consulter l'Appendice II de l'Annexe A, Modèle de plan annuel d'échantillonnage, c.-à-d. ville, produit, type de produit.
- Les échantillons doivent répondre à la description dans le plan d'échantillonnage pour l'enquête.
- De plus, les échantillons doivent arriver au laboratoire accrédité de l'entrepreneur selon la méthode décrite en Appendice V de l'Annexe A, Critères d'entreposage et d'expédition.
- Dans le cas de tout écart par rapport aux critères du plan d'échantillonnage pour l'enquête ou aux critères d'expédition et d'entreposage, l'entrepreneur doit communiquer avec le responsable technique et obtenir de lui des précisions dans les 48 heures suivant l'arrivée des échantillons.
- Les échantillons qui ne répondent pas aux critères du plan d'échantillonnage pour l'enquête ou aux critères d'expédition et d'entreposage doivent être déclarés comme étant non-conformes et l'analyse chimique ou des allergènes ne doit pas être poursuivie.
- En tout temps pendant la période du contrat, un registre bien détaillé des conditions d'expédition et d'entreposage de chaque échantillon doit être disponible pour examen par le responsable technique. Les résultats communiqués sur des échantillons non conformes ne seront pas acceptés.

#### 7.3.2 Les résultats d'analyse doivent être communiqués au responsable technique en utilisant le modèle inclus à l'article 11.0 (Produits à livrer).

### 7.4 Procédures de confirmation

L'entrepreneur doit employer des procédures de confirmation par spectrométrie de masse valides et acceptables aux yeux du responsable technique. Les critères et méthodes de confirmation par spectrométrie de masse acceptables se trouvent dans le Journal officiel des Communautés européennes, « DÉCISION DE LA COMMISSION du 12 août 2002 portant modalités d'application de la directive 96/23/EC du Conseil en ce qui concerne les performances des méthodes d'analyse et l'interprétation des résultats, qui peuvent être consultés à :

<http://eur-lex.europa.eu/LexUriServ/LexUriServ.do?uri=OJ:L:2002:221:0008:0036:FR:PDF>

### 7.5 Rapports sur les résultats

#### 7.5.1 L'entrepreneur doit présenter les rapports mensuels des échantillons prélevés - Rapport no 1 et les rapports mensuels des résultats – Rapport no 2 sous forme électronique en fichier Excel au responsable technique, comme il l'est indiqué à l'article 11.0 (Produits à livrer).

#### 7.5.2 Les résultats numériques doivent être exprimés avec le nombre de chiffres significatifs indiqués dans les PON pour toutes les concentrations supérieures aux limites de détection. Sauf indication contraire, les valeurs doivent être exprimées en parties par million, c'est-à-dire en ppm, mg/kg ou mg/L. Lorsque l'analyte n'est pas confirmé par une technique de confirmation non équivoque, la valeur numérique est désignée « non confirmée ». Si l'analyte est absent (concentrations inférieures à la limite de détection de la méthode utilisée), le résultat est rapporté sous forme numérique « 0 » (zéro).

#### 7.5.3 Les rapports d'analyse (RA) doivent être disponibles lorsque la demande en est faite et un exemplaire doit être présenté au responsable technique dans les cinq (5) jours ouvrables suivant la date qu'il l'a demandé par écrit.

## **8.0 Responsabilité du Canada**

Le responsable technique fournira un plan détaillé d'échantillonnage pour les enquêtes semblable au Modèle de plan annuel d'échantillonnage, Appendice II de l'Annexe A, dans les deux (2) semaines suivant l'attribution du contrat. Lorsqu'une enquête doit débiter au cours d'une année de contrat, le responsable technique fournira le plan d'échantillonnage dans les quatre (4) semaines avant le début prévu de l'enquête. Le plan d'échantillonnage fournit à l'entrepreneur des détails en ce qui concerne :

- i) les spécifications relatives aux échantillons, notamment le produit et le type de produit des échantillons pour l'enquête, la taille d'échantillon approximative, l'origine, les régions à échantillonner, comme il est indiqué en Appendice II de l'Annexe A;
- ii) les allergènes, les additifs chimiques et la contamination par des résidus requis à des fins d'analyses pour chaque échantillon;
- iii) le moment de l'année lorsque les résultats doivent être communiqués.

Pour chaque année du contrat suivante, l'entrepreneur recevra du responsable technique une confirmation et des détails de l'enquête à entreprendre sous un nouveau Plan annuel d'échantillonnage, semblable à l'Appendice II de l'Annexe A. Les Plan annuels d'échantillonnage ne doivent pas être considérés comme étant fermes car ils sont sujets à changement. Le niveau de services indiqué dans tout plan ne représente qu'une approximation des besoins donnée.

## **9.0 Contraintes**

- 9.1 L'entrepreneur devrait participer aux programmes d'échantillonnage de vérification de la compétence dans les régions où ceux-ci sont offerts par des organismes tels le Food Analysis Performance Assessment Scheme ou FAPAS (mécanisme d'évaluation de la compétence en analyse des aliments) ou l'Association of Official Analytical Chemists (AOAC). L'entrepreneur doit remettre au responsable technique un exemplaire du rapport final reçu du fournisseur de programme d'épreuves de compétence et, lorsque cela n'est pas évident, l'identité du laboratoire visé par le rapport doit être indiquée.
- 9.2 Le responsable technique présentera de façon aléatoire, à sa discrétion, des échantillons de vérification à l'aveugle dans le cadre du plan. Ces échantillons seront utilisés comme indicateurs de la compétence de l'entrepreneur. Dans le cas d'un résultat insatisfaisant, le responsable technique demandera à l'entrepreneur de lancer une enquête et de soumettre son rapport sur le résultat aberrant, et ce, sans frais pour le Canada.
- 9.3 Il sera interdit aux tiers d'avoir accès aux conclusions, aux dossiers et aux données ayant trait aux résultats préliminaires ou définitifs des analyses menées par l'ACIA. Les résultats ne doivent être communiqués qu'au responsable technique.

## **10.0 Inspection des établissements**

Des représentants de l'ACIA ou des agents du Canada peuvent procéder à une visite et à une évaluation des lieux dans le but de vérifier que les capacités techniques et humaines, ainsi que les ressources matérielles dont dispose l'entrepreneur, sont en place conformément au contrat. Par exemple, on pourra vérifier les délais d'exécution, les exigences de communication des résultats, les décisions et procédures relatives aux tests de confirmation, ainsi que les critères de gestion des données.

Dans les limites des analyses entreprises par les laboratoires participants, l'entrepreneur convient de se soumettre et de participer pleinement à tout audit ou inspection éventuels.

## **11.0 Produits à livrer**

- 11.1 Enquêtes

L'entrepreneur doit livrer les enquêtes conformément aux modalités indiquées au Tableau 2, Directives relatives aux enquêtes par année du contrat. Le responsable technique confirmera les enquêtes auprès de l'entrepreneur après l'attribution du contrat pour l'année de contrat 1 et les années suivantes. Les services de prélèvement d'échantillons et d'analyse doivent être exécutés conformément à l'article 6 (Portée) et l'article 7 (Tâches et spécifications techniques).

**Tableau 2.** Directives relatives aux enquêtes, par année du contrat.

Nom de l'enquête	Année 1 du contrat	Année 2 du contrat	Année 3 du contrat	Période d'option 1 (un an)	Période d'option 2 (un an)
Acrylamide dans certains aliments	√	√	Non requis	Non requis	Non requis
Aflatoxines dans certains aliments	√	√	√	√	√
Espèces chimiques d'arsenic dans certains aliments	√	√	√	√	√
Coumarine dans certains aliments	√	√	√	√	√
Colorants pour aliments dans certains aliments	√	√	√	√	√
Fumonisines dans certains aliments	√	√	√	√	√
Furanes (y compris les 2-méthylfurane et les 3-méthylfurane) dans les aliments traités à la chaleur	√	√	√	√	√
Glycoalcaloïdes dans les pommes de terre	√	√	√	Non requis	Non requis
Mycotoxines multiples dans certains aliments	√	√	√	√	√
PBDE dans certains aliments	√	√	√	√	√
Perchlorate dans certains aliments	√	Non requis	Non requis	Non requis	Non requis

Nom de l'enquête	Année 1 du contrat	Année 2 du contrat	Année 3 du contrat	Période d'option 1 (un an)	Période d'option 2 (un an)
PFOS et PFOA dans certains aliments	√	√	√	√	√
Phtalates dans certains aliments	√	√	√	√	√
Allergènes multiples non déclarés dans des aliments préemballés	√	√	√	√	√
Allergène unique non déclaré dans des aliments préemballés	√	√	√	√	√

## 11.2 Accès aux formulaires de présentation qui accompagnent les échantillons et aux résultats

L'entrepreneur doit fournir un accès en ligne sécurisé des résultats dans les trois (3) mois suivant l'attribution du contrat. Cet accès Web doit permettre au responsable technique d'obtenir et de visualiser les exemplaires du formulaire de présentation qui accompagnent l'échantillon, les résultats communiqués par le laboratoire, et les détails relatifs à l'échantillon. Le site Web doit être interrogeable au moyen du numéro attribué à l'échantillon tel que décrit à la rubrique « Rapport n° 1 » de la section 11.3.1. Le site Web doit être sécurisé de sorte que seul le responsable technique puisse avoir accès à cette information. L'information doit être affichée dans les dix (10) jours ouvrables après la fin des analyses. Consultez également l'article 7.5.

## 11.3 Rapports

L'entrepreneur doit présenter au responsable technique pour examen et acceptation deux (2) rapports mensuels en format Excel, soit un rapport mensuel sur les échantillons prélevés – Rapport n° 1 (Rapport mensuel sur les échantillons prélevés) et un rapport final d'analyse des données – Rapport n° 2 (Rapport mensuel des résultats) pour les échantillons soumis pour analyse. Ces rapports doivent être présentés dans les dix premiers (10) jours ouvrables du mois suivant la date planifiée prescrite dans le plan d'échantillonnage. Les rapports doivent comporter les noms de champ précisés en **caractères gras** ci-dessous, sans exception.

### 11.3.1 Rapport mensuel sur les échantillons prélevés, **Rapport n° 1** : Ce rapport doit contenir les renseignements suivants pour tous les échantillons reçus, pour l'agent dangereux visé, pour le mois :

- i) **Numéro d'échantillon (SAMPLE\_NO)** – Il s'agit du numéro d'échantillon indiqué sur le formulaire. Ce numéro correspond au numéro d'échantillon figurant dans le plan qui sera fourni.
- ii) **Région (Region)** – La région est indiquée dans le plan et reflète le lieu où l'échantillon a été prélevé selon l'information inscrite sur le formulaire.
- iii) **Ville de collecte (PickupCity)** – Il s'agit du nom de la ville où l'échantillon a été acheté.
- iv) **Produit (Commodity)** – Il s'agit de produits laitiers, d'œufs, de viande, de miel, frais ou transformés, selon l'échantillon.

- v) **DOM\_IMP** – Il s'agit de produits d'origine canadienne ou importés, selon la source de l'échantillon.
- vi) **Origine (Origin)** – Il s'agit d'un code de pays à trois chiffres qui correspond au pays d'origine de l'échantillon. Un tableau des codes de pays à utiliser sera fourni à l'entrepreneur.
- vii) **Code de plan (Plan\_Code)** – Ce code est indiqué dans le plan pour chaque échantillon.
- viii) **Type de produit (ProductType)** – Cette information est fournie dans le plan pour chaque échantillon.
- ix) **Type d'échantillon (Sample\_Type)** – Il s'agit de la description ou du nom commun de l'échantillon inscrit sur le formulaire. En cas d'ambiguïté, consulter le responsable technique.
- x) **Numéro d'établissement (EST\_NO)** – Cette information est inscrite lorsqu'elle est indiquée sur le formulaire.
- xi) **Date d'échantillonnage (DateSample)** – Il s'agit de la date à laquelle l'échantillon a été prélevé. Cette information figurera sur le formulaire.
- xii) **Périssable (Perishable)** – La réponse sera « Y » ou « N ».
- xiii) **Marque (BrandName)** – Il s'agit de la marque du produit.
- xiv) **Taille de l'échantillon (SampleSize)** – Il s'agit de la valeur numérique de la taille de l'échantillon.
- xv) **Unité de la taille de l'échantillon (SampleSizeUnit)** – Il s'agit de l'unité utilisée pour la taille de l'échantillon (g, kg, ou autre).
- xvi) **Numéro de lot (LotNo)** – Il s'agit du numéro de lot de l'échantillon.
- xvii) **Meilleur avant (BestBefore)** – Il s'agit de la date « Meilleur avant » indiquée sur l'emballage du produit. Cette date doit être inscrite selon le format de JJ/MM/AAAA.
- xviii) **Point d'achat (PurchasedAt)** – Il s'agit du nom du commerce où l'échantillon est acheté.
- xix) **Adresse du point d'achat (PurchasedAtAddress)** – Il s'agit de l'adresse du commerce où l'échantillon est acheté.
- xx) **Type de contenant (ContainerType)** – Il s'agit du type de contenant utilisé pour emballer l'échantillon.
- xxi) **CUP (UPC)** – Il s'agit du code à barres imprimé sur l'étiquette de l'emballage.
- xxii) **Type de commerce (Store\_Type)** – Il s'agit du type de commerce où l'échantillon est acheté. Le type devrait correspondre aux spécifications de l'enquête.
- xxiii) **Date de réception (DateRecd)** – La date à laquelle le laboratoire de l'entrepreneur a reçu l'échantillon, indiquée selon le format de JJ/MM/AAAA.
- xxiv) **Code du laboratoire (Lab\_Code)** – Ce code sera attribué au laboratoire de l'entrepreneur par l'ACIA et doit être inscrit sur tous les rapports.
- xxv) **Commentaires (Comment)** – Signaler tout écart que présente l'échantillon par rapport au plan, notamment un changement quant au pays d'origine, l'indication d'une région est différente, des directives fournies par le responsable technique.
- xxvi) **Photos (Photos)** – Si des photos ont été soumises au responsable technique, inscrire « Y »; dans le cas contraire, inscrire « N ».
- xxvii) **Formulaire (Form)** – Si un formulaire a été soumis au responsable technique, inscrire « Y »; dans le cas contraire, inscrire « N ».

11.3.2 Rapport mensuel des résultats, **Rapport n° 2** : Ce rapport doit contenir les renseignements suivants au sujet de tous les résultats communiqués pour le mois visé :

- i) **Numéro d'échantillon (SAMPLE\_NO)** – Voir « Rapport n° 1 » ci-dessus.
- ii) **Produit (Commodity)** – Voir « Rapport n° 1 » ci-dessus.
- iii) **Tissu (Tissue)** – Nom du tissu animal pour les produits de viande (p. ex. muscle, foie) ou s.o. pour les autres produits.
- iv) **Programme (Program)** – Le titre du programme de l'ACIA dont l'analyse relève et qui est indiqué dans le plan d'échantillonnage.
- v) **Analyte (Analyte)** – Le nom de l'analyte ayant été analysé.
- vi) **Quantité (Amount)** – La quantité de l'analyte exprimée en ppm, sauf indication contraire.
- vii) **Date d'analyse (Date\_Analyzed)** – La date à laquelle le laboratoire de l'entrepreneur a réalisé l'analyse.
- viii) **Date du rapport (Date\_Rept)** – La date de communication des résultats.
- ix) **Numéro de facture (Invoice\_No)** – Il s'agit du numéro de la facture.

### 11.3.3 Rapport spécial

L'entrepreneur doit présenter des rapports d'analyse (RA), sur demande écrite du responsable technique.

### 11.4 Autorisation des tâches

Une obligation de tout travail entrera en vigueur seulement lorsqu'une autorisation de tâches est approuvée et émise conformément à la clause intitulée « Processus d'autorisation des tâches ».

#### 11.4.1 Enquêtes optionnelles

À n'importe quel moment pendant la durée du contrat, l'entrepreneur doit exécuter des services additionnels d'échantillonnage et d'analyse pour une enquête au fur et à mesure des besoins, jusqu'à concurrence d'un nombre maximum d'échantillons, selon les options énumérées au Tableau 3, Options d'enquête.

Le responsable technique fournira à l'entrepreneur les enquêtes additionnelles au moins huit (8) semaines avant que ce dernier commence le prélèvement des échantillons. Les échantillons seront prélevés d'une manière similaire à celle établie dans le Modèle de plan annuel d'échantillonnage, Appendice II de l'Annexe A. La méthode de référence et les critères seront fournis de manière similaire à celle exposée à Appendice 1 de l'Annexe A. La portée sera en lien avec les articles 6.1, 6.2, 6.3 et 6.5. Le délai d'exécution des analyses de dépistage d'allergènes, d'additifs chimiques et de contamination par des résidus dans des aliments sera précisé dans l'Autorisation des tâches.

**Tableau 3.** Enquêtes optionnelles

Nom de l'enquête	Numéro de l'option	Nombre d'échantillons estimés, supplémentaires au nombre d'échantillons au tableau 1
Aflatoxines dans certains	1	De 750 à 1 000

Nom de l'enquête	Numéro de l'option	Nombre d'échantillons estimés, supplémentaires au nombre d'échantillons au tableau 1
aliments		
Espèces chimiques d'arsenic dans certains aliments	2	De 750 à 1 000
Coumarine dans certains aliments	3	De 500 à 750
Colorants alimentaires dans certains aliments	4	De 750 à 1 000
Fumonisines dans certains aliments	5	De 500 à 750
Furanes (y compris les 2-méthyle-furane et les 3-méthyle-furane) dans les aliments traités à la chaleur	6	De 300 à 750
Analyse de mycotoxines multiples dans certains aliments	7	De 500 à 750
PBDE dans certains aliments	8	De 300 à 500
PFOS/PFOA dans certains aliments	9	De 300 à 500
Phtalates dans certains aliments	10	De 500 à 750
Allergènes multiples non déclarés dans des aliments préemballés	11	De 300 à 600
Allergène unique non déclaré dans des aliments préemballés	12	De 500 à 1 000

#### 11.4.2 Services de témoignage d'expert

L'entrepreneur doit produire un témoignage d'expert sur demande et selon les modalités voulues. L'ACIA peut se voir obligée de prendre des mesures réglementaires en application de l'une ou de plusieurs des lois qu'elle administre, conformément à l'article 11 de *la Loi sur l'Agence canadienne d'inspection des aliments*, ou de toute autre loi applicable, sur la foi de renseignements qu'elle-même, ou ses employés, fonctionnaires, mandataires ou entrepreneurs, pourraient recevoir ou obtenir dans le cadre de leurs fonctions d'exécution du travail ou par tout autre moyen. Les mesures réglementaires peuvent être appliquées par l'ACIA elle-même ou en son nom, sans que l'entrepreneur puisse réclamer que ce soit à l'ACIA. L'entrepreneur peut être appelé à témoigner à titre d'expert dans le cadre d'actions en justice. Un témoignage ou des preuves peuvent être nécessaires en rapport avec un échantillon d'aliment envoyé à l'entrepreneur, notamment en ce qui concerne la réception, la conservation, l'élimination de l'échantillon en question, ainsi que les détails des procédures opératoires normalisées suivies pour obtenir les éventuels résultats d'analyses et toute l'information consignée sur les procédures. Des déplacements peuvent être nécessaires et doivent avoir été préalablement approuvés par le responsable technique.

#### 11.4.3 Services d'enquêtes supplémentaires

L'entrepreneur doit fournir des services additionnels d'échantillonnage et d'analyse au fur et à mesure des besoins, pourvu qu'il démontre au responsable technique que les exigences énoncées

à l'article 6 (Portée) et l'article 7 (Tâches et spécifications techniques) sont satisfaites. L'ACIA peut devoir effectuer des enquêtes additionnelles pour déterminer les niveaux de base d'autres allergènes, résidus chimiques et contamination par des résidus dans certains secteurs d'aliments. Les résultats des analyses permettront à l'ACIA de déterminer les risques relatifs à la salubrité des aliments pour les Canadiens et de cerner les secteurs dans lesquels il pourrait être nécessaire de régler des problèmes liés à la salubrité. Le responsable technique fournira à l'entrepreneur la liste des risques ciblés et les plans additionnels au moins huit (8) semaines avant que ce dernier commence le prélèvement des échantillons. Les échantillons seront prélevés d'une manière similaire à celle établie dans le Modèle de plan annuel d'échantillonnage, Appendice II de l'Annexe A. La méthode de référence et les critères seront fournis de manière similaire à celle exposée à Appendice 1 de l'Annexe A. La portée sera en lien avec les articles 6.1, 6.2, 6.3 et 6.5, 11.2 et 11.3. Le délai d'exécution des analyses de dépistage d'allergènes, d'additifs chimiques et de contamination par des résidus dans des aliments sera précisé dans l'Autorisation des tâches.

#### 11.4.4 Services d'essais analytiques supplémentaires

L'entrepreneur doit fournir des services additionnels d'analyse au fur et à mesure des besoins. . L'ACIA peut devoir effectuer des essais supplémentaires sur des échantillons conservés tel que mentionné l'article 6.5. La méthode de référence et les critères seront fournis de manière similaire à celle exposée à Appendice 1 de l'Annexe A. La portée sera en lien avec les articles 6.1, 6.2, 6.3 et 6.5, 11.2 et 11.3. Le délai d'exécution des analyses de dépistage d'allergènes, d'additifs chimiques et de contamination par des résidus dans des aliments sera précisé dans l'Autorisation des tâches.

## **12 EXIGENCES LINGUISTIQUES**

Toutes les communications écrites et verbales entre l'entrepreneur et le responsable technique doivent se faire en anglais.



## **Appendice I de l'Annexe A**

### **Méthodes de référence et critères**

L'exigence technique se rapporte aux éléments suivants :

#### **1. Méthode analytique**

Une méthode analytique comprenant la PON basée sur les principes qui se trouvent dans la référence indiquée au tableau 4 ci-dessous. Les colonnes LD et LQ et le rapport des résultats dans le tableau 4 sont obligatoires. Il n'est pas obligatoire d'utiliser un fabricant en particulier précisé dans la méthode de référence, toutefois l'équipement ou les fournitures comprises dans la PON présentée par l'entrepreneur et acceptée doivent avoir des spécifications techniques identiques ou supérieures. La méthode de détection détaillée dans la référence n'est pas obligatoire, toutefois l'entrepreneur doit présenter dans sa PON une méthode de détection qui respecte les LD et LQ exigées pour les échantillons d'aliments indiqués au tableau 4.

#### **2. Technique de confirmation**

À l'exception des allergènes non déclarés et des aflatoxines, une confirmation au moyen d'une technique de CPL-SM, mise au point par l'entrepreneur, est exigée pour tous les échantillons positifs avec la méthode initiale. Il faut confirmer la quantité d'aflatoxines au moyen d'une technique de CPL-SM pour les échantillons dans lesquels les concentrations sont supérieures à 8 ppb avec la méthode initiale. Une confirmation n'est pas exigée pour les allergènes non déclarés, à moins d'une indication contraire par écrit du responsable technique. La technique de confirmation doit être comprise dans les PON soumises pour chacun des agents dangereux. Les laboratoires peuvent choisir d'utiliser une méthode initiale de détection fondée sur la CPL-SM et éviter ainsi une CPL non spécifique et une détection non sélective. Dans ce cas, une confirmation supplémentaire n'est pas requise si la technique de CPL-SM fournit un minimum de quatre points d'identification, tel qu'il est indiqué dans le Journal officiel des Communautés européennes, « DÉCISION DE LA COMMISSION du 12 août 2002 portant modalités d'application de la directive 96/23/EC du Conseil en ce qui concerne les performances des méthodes d'analyse et l'interprétation des résultats » <http://eur-lex.europa.eu/LexUriServ/LexUriServ.do?uri=OJ:L:2002:221:0008:0036:FR:PDF>.

**Tableau 4. Méthodes et critères de référence**

<b>Agents dangereux</b>	<b>Analyte(s) ciblé(s)</b>	<b>Référence</b>	<b>Méthode de détection</b>	<b>Critères LD / LQ*</b>	<b>Rapport des résultats**</b>	<b>Taux estimé de résultats positifs***</b>
Acrylamide	Acrylamide	La détermination de la présence d'acrylamide dans les aliments par CPL-ESI-SM/SM (voir <a href="http://www.hc-sc.gc.ca/fn-an/alt_formats/hpfb-dgpsa/pdf/res-rech/lps_003-fra.pdf">http://www.hc-sc.gc.ca/fn-an/alt_formats/hpfb-dgpsa/pdf/res-rech/lps_003-fra.pdf</a> ou <a href="http://www.hc-sc.gc.ca/fn-an/alt_formats/hpfb-dgpsa/pdf/res-rech/lps_003-eng.pdf">http://www.hc-sc.gc.ca/fn-an/alt_formats/hpfb-dgpsa/pdf/res-rech/lps_003-eng.pdf</a> ).	CPL-ESI-SM/SM	LD ≤ 5 ppb LQ ≤ 15 ppb	L'« ANALYTE » doit être signalé comme « acrylamide » et la « QUANTITÉ » doit être la valeur numérique, en ppb.	90 %
Aflatoxines	Aflatoxine B1 Aflatoxine B2 Aflatoxine G1 Aflatoxine G2	Aflatoxins in Food Products - Immunoaffinity Column Method (d'après l'AOAC 990.33 et l'AOAC 991.31[2000]) <i>Voir la pièce jointe n° 1.</i>	CPLHP avec détection par fluorescence	LD ≤ 1 ppb LQ ≤ 3 ppb	L'« ANALYTE » doit être signalé comme « Aflatoxin Screen » et la « QUANTITÉ » doit être « 0 » pour un résultat négatif et « 1 » pour un résultat positif pour au moins un des analytes. Dans le cas d'un résultat positif, les analytes trouvés doivent être indiqués séparément (des entrées différentes) et la quantité doit être la valeur réelle confirmée, en ppb.	10 %
Espèces chimiques d'arsenic	As <sup>+3</sup> , DMA, MMA et As <sup>+5</sup> dans les algues marines  AsC, AsB, As <sup>+3</sup> , DMA, MMA et As <sup>+5</sup>	Espèces chimiques d'arsenic dans une gamme d'aliments <i>Voir la pièce jointe n° 2.</i>	CPL-ICP-SM	Voir les LD et les LQ dans la pièce jointe n° 2, en fonction des types de produits	L'« ANALYTE » doit être signalé comme « As Speciation Screen » et la « QUANTITÉ » doit être « 0 » pour un résultat négatif et « 1 » pour un résultat positif pour au moins un des analytes. Dans le cas d'un résultat positif, les analytes trouvés doivent être	10 %

Agents dangereux	Analyte(s) ciblé(s)	Référence	Méthode de détection	Critères LD / LQ*	Rapport des résultats**	Taux estimé de résultats positifs***
	dans d'autres produits				indiqués séparément (des entrées différentes) et la quantité doit être la valeur réelle confirmée, en ppb.	
Coumarine	Coumarine (2H-1-benzopyrane-2-one)	Coumarine dans les aliments contenant de la cannelle par CPLHP <i>Voir la pièce jointe n° 3.</i>	CPLHP au moyen d'un détecteur à réseau de photodiodes	LD ≤ 0,5 ppm LQ ≤ 1,5 ppm	L'« analyte » doit être signalé comme « COUMARIN » et la « QUANTITÉ » doit être une valeur numérique en ppm.	95 %
Colorants alimentaires	16 colorants alimentaires hydrosolubles figurant au tableau 4 de la pièce jointe n° 4;	Détermination de couleurs hydrosolubles par CPLHP-UV-Visible (DAD – détecteur à barrettes de diodes) dans les aliments <i>Voir la pièce jointe n° 4 pour connaître les couleurs hydrosolubles;</i>	CPLHP avec détecteur à réseau photodiodique	Amarante, carmin d'indigo, jaune soleil F.C.F., vert solide F.C.F., bleu brillant F.C.F., Rouge allura AC, ponceau SX, érythrosine B, rouge cochenille A, azorubine, vert de lissamine, bleu patenté violet et rhodamine B	L'« ANALYTE » doit être signalé comme « Colour Water-Soluble Screen » ou « Colour Fat-Soluble Screen » et la « QUANTITÉ » doit être « 0 » pour un résultat négatif et « 1 » pour un résultat positif pour au moins un des analytes. Dans	95 %
	16 colorants liposolubles figurant au tableau 1 de la pièce jointe n° 5	Détermination des colorants liposolubles dans les aliments par CPLHP <i>Voir la pièce jointe n° 5</i>		LD ≤ 0,10 ppm LD ≤ 0,20 ppm LD ≤ 0,50 ppm		

Agents dangereux	Analyte(s) ciblé(s)	Référence	Méthode de détection	Critères LD / LQ*	Rapport des résultats**		Taux estimé de résultats positifs***
				Colorants liposolubles	LD ≤ 0,03 ppm	le cas d'un résultat positif, les colorants alimentaires trouvés doivent être indiqués séparément (des entrées différentes) et la quantité doit être la valeur réelle confirmée, en ppm.	
Fumonisines	Fumonisine B1 Fumonisine B2	JOURNAL OF AOAC INTERNATIONAL, VOL. 91, N° 3, 2008. p. 598-606	CPL-SM	LQ ≤ 5 fois LD			30 %
				LD ≤ 20 ppb LQ ≤ 40 ppb		L'« ANALYTE » doit être signalé comme « Fumonisine Screen » et la « QUANTITÉ » doit être « 0 » pour un résultat négatif et « 1 » pour un résultat positif pour au moins un des analytes. Dans le cas d'un résultat positif, les analytes trouvés doivent être indiqués séparément comme « Fumonisine B1 » et/ou « Fumonisine B2 » et la quantité doit être la valeur réelle confirmée, en ppb.	
Furanes	2-méthylfurane 3-méthylfurane Furane	Development of an analytical method and survey of foods for furan, 2-methylfuran and 3-methylfuran with estimated exposure	CPG-SM	LD ≤ 0,5 ppb LQ ≤ 1,0 ppb		L'« ANALYTE » doit être signalé comme « Furans Screen » et la « QUANTITÉ » doit être « 0 » pour un résultat négatif et « 1 » pour un résultat positif pour au moins un des analytes. Dans le cas	80 %

Agents dangereux	Analyte(s) ciblé(s)	Référence	Méthode de détection	Critères LD / LQ*	Rapport des résultats**		Taux estimé de résultats positifs***
		<i>Food Additives &amp; Contaminants: Partie A, 27:6, 764-775</i>				d'un résultat positif, les analytes trouvés doivent être indiqués séparément, comme « Furan » et/ou « 2-méthyle Furan » et /ou « 3-Méthyl Furan », et la « QUANTITÉ » doit être la valeur réelle confirmée, en ppb.	
Glycoalkaloïdes	Solanine Chaconine	Détermination de l'« $\alpha$ -solanine » et de l'« $\alpha$ -chaconine » dans les tubercules de pommes de terre <i>Voir la pièce jointe n° 6.</i>	Chromatographie liquide en phase inverse avec détection par ultraviolets	LD $\leq$ 0,2 mg/100 g du poids du produit LQ $\leq$ 0,6 mg/100 g du poids du produit	L'« ANALYTE » doit être signalé comme « Glycoalkaloïds Screen » et la « QUANTITÉ » doit être « 0 » pour un résultat négatif et « 1 » pour un résultat positif pour au moins un des analytes. Dans le cas d'un résultat positif, les analytes trouvés doivent être indiqués séparément (solanine ou chaconine) et la « QUANTITÉ » doit être la valeur réelle confirmée, en mg/100 g du poids du produit. Il faut également indiquer une valeur pour les « Total Glycoalkaloïds », soit la somme de tous les glycoalkaloïdes trouvés, en mg/poids du produit.		
					60 %		
Mycotoxines multiples	Voir la pièce jointe n° 7.	Analyse de multiples mycotoxines dans les céréales par CPLHP-SM/SM <i>Voir la pièce jointe n° 7.</i>	CPLHP-SM/SM	Voir les détails dans la pièce jointe n° 7.	L'« ANALYTE » doit être signalé comme « Multimycotoxin Screen » et la « QUANTITÉ » doit être « 0 » pour un résultat négatif ou inférieur à la LD et « 1 » pour un résultat positif pour au		
							10 %

Agents dangereux	Analyte(s) ciblé(s)	Référence	Méthode de détection	Critères LD / LQ*	Rapport des résultats**	Taux estimé de résultats positifs***
					moins un des analytes. Dans le cas d'un résultat positif, les toxines trouvées doivent être indiquées séparément (c.-à-d. aflatoxin B1) et la « QUANTITÉ » doit être la valeur réelle confirmée, en µg/g.	
PBDE	BDE-17, BDE-28, BDE-47, BDE-66, BDE-77, BDE-85, BDE-99, BDE-100, BDE-138, BDE-153, BDE-154, BDE-183 et BDE-209	Polybrominated diphenyl ether (PBDE) levels in an expanded market basket survey of U.S. food and estimated PBDE dietary intake by age and sex. <i>Environ Health Perspect.</i> 2006 October; 114(10): 1515–1520; ou Polybrominated Diphenyl Ethers (PBDEs) in Foodstuffs: Human Exposure through the Diet <i>J. Agric. Food Chem.</i> 2003, 51, 3191-3195	SM-HR/SM	LD ≤ 40 pg/g LQ ≤ 120 pg/g	L'« ANALYTE » doit être signalé comme un PBDE individuel et la « QUANTITÉ » doit être la valeur numérique, en pg/g.	95 %
Perchlorate	Perchlorate	Estimated Dietary Exposure of Canadians to Perchlorate through the Consumption of Fruits and	CEI-SM/SM	LD ≤ 1,0 ppb LQ ≤ 3,0 ppb	L'« ANALYTE » doit être signalé comme un « Perchlorate » et la « QUANTITÉ » doit être la valeur numérique, en ppb.	50 %

Agents dangereux	Analyte(s) ciblé(s)	Référence	Méthode de détection	Critères LD / LQ*	Rapport des résultats**	Taux estimé de résultats positifs***
		Vegetables Available in Ottawa Markets <i>J. Agric. Good Chem. 2009, 57, 9250-9255</i>				
PFOS/PFOA	PFOS et PFOA	Dietary Exposure of Canadians to Perfluorinated Carboxylates and Perfluorooctane Sulfonate via Consumption of Meat, Fish, Fast Foods, and Food Items Prepared in Their Packaging <i>J. Agric. Food Chem. 2007, 55, 320332 10</i>	CPL-SM/SM	LD ≤ 1 ppb LQ ≤ 3 ppb	L'« ANALYTE » doit être signalé comme « FR Screen » et la « QUANTITÉ » doit être « 0 » pour un résultat négatif ou inférieur à la LD et « 1 » pour un résultat positif pour au moins un des analytes. Dans le cas d'un résultat positif, les composés trouvés doivent être indiqués séparément. L'« ANALYTE » doit être signalé comme « PFOS » ou « PFOA » (des entrées différentes) et la « QUANTITÉ » doit être la valeur numérique, en ppb.	5 %
Phthalates	BBP, DBP, DEHP, DNOP, DINP et DIDP	Méthode de détermination et de confirmation de la présence d'esters de phthalate dans les aliments par CPL-SM/SM <i>Voir la pièce jointe n° 8.</i>	CPL-SM/SM	LD ≤ 0,5 ppm LQ ≤ 1,0 ppm	L'« ANALYTE » doit être signalé comme « Phthalates Screen » et la « QUANTITÉ » doit être « 0 » pour un résultat négatif ou inférieur à la LD et « 1 » pour un résultat positif pour au moins un des analytes. Dans le cas d'un résultat positif, les composés trouvés doivent être indiqués séparément (c.-à-d. BBP) et la « QUANTITÉ » doit être la valeur réelle confirmée, en ppm.	1 %
Allergènes multiples non	Voir annexe I (A)	Voir annexe I (A)	Voir annexe I (A)	Voir annexe I (A)	L'« ANALYTE » doit être signalé comme l'un des	20 %

Agents dangereux	Analyte(s) ciblé(s)	Référence	Méthode de détection	Critères LD / LQ*	Rapport des résultats**	Taux estimé de résultats positifs***
déclarés					agents suivants :  Allergen-Peanut, Allergen-Almond, Allergen-Egg, Allergen-Casein, Allergen-BLG, Allergen-Hazelnut, Allergen-Soy, Allergen-Sesame, Allergen-Gluten, Allergen-Mustard  La quantité doit être signalée comme « 0 » pour un résultat négatif et pour un résultat positif, indiquer la quantité en ppm.	
Allergène unique non déclaré	Voir annexe I (A))	Voir annexe I (A)	Voir annexe I (A)	Voir annexe I (A)	L'« ANALYTE » doit être signalé comme l'allergène unique demandé.  La quantité doit être signalée comme « 0 » pour un résultat négatif et pour un résultat positif, indiquer la quantité en ppm.	5 %

\* La LQ et la LD sont utilisées pour des analytes individuels quand plus d'un analyte est ciblé.

\*\* Pour les enquêtes ciblant un analyte unique, la valeur numérique des résultats inférieurs à la LD doit être de 0.

\*\*\* Ces taux sont des estimations seulement, données en toute bonne foi, et ne doivent pas être prises comme une indication du taux réel de résultats positifs qui seront décelés dans les échantillons reçus par les laboratoires.



## APPENDICE I (A)

### EXIGENCES RELATIVES AUX TROUSSES DE DÉTECTION DES ALLERGÈNES

Les analyses de détection porteront sur les allergènes non déclarés – multiples ou uniques. Pour les analyses les enquêtes axées sur de multiples allergènes non déclarés, l'analyse ne portera que sur les allergènes non déclarés dans la liste des ingrédients. (Pour les allergènes multiples non déclarés, il est estimé que 7 à 8 allergènes seront analysés par échantillon). L'ACIA déterminera les allergènes à détecter après l'examen des données sur les échantillons, c.-à-d. le formulaire de soumission d'échantillon et les photos connexes soumis par l'entrepreneur. Pour les enquêtes axées sur un seul allergène, l'analyse ne portera que sur l'allergène visé par l'enquête. Toutes les analyses doivent être effectuées au moyen de tests ÉLISA commerciaux permettant de quantifier les protéines allergènes ou les marqueurs de protéines allergènes et qui répondent aux spécifications suivantes :

Allergène alimentaire	Critères
Arachides	On doit utiliser une trousse ÉLISA commerciale qui a été validée par le Performance Tested Methods Program de l'AOAC. <a href="http://www.aoac.org/testkits/testedmethods.html">www.aoac.org/testkits/testedmethods.html</a>
Amandes	Le test doit être quantitatif et avoir été étalonné par le fabricant à 2,5 ppm ou moins (LQ).
Œufs	Le test doit être quantitatif et avoir été étalonné par le fabricant à 2,5 ppm ou moins (LQ). Les anticorps doivent convenir à l'analyse des œufs crus et des œufs transformés par la chaleur, contenus dans les produits alimentaires. Les échantillons contenant du lait qui donnent un résultat positif pour les allergènes d'œufs avec la trousse Veratox de Neogen® doivent faire l'objet d'une confirmation à l'aide d'une autre trousse.
Lait	Le test doit permettre de quantifier individuellement la caséine et la $\beta$ -lactoglobuline.
i) Caséine	Le test doit être quantitatif et avoir été étalonné par le fabricant à 1,0 ppm ou moins (LQ). Dans le rapport, il ne faut pas convertir la teneur en caséine en teneur totale en lait.
ii) $\beta$ -lactoglobuline	Le test doit être quantitatif et avoir été étalonné par le fabricant à 0,1 ppm ou moins (LQ).
Noisettes	Le test doit être quantitatif et avoir été étalonné par le fabricant à 2,5 ppm ou moins (LQ).
Soja	Le test doit pouvoir détecter les résidus de soja, y compris les isolats, les concentrés, les farines, le soja texturé et les flocons de soja à diverses étapes de transformation. Le test doit être quantitatif et avoir été étalonné par le fabricant à 2,5 ppm (échelle de la farine de soja) ou moins (LQ).
Sésame	Le test doit être quantitatif et avoir été étalonné par le fabricant à 0,5 ppm ou moins (LQ) de protéines de graines de sésame.
Gluten	On doit utiliser une trousse ÉLISA commerciale qui a été validée par le Performance Tested Methods Program de l'AOAC. <a href="http://www.aoac.org/testkits/testedmethods.html">www.aoac.org/testkits/testedmethods.html</a> Le test doit satisfaire aux exigences de la norme 118 du Codex Alimentarius, Norme de Codex pour les aliments diététiques ou de régime destinés aux personnes souffrant d'une intolérance au gluten, section 5.2 - Méthode de détermination du gluten <a href="http://www.codexalimentarius.net/web/standard_list.jsp">www.codexalimentarius.net/web/standard_list.jsp</a>
Moutarde	Le test doit être quantitatif et avoir été étalonné par le fabricant à 2,5 ppm ou moins (LQ) de protéines de graines de moutarde.

---

**Appendice II de l'Annexe A**  
**Modèle de plan annuel d'échantillonnage**

**Aflatoxines dans les produits du maïs, les produits de noix, les raisins secs, les épices et le cacao**

N° D'ÉCHANTILLON	Ville	Province de collecte	DATE prévue 1 <sup>er</sup>	CODE DE PLAN	DOM_IMP	PRODUIT	TYPE DE PRODUIT	Description	TYPE D'ÉTABLISSEMENT	ORIGINE	CODE LABO	Programme	Analyte	Tissu
C2014AFL A00001	CALGARY	Alb.	mars 2014 1 <sup>er</sup>	2014_SB433	IMPORTATION	DAIM	Produits du maïs	Tacos de maïs	Spécialité/Vrac	Chine	ACIA	AFLATOXINES	Dép. aflatoxines	S.O.
C2014AFL A00002	CALGARY	Alb.	mars 2014 1 <sup>er</sup>	2014_SB433	IMPORTATION	DAIM	Produits du maïs	Tacos de maïs	Chaîne nationale	Chine	ACIA	AFLATOXINES	Dép. aflatoxines	S.O.
C2014AFL A00003	CALGARY	Alb.	1 <sup>er</sup> mai 2014	2014_SB433	IMPORTATION	DAIM	Grains de maïs	Grains de maïs	Chaîne nationale	Taiwan	ACIA	AFLATOXINES	Dép. aflatoxines	S.O.
C2014AFL A00004	MONTREAL	Qc	1 <sup>er</sup> mai 2014	2014_SB433	IMPORTATION	DAIM	Tortillas et croustilles de maïs	Tortillas et croustilles de maïs	Chaîne nationale	Taiwan	ACIA	AFLATOXINES	Dép. aflatoxines	S.O.
C2014AFL A00005	MONTREAL	Qc	1 <sup>er</sup> juin 2014	2014_SB433	IMPORTATION	DAIM	Noix sans coque	Arachides	Spécialité/Vrac	G.-B.	ACIA	AFLATOXINES	Dép. aflatoxines	S.O.
C2014AFL A00008	MONTREAL	Qc	1 <sup>er</sup> juin 2014	2014_SB433	IMPORTATION	DAIM	Beurre de noix	Autres beurres de noix	Chaîne nationale	É.-U.	ACIA	AFLATOXINES	Dép. aflatoxines	S.O.
C2014AFL A00009	MONTREAL	Qc	1 <sup>er</sup> juillet 2014	2014_SB433	IMPORTATION	DAIM	Grains de maïs	Grains de maïs	Spécialité/Vrac	É.-U.	ACIA	AFLATOXINES	Dép. aflatoxines	S.O.
C2014AFL A00010	MONTREAL	Qc	1 <sup>er</sup> juillet 2014	2014_SB433	IMPORTATION	DAIM	Grains de maïs	Grains de maïs	Chaîne nationale	É.-U.	ACIA	AFLATOXINES	Dép. aflatoxines	S.O.
C2014AFL A00011	OTTAWA	Ont.	1 <sup>er</sup> juillet 2014	2014_SB433	IMPORTATION	DAIM	Grains de maïs	Grains de maïs	Chaîne nationale	É.-U.	ACIA	AFLATOXINES	Dép. aflatoxines	S.O.
C2014AFL A00012	OTTAWA	Ont.	1 <sup>er</sup> juillet 2014	2014_SB433	IMPORTATION	DAIM	Tortillas et croustilles de maïs	Tortillas et croustilles de maïs	Local/Régional	É.-U.	ACIA	AFLATOXINES	Dép. aflatoxines	S.O.
C2014AFL A00013	OTTAWA	Ont.	1 <sup>er</sup> juillet 2014	2014_SB433	IMPORTATION	DAIM	Tortillas et croustilles de maïs	Tortillas et croustilles de maïs	Chaîne nationale	É.-U.	ACIA	AFLATOXINES	Dép. aflatoxines	S.O.
C2014AFL A00014	OTTAWA	Ont.	1 <sup>er</sup> juillet 2014	2014_SB433	IMPORTATION	DAIM	Noix sans coque	Pistaches	Chaîne nationale	É.-U.	ACIA	AFLATOXINES	Dép. aflatoxines	S.O.
C2014AFL	OTTAWA	Ont.	1 <sup>er</sup> août 2014	2014_	IMPORTATION	DAIM	Raisins secs	Raisins	Spécialité/Vrac	É.-U.	ACIA	AFLATO	Dép.	S.O.



A00036			2014	SB433	RMÉ	maïs	maïs	c		XINES	aflatoxin es
C2014AFL A00037	HALIFAX	Ont.	1 <sup>er</sup> déc. 2014	2014_ SB433	TRANSFO RMÉ	Beurre de noix	Autres beurres de noix	Spécialité/Vra c	Canada	ACIA	Dép. aflatoxin es
C2014AFL A00038	HALIFAX	Ont.	1 <sup>er</sup> déc. 2014	2014_ SB433	TRANSFO RMÉ	Raisins secs	Raisins secs	Chaîne nationale	Canada	ACIA	Dép. aflatoxin es
C2014AFL A00042	HALIFAX	Ont.	1 <sup>er</sup> déc. 2014	2014_ SB433	TRANSFO RMÉ	Raisins secs	Raisins secs	Spécialité/Vra c	Canada	ACIA	Dép. aflatoxin es
C2014AFL A00043	HALIFAX	Ont.	1 <sup>er</sup> déc. 2014	2014_ SB433	TRANSFO RMÉ	Raisins secs	Raisins secs	Local/Régiona l	Canada	ACIA	Dép. aflatoxin es
C2014AFL A00070	HALIFAX	Ont.	1 <sup>er</sup> déc. 2014	2014_ SB433	TRANSFO RMÉ	Épices	Chili en poudre	Local/Régiona l	Canada	ACIA	Dép. aflatoxin es

Appendice II(a) de l'Annexe A  
**Modèle de renseignements sur l'enquête à l'intention des échantillonneurs**

**Voir la feuille de calcul détaillé Excel du plan d'échantillonnage pour connaître les exigences en matière d'échantillonnage et notamment :**

- le numéro de l'échantillon;
- le type de produit;
- le pays d'origine;
- le lieu d'échantillonnage (type d'établissement et ville).

Ces exigences sont essentielles pour assurer la validité de l'enquête. **Aucune substitution ou modification** du type de produit, du numéro de l'échantillon, du pays d'origine ou du lieu ne sera autorisée. Si vous n'êtes pas en mesure de trouver le produit demandé, veuillez transmettre un courriel à l'adresse suivante : [FSAPchemistryTS@inspection.gc.ca](mailto:FSAPchemistryTS@inspection.gc.ca).

**Sauf indication contraire, pour un type de produit en particulier, il faut échantillonner :**

- le plus grand nombre de marques possible;
- des produits de marché équitable, de qualité supérieure, génériques, biologiques et non biologiques;
- des produits canadiens et importés;
- le plus grand nombre de pays d'origine ou de fabrication possible;
- tous les types d'emballage disponibles (p. ex. préemballés, plastique et verre).

Voir le document sur les **directives générales en matière d'échantillonnage – PAASPA - Enquêtes ciblées - Chimie** pour obtenir des renseignements sur les processus de sélection, d'échantillonnage, d'expédition et de saisie des données pour chaque produit.

**Instructions d'échantillonnage**

- Les contenants ouverts, brisés ou endommagés ne doivent pas être échantillonnés.
- Les produits dont la date limite d'utilisation ou la date de péremption est passée ne doivent pas être échantillonnés.
- Les échantillons doivent être prélevés de manière à ce qu'ils puissent être analysés avant la date limite d'utilisation ou la date de péremption.
- Les échantillons doivent être expédiés dans leur emballage d'origine vers le laboratoire.
- Il faut prendre des photos claires de chaque produit, et le numéro d'identification de l'échantillon doit être joint à chaque photo. La ou les photos doivent montrer clairement :
  - le nom du fabricant ou de l'entreprise;
  - le nom de marque;
  - le type de produit;
  - les ingrédients;
  - le numéro de l'échantillon;
  - le pays d'origine.
- Le nom des fichiers des photos doit être identique au numéro de l'échantillon. Les détails relatifs aux photos des échantillons sont précisés à l'Appendice IV de l'Annexe A, Exigences relatives aux photos des échantillons.
- Un formulaire de soumission d'échantillon doit être rempli et joint à chaque échantillon (voir la section 7.1.4). Le pays d'origine, de transformation ou d'emballage ou l'adresse de l'importateur doivent être indiqués clairement sur ce formulaire. Il faut décrire de la façon la plus détaillée possible la marque, le type ou la saveur de l'échantillon, et il faut inscrire le numéro de lot (estampillée avec de l'encre sur la boîte ou le contenant) ou la date d'expiration du produit, le cas échéant.
- Il convient de conserver une copie électronique des formulaires et des photographies.
- Les échantillons doivent arriver intacts à destination.
- Les articles réfrigérés et les échantillons congelés doivent être expédiés avec des blocs réfrigérants.
- **Il ne faut pas prélever de produits en vrac.**

**Titre de l'enquête** : Aflatoxines dans les produits du maïs, les produits de noix, les raisins secs, les épices et le cacao

**Code du plan d'échantillonnage** : 2014\_SB433

**Numéros d'identification des échantillons** : C2014AFLA00001-C2014AFLA01000

Échantillonnage d'au moins 1 000 g de produit ou de cinq emballages du produit

Produits	À échantillonner	À ne pas échantillonner
Produits du maïs	<ul style="list-style-type: none"><li>○ Céréales de maïs</li><li>○ Tacos de maïs</li><li>○ Tortillas et croustilles de maïs</li><li>○ Grains de maïs (soufflés ou non)</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>○ Céréales mélangées contenant du maïs</li><li>○ Tortillas à base de farine de blé</li><li>○ Maïs soufflé au caramel ou à toute autre saveur</li></ul>
Noix sans coque	<ul style="list-style-type: none"><li>○ Noix écalées ou non, rôties ou assaisonnées</li><li>○ Amandes</li><li>○ Noix du Brésil</li><li>○ Arachides</li><li>○ Pistaches</li><li>○ Noix de Grenoble</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>○ Mélange de noix</li><li>○ Noix confites</li><li>○ Mélange montagnard contenant des noix</li><li>○ Mélanges de grignotines</li></ul>
Beurres de noix	<ul style="list-style-type: none"><li>○ Amandes</li><li>○ Noisettes</li><li>○ Arachides</li><li>○ Autres beurres de noix (p. ex. pistaches et noix macadamia)</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>○ Beurres de noix au chocolat ou aromatisés</li><li>○ Beurre de soja</li><li>○ Autres produits à base de noix</li></ul>
Raisins secs	<ul style="list-style-type: none"><li>○ Dorés</li><li>○ De Smyrne</li><li>○ Thompson</li><li>○ De Corinthe</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>○ Mélanges de produits contenant des raisins secs (p. ex. mélanges montagnards)</li></ul>
Épices	<ul style="list-style-type: none"><li>○ Poudre de chili</li><li>○ Paprika (piquant, hongrois, nature, fumé, espagnol, doux)</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>○ Mélanges d'épices</li></ul>
Poudre de cacao	<ul style="list-style-type: none"><li>○ Naturelle</li><li>○ Procédé hollandais</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>○ Mélanges pour chocolat chaud</li></ul>

**Appendice III de l'Annexe A**  
**Formulaire de soumission d'échantillon**



Canadian Food  
Inspection Agency

Agence canadienne  
d'inspection des aliments

**RENSEIGNEMENTS SUR L'ÉCHANTILLON –**

Plan d'action pour assurer la sécurité des produits alimentaires (PAASPA)

Enquêtes ciblées - 2013-2014. PLAN D'ÉCHANTILLONNAGE : 2013\_AB123

IMPORTATION - CHIM.	IMPORTATION - MICRO.	DOMESTIQUE - CHIM.	DOMESTIQUE - MICRO.
Date de l'échantillonnage : 1 <sup>er</sup> juillet 2013		N° de l'échantillon (inscrire le numéro au complet) : C2013ABCD01234	
Laboratoire de collecte : Agence canadienne d'inspection des aliments (ACIA)			
Laboratoire de l'entrepreneur : XXXXX SERVICES DE LABORATOIRE LTÉE			
Lieu de vente au détail (nom complet et adresse) : XXXXX ÉPICERIE 1234, RUE PRINCIPALE, OTTAWA (ONT.) A1B 2C3			
Description du produit et code universel des produits (CUP) (le cas échéant) : JUS D'ORANGE			
Nom du produit : TOUT JUS EN CONSERVE			
Nom de marque : XXXXX			
Pays d'origine : CANADA		N° de suivi de l'envoi : 1234567890	
N° de lot : 012345678		Date d'expiration : 31 JUILLET 2013	
Taille de l'unité : 2 X 250 ML		Type de contenant : BOUTEILLE EN PLASTIQUE	
Adresses de l'éleveur / de l'importateur / de l'emballleur / du distributeur : xxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxxx			
Échantillonnage par : _____ JOHN DOE		N° de téléphone : 613-XXX-XXXX	
N° d'identification du Lab Sample Tracking System (LSTS):			
Date de réception :		Température à la réception :	

\*\*\*Veuillez écrire lisiblement\*\*\*



## **Appendice IV à l'annexe A**

### **Exigences relatives aux photos des échantillons**

Au moins deux photos numériques doivent être fournies pour chaque échantillon et elles doivent être transmises au responsable technique avant que l'échantillon soit analysé. D'autres photos seront exigées si certains détails relatifs à l'échantillon ne sont pas visibles. Les photos doivent avoir une taille entre 1600 X 1200 ppi et 2592 X 1944 ppi.

- Une ou plusieurs photos doivent montrer l'ensemble de l'échantillon, y compris l'emballage.
- Une ou plusieurs photos doivent montrer le numéro de l'échantillon et le code du plan (marqué ou étiqueté par l'échantillonneur) ainsi que l'emballage.
- Une ou plusieurs photos doivent montrer clairement les renseignements imprimés sur le produit, c.-à-d. marque, numéro de lot, date d'expiration, ingrédients, etc.
- Toutes les photos doivent être en format jpg. Le nom des fichiers des photos doivent comprendre le numéro de l'échantillon, suivi des lettres appropriées pour identifier l'angle de présentation. Dans les cas où un côté apparaît sur plus d'une photo, il faut ajouter un numéro à la fin du nom, c.-à-d. C2014ABCD12345\_F1.jpg
  - « F » pour face avant
  - « B » pour face arrière
  - « L » pour côté gauche
  - « R » pour côté droit
  - « T » pour dessus
  - « BM » pour dessous
- Pour les articles contenus dans une boîte, jusqu'à sept photos pourraient être nécessaires pour montrer tous les côtés (face avant, face arrière, côté gauche, côté droit, dessus, dessous et vue d'ensemble).
- Les photos soumises devraient ressembler à celles ci-après. La qualité des photos doit être suffisante pour que tous les renseignements exigés soient visibles (image agrandie ou non), y compris le code CUP et LOI au besoin.
- Tout autocollant, ruban ou autre marque ne doit pas cacher les renseignements sur l'emballage d'origine.

Voir les exemples de photos ci-après.

Photo n° 1 : C2013ABCD01234\_F

Photo n° 2 : C2012ABCD01234\_F1

Photo n° 3 : C2012ABCD01234\_B

Photo n° 1

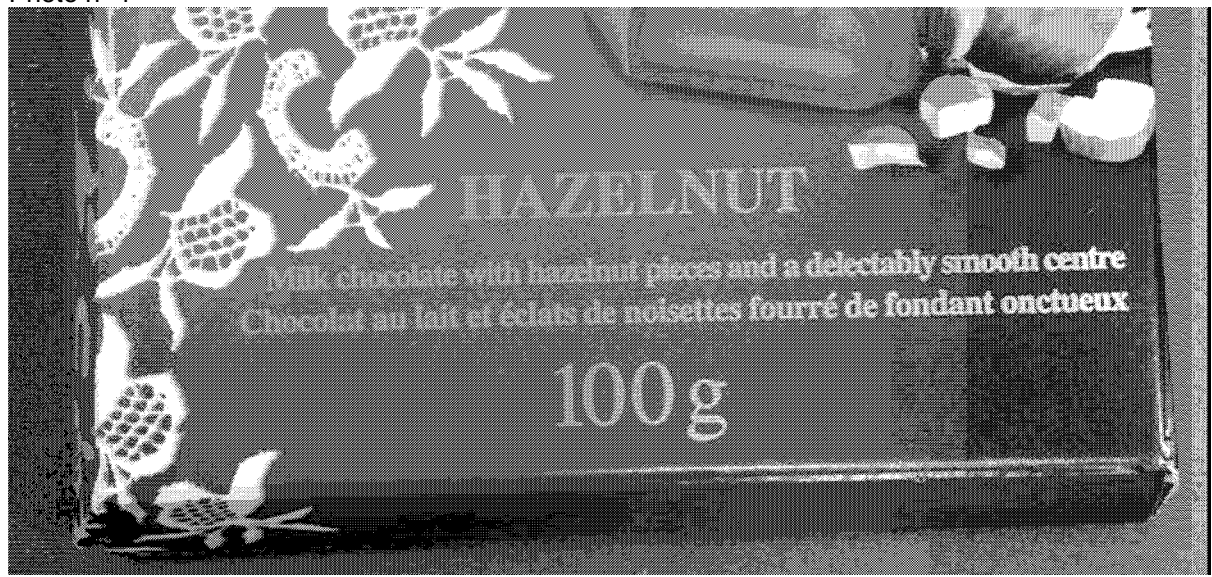



Photo n° 2



  
**LINDT & SPRÜNGLI**  
 MAÎTRE CHOCOLATIER SUISSE DEPUIS 1845

### Nutrition Facts Valeur nutritive

Per 6 squares (33 g) / pour 6 carrés (33 g)

Amount Teneur	% Daily Value % valeur quotidienne
<b>Calories / Calories</b> 200	
<b>Fat / Lipides</b> 15 g	<b>24 %</b>
Saturated / saturés 11 g + Trans / trans 0.1g	<b>53 %</b>
<b>Cholesterol / Cholestérol</b> 5 mg	
<b>Sodium / Sodium</b> 40 mg	<b>2 %</b>
<b>Carbohydrate / Glucides</b> 14 g	<b>5 %</b>
Fibre / Fibres 1 g	<b>3 %</b>
Sugars / Sucres 11 g	
<b>Protein / Protéines</b> 2 g	
Vitamin A / Vitamine A	0 %
Vitamin C / Vitamine C	0 %
Calcium / Calcium	6 %
Iron / Fer	6 %

**INGREDIENTS:**  
SUGAR, COCOA BUTTER, MILK INGREDIENTS, COCONUT OIL, COCOA MASS, HAZELNUTS, PALM KERNEL OIL, LACTOSE, PALM OIL, SOYA LECITHIN, BARLEY MALT EXTRACT, ARTIFICIAL FLAVOUR. MAY CONTAIN TRACES OF PEANUTS AND ALMONDS.

**INGRÉDIENTS:**  
SUCRE, BEURRE DE CACAO, SUBSTANCES LAITIÈRES, HUILE DE COCO, PÂTE DE CACAO, NOISETTES, HUILE DE PALMISTE, LACTOSE, HUILE DE PALME, LÉCITHINE DE SOJA, EXTRAIT DE MALT D'ORGE, ARÔME ARTIFICIEL. PEUT CONTENIR DES TRACES D'ARACHIDES ET D'AMANDES.

[www.lindt.com](http://www.lindt.com)

**QUALITY GUARANTEE**  
 Chocoladefabriken Lindt & Sprüngli AG  
 Kilchberg/Switzerland/Suisse  
**GARANTIE DE QUALITÉ**


Manufactured by / Fabriqué par:  
Lindt & Sprüngli AG (Switzerland/Suisse)  
Imported by / Importé par:  
Lindt & Sprüngli (Canada), Inc.,  
Toronto, ON M5H 3M7

18 squares / 18 carrés

STORE IN A COOL AND DRY PLACE  
A CONSERVER AU FRAIS ET AU SEC

Best before / Meilleur avant:  
30 06 2013  
L5742

0 37466 08293 6



C2013ABCD01234  
 2013\_SB567

## **Appendice V de l'Annexe A**

### **Critères d'entreposage et d'expédition des échantillons**

Les échantillons seront transportés jusqu'au laboratoire d'analyse de l'entrepreneur, conformément aux normes suivantes :

1. Tous les échantillons doivent arriver à destination et être analysés (y compris faire l'objet d'une nouvelle analyse et d'une confirmation) avant la date d'expiration du produit.
2. Les échantillons périssables doivent être expédiés par service de messagerie de 24 heures.
3. Les échantillons de longue conservation doivent être expédiés par voie terrestre, sauf indication contraire.
4. Les tubercules de pommes de terre doivent être expédiés et entreposés en étant exposés le moins possible à la lumière. Les résultats relatifs aux tubercules endommagés ou verts seront rejetés dans le cadre de l'enquête sur les glycoalcaloïdes.
5. Les échantillons excédant la température maximale à l'arrivée ou dont l'intégrité, ou celle de l'emballage, a été compromise, doivent être rejetés par l'entrepreneur.

L'entreposage et le transport des échantillons de laboratoire doivent se dérouler dans des conditions qui permettent d'éviter toute altération des produits. Il convient donc de suivre les directives ci-dessous :

1. Livrer les échantillons de longue conservation au laboratoire dans un délai de deux semaines.
2. En ce qui a trait aux échantillons périssables, les mettre au frais rapidement à une température se situant entre 0 et 5 degrés Celsius avant de les envoyer. Si les échantillons périssables ne sont pas envoyés immédiatement, ceux-ci devraient être gardés au réfrigérateur.
3. Transporter les échantillons périssables dans un contenant d'expédition avec un agent réfrigérant pouvant maintenir les échantillons à une température se situant entre 0 et 7 degrés Celsius.
4. Transporter les échantillons réfrigérés dans des contenants d'expédition rigides isothermes afin qu'ils parviennent au laboratoire en bonne condition.
5. La taille des contenants d'expédition devrait être suffisante pour contenir les échantillons.
6. Les contenants d'expédition ainsi que les matériaux de réfrigération et d'emballage doivent être propres, secs et aseptiques.
7. Les échantillons devraient être emballés serrés pour empêcher le ballotement à l'intérieur du contenant d'expédition, mais pas trop serrés pour ne pas comprimer ou abîmer les échantillons pendant le transport. Utiliser des feuilles de journal chiffonnées, du papier déchiqueté, des morceaux de styromousse ou tout autre matériau convenable.
8. Ne pas congeler les produits réfrigérés.

<b>Manuel des méthodes d'analyse de la composition des aliments du</b>
<b>Laboratoire de Burnaby (Willingdon Green)</b>

BFCL-002 Contrôle du document n° 1
------------------------------------

**Aflatoxines dans les produits alimentaires – Méthode d'analyse sur  
colonne d'immunoaffinité  
(basée sur les documents AOAC 990.33 et AOAC 991.31(2000))**

La présente méthode est appliquée conformément aux procédures décrites dans les documents AOAC 990.33 et AOAC 991.31 (2000). Elle est basée sur la purification sur une colonne d'immunoaffinité (AOAC 991.31 Section E - *Preparation and extraction of samples*, et Section F - *Affinitycolumnchromatography*), et l'utilisation d'un système de CLHP avec détecteur de fluorescence (AOAC 990.33 section H - *Derivatization*, et section I - *LC Determination*), et sur la dérivation en sortie de colonne (Journal of Chromatography, 367), 231-236, 1986).

**\*Portée et application**

Cette méthode est applicable aux noix et aux produits à base de noix, au maïs et aux produits céréaliers à base de maïs, aux dattes et aux fruits séchés.

**\*Principe**

Les échantillons sont soumis à une extraction avec NaCl et une solution aqueuse de méthanol. Les filtrats sont purifiés sur des colonnes d'immunoaffinité, soumis à une dérivation, puis analysés par CLHP avec détection par fluorescence.

**Notes importantes**

- Les aflatoxines sont classées dans le Groupe 1 des cancérigènes, un groupe ne comprenant que les produits dont la cancérigénicité a été prouvée chez les humains. Prendre toutes les précautions nécessaires lors de la préparation et de l'analyse des échantillons.
- La contamination par les mycotoxines de certains produits, comme les noix, s'effectue le plus souvent sous forme de « poches recélant des concentrations élevées », ces poches n'étant pas forcément distribuées de manière aléatoire. L'échantillon disponible doit donc être analysé au complet.
- Pour les échantillons de noix comportant les coquilles, les résultats d'analyse doivent être compilés et déclarés seulement pour la partie chair de la noix.

- Éteindre l'éclairage au plafond et n'utiliser que des hottes équipées de lampes à faible émission dans l'UV lors de la manipulation des échantillons et des étalons.
- La présente méthode décrit deux procédures de dérivation. Chacune de ces procédures peut être utilisée mais la procédure en sortie de colonne est préférée.

## Description de la méthode

### I) Équipement

CLHP : Waters 6000A; détecteur de fluorescence à balayage Waters Multi 8 2475, ou l'équivalent  
Colonne : Supelcosil LC-18, 25 cm x 4,6 mm, ou l'équivalent  
Colonne de garde : Waters C18 Novapak ou l'équivalent  
Colonne d'affinité : Colonne Aflatest P (Vicom, 29 Mystic Ave, Somerville, MA 02145).

### II) Matériel et réactifs

Méthanol, acétonitrile (ACN) de qualité CLHP, eau de qualité CLHP (MQ, désionisée, de qualité CLHP), chlorure de sodium  
Papier filtre Whatman n° 1  
Filtre en microfibre de verre  
Bromure de potassium  
Acide nitrique  
Système de dosage des mycotoxines AflaTest (colonne d'immunoaffinité VICAM, pièce numéro 1682D) ou l'équivalent  
Disques filtrants en PTFE de 0,45 µm

### \*Préparation des solutions étalons et des échantillons enrichis

Préparer chacune des solutions étalons d'aflatoxine (approximativement à 10 µg/mL) dans l'acétonitrile. Déterminer la concentration exacte de chaque solution par absorbance UV, comme décrit dans le document AOAC 971.22, en utilisant les coefficients d'absorption molaire (ε) suivants : 20700 pour l'aflatoxine B1, 22500 pour l'aflatoxine B2, 17600 pour l'aflatoxine G1 et 18900 pour l'aflatoxine G2. Les solutions mères étalons doivent être utilisées dans les 12 mois qui suivent leur préparation lorsqu'elles sont entreposées à -20°C.

Étalonner le spectromètre UV-Vis conformément au MON 64uvvis avant de déterminer la concentration des solutions mères étalons. Déterminer la concentration exacte en fonction de l'absorbance UV maximale à une longueur d'onde proche de 350 nm à l'aide de l'équation suivante :

$$C_{\text{sol. mère}} (\text{g/mL}) = A_{\text{max}} \times PM \times 1000 / \epsilon$$

C sol. mère(g/mL) d'aflatoxine B<sub>1</sub>=A<sub>max</sub>× 15,09  
C sol. mère(g/mL) d'aflatoxine B<sub>2</sub>=A<sub>max</sub>× 13,9  
C sol. mère(g/mL) d'aflatoxine G<sub>1</sub>=A<sub>max</sub>× 18,65  
C sol. mère(g/mL) d'aflatoxine G<sub>2</sub>=A<sub>max</sub>× 17,48

Transférer une quantité appropriée de chaque solution mère d'aflatoxine dans une fiole jaugée et compléter avec de l'acétonitrile pour obtenir une solution mère en mélange contenant 0,25 µg/mL d'aflatoxines B1 et G1 et 0,125 µg/mL d'aflatoxines B2 et G2. Les solutions mères en mélange doivent être utilisées dans les 3 mois qui suivent leur préparation lorsqu'elles sont entreposées à - 20°C.

Volume en mL d'aflatoxines B1 et G1 à diluer = (0,25 µg/mL \* 10 mL) / C<sub>sol. mère</sub>  
Volume en mL d'aflatoxines B2 et G2 à diluer = (0,125 µg/mL \* 10 mL) / C<sub>sol. mère</sub>

Préparation des solutions étalons de travail :

Ajouter une solution de 10 % d'acétonitrile dans l'eau à 100 µL de mélange étalon pour obtenir un volume final de 10 mL après dérivatisation (pour la procédure précolonne), ou sans dérivatisation (pour la procédure postcolonne) et des aires de pics de CLHP équivalent à 5 ppb d'aflatoxines B1 et G1 et 2,5 ppb d'aflatoxines B2 et G2 dans 50 g d'échantillon. Pour tout autre niveau de concentration, ajuster les volumes en proportion.

Pour préparer un échantillon enrichi de 5 ppb d'aflatoxine B1 et G1 et de 2,5 ppb d'aflatoxine B2 et G2, enrichir 50,0 g de matrice témoin (plus 10 g de NaCl) avec 1 mL de solution étalon mère. Pour tout autre niveau d'enrichissement, ajuster les volumes en proportion.

Pour les fruits secs (p. ex. les dattes), pour préparer un échantillon enrichi de 5 ppb d'aflatoxine B1 et G1 et de 2,5 ppb d'aflatoxine B2 et G2, enrichir 100,0 g d'une bouillie dattes-eau témoin (plus 10 g de NaCl) avec 1 mL de solution étalon mère. La bouillie contient 50,0 g de chair de fruit sec et 50,0 mL d'eau. Pour tout autre niveau d'enrichissement, ajuster les volumes en proportion.

### III) Procédure

#### a) Sous-échantillonnage



Les échantillons sont fournis par les inspecteurs de l'ACIA, conformément aux spécifications du Programme des enquêtes sur la salubrité des aliments de l'ACIA. Si nécessaire, les échantillons sont broyés à l'aide d'un broyeur Retsch ou d'un broyeur Hobart, puis homogénéisés à l'aide d'un mélangeur Hobart. Un sous-échantillon d'environ 500 g est prélevé puis entreposé dans le réfrigérateur-chambre.

Les échantillons de dattes doivent être broyés avec le broyeur Hobart puis laissés à tremper dans l'eau toute la nuit afin de les ramollir et faciliter leur mélange et leur homogénéisation ultérieurs. La quantité d'eau à utiliser est proportionnelle à la quantité d'échantillon. Par exemple, 1 kg de dattes doit être broyé puis mis à tremper dans 1 L d'eau. Le mélange dattes-eau peut ensuite être homogénéisé à l'aide du mélangeur Hobart pour obtenir une bouillie. Un sous-échantillon d'environ 1000 g est prélevé puis entreposé dans le réfrigérateur-chambre.

b) Extraction des échantillons

Peser 50,0 g d'échantillon et 10 g de NaCl dans un récipient d'un litre pour mélangeur. Ajouter 250 mL d'une solution aqueuse à 60 % de méthanol dans le récipient, couvrir puis mélanger à haute vitesse (à une vitesse suffisante pour bien mélanger sans éclabousser) pendant 3 minutes. Filtrer sur filtre papier Whatman n° 1 ou l'équivalent. Il peut être utile de centrifuger si la séparation est lente.

Pour les dattes, peser 100,0 g de bouillie de dattes homogénéisée et 10 g de NaCl dans un récipient de 1 litre conçu pour le mélangeur. Ajouter 200 mL d'une solution aqueuse à 75 % de méthanol dans le récipient, couvrir puis mélanger à haute vitesse (à une vitesse suffisante pour bien mélanger sans éclabousser) pendant 3 minutes. Filtrer sur filtre papier Whatman n° 1 ou l'équivalent. Il peut être utile de centrifuger si la séparation est lente. À ce stade, la quantité d'échantillon utilisée ainsi que la proportion de solvant et d'eau sont les mêmes que pour les autres denrées. La suite de la procédure pour les échantillons de dattes est la même que pour les autres denrées.

Verser 20 mL d'extrait filtré dans un récipient. Ajouter 20 mL d'eau Milli-Q et bien mélanger.

Filtrer l'extrait dilué sur un filtre en microfibre de verre ou l'équivalent immédiatement avant la chromatographie sur colonne d'affinité. LE FILTRAT DOIT ÊTRE LIMPIDE.

c) Chromatographie sur colonne d'affinité

Noter le numéro de lot des colonnes AflaTest dans la feuille de calcul. Si aucun dosage d'aflatoxine n'a été effectué depuis plus de deux mois, vérifier le bon fonctionnement des colonnes d'immunoaffinité en injectant un étalon dilué dans un blanc de réactif sur une colonne avant de procéder à l'analyse les

échantillons. Les taux de récupération doivent être satisfaisants (c.-à-d. satisfaire aux exigences de la méthode pour ce qui est des échantillons enrichis).

Raccorder une colonne Aflatest à un manifold à vide. Aspirer à la pipette la solution tampon présente dans la colonne puis fixer le cylindre d'une seringue jetable de 20 mL à l'extrémité de la colonne.

Injecter à l'aide d'une pipette 10 mL d'extrait filtré dans le cylindre de la seringue et passer sur la colonne en réglant le débit à environ 3 mL/min (env. 1 goutte/s) à l'aide du vide. Laver la colonne avec 20 mL d'eau MQ à 3 mL/min. Casser le vide et retirer la colonne du manifold. Utiliser des lingettes Kimwipe et des cotons-tiges pour éliminer tout excès d'eau à l'entrée et à la sortie de la colonne.

Éluer lentement les aflatoxines à travers la colonne en y faisant passer deux fois 1,0 mL d'acétonitrile. L'acétonitrile devrait traverser la colonne en 1 à 2 minutes environ; contrôler le débit à l'aide d'une seringue de 20 mL. Recueillir l'éluant dans un tube à essai gradué de 15 mL.

d) Dérivatisation

i) Dérivatisation précolonne

FAIRE ÉVAPORER JUSQU'À DESSICCATION COMPLÈTE sous courant de  $N_2$  à environ 45°C. Réduire au minimum le temps durant lequel le résidu est laissé à l'état sec. Ajouter 200 µL d'hexane et 60 µL d'acide trifluoroacétique aux résidus secs présents dans le flacon puis mélanger pendant 30 secondes. Laisser reposer le mélange pendant 5 min puis ajouter 1,94 mL d'un mélange  $H_2O/ACN$  (90/10) dans le flacon et mélanger pendant 30 secondes. Laisser les phases se séparer pendant au moins 10 min. La phase aqueuse, au niveau inférieur, est utilisée pour les analyses par CLHP.

La même procédure de dérivation est appliquée aux étalons mais on utilise alors 10 mL de la solution aqueuse.

ii) Dérivatisation postcolonne

Faire évaporer jusqu'à l'obtention d'un volume compris entre 0,2 et 0,5 mL, sous courant de  $N_2$ , à environ 45°C, puis ajouter suffisamment d'eau pour obtenir un volume final de 2,0 mL. Bien mélanger. Transférer les échantillons dans des flacons en verre pour CLHP en les filtrant sur des membranes en PTFE de 0,45 µm pour faire en sorte que les échantillons ne contiennent aucune particule.

Analyser les étalons en duplicata avant de procéder à l'analyse des échantillons. Injecter à nouveau les étalons après l'analyse du dernier échantillon.

**\*Spécifications locales**

a) Dérivatisation postcolonne

Pour installer la cellule Kobra en ligne, suivre les instructions d'installation fournies par R-Biopharm Rhône.

Pour préparer la phase mobile à utiliser pour la dérivatisation postcolonne, ajouter 119 mg de bromure de potassium et 350 mL d'acide nitrique 4 M à 1 L de H<sub>2</sub>O. Bien mélanger.

<p><u>Mode opératoire recommandé pour la CLHP</u></p> <p>Phase mobile : H<sub>2</sub>O/CH<sub>3</sub>OH/CH<sub>3</sub>CN (64/18/18)</p> <p>Débit : 1,0 à 1,2 mL/min</p> <p>Pression approximative : 2000 lb/po<sup>2</sup></p> <p>Colonne : Supelcosil LC-18 (4,6 mm x 25 cm) ou l'équivalent</p> <p>Pression approximative : 2000 lb/po<sup>2</sup></p> <p>Colonne de garde : Waters C18 ou l'équivalent</p> <p>Cellule Kobra : courant de 20 µA Volume injecté : 50 µL</p> <p>Durée de l'analyse : 25 min</p> <p><u>Temps de rétention approximatifs</u></p> <p>T.r. de l'aflatoxine G2 = 12 min</p> <p>T.r. de l'aflatoxine G1 = 14 min</p> <p>T.r. de l'aflatoxine B2 = 17 min</p> <p>T.r. de l'aflatoxine B1 = 21 min</p>	<p><u>Paramètre pour le détecteur de fluorescence</u></p> <p>Excitation : 364 nm</p> <p>Émission : 434 nm</p> <p>Gain : x 1</p> <p>Filtre : 4,0 sec</p> <p><u>Performances</u></p> <p>Séparation : ligne de base</p> <p>Reproductibilité : CV :</p> <p>36 % pour B1 à 1 ppb</p> <p>27 % pour B2 à 0,5 ppb</p> <p>17 % pour G1 à 1 ppb</p> <p>23 % pour G2 à 0,5 ppb</p> <p>Taux de récupération : 70 à 110 %, moyenne pour 4 aflatoxines (pour G2, taux de récupération &gt; 50 %).</p> <p>Limite de détection : 0,5-1 ppb</p> <p>Seuil de déclaration : 1 ppb pour chaque aflatoxine</p>
--	---

b) Dérivatisation précolonne

<p><u>Mode opératoire recommandé pour la CLHP</u></p> <p>Phase mobile : H<sub>2</sub>O/CH<sub>3</sub>OH/CH<sub>3</sub>CN (64/18/18)</p> <p>Débit : 1,0 à 1,2 mL/min</p> <p>Pression approximative : 2000 lb/po<sup>2</sup></p> <p>Colonne : Supelcosil LC-18 (4,6 mm x 25 cm) ou l'équivalent</p> <p>Pression approximative : 2000 lb/po<sup>2</sup></p> <p>Colonne de garde : Waters C18 ou l'équivalent</p>	<p><u>Paramètre du détecteur de fluorescence</u></p> <p>Excitation : 364 nm</p> <p>Émission : 434 nm</p> <p>Gain : x 1</p> <p>Filtre : 4,0 sec</p> <p><u>Performances</u></p> <p>Séparation : ligne de base</p> <p>Reproductibilité : CV :</p> <p>36 % pour B1 à 1 ppb</p> <p>27 % pour B2 à 0,5 ppb</p>
---	--

Volume injecté : 50 µL Durée de l'analyse : 25 min  <u>Temps de rétention approximatifs</u> T.r. de l'aflatoxine G1 = 12 min T.r. de l'aflatoxine B1 = 14 min T.r. de l'aflatoxine G2 = 17 min T.r. de l'aflatoxine B2 = 21 min	17 % pour G1 à 1 ppb 23 % pour G2 à 0,5 ppb Taux de récupération : 70 à 110 %, moyenne pour 4 aflatoxines (pour G2, taux de récupération > 50 %). Limite de détection : 0,5 -1 ppb Seuil de déclaration : 1 ppb pour chaque aflatoxine
--	---

Incertitude :13,3 ppb pour une concentration totale en aflatoxines de 60,2 ppb.

Les données utilisées pour estimer la précision de la présente méthode proviennent d'un échantillon témoin dans lequel ont été antérieurement détectées les aflatoxines B1 et B2. Cet échantillon est analysé lors de chaque série d'analyses. Calculer les écarts-types relatifs (E.-T.R) pour les résultats concernant les aflatoxines B1 et B2. L'échantillon ne contenant ni aflatoxine G1 ni aflatoxine G2, estimer les E.-T.R. pour ces deux produits à partir des E.-T.R. des aflatoxines B1 et B2. Calculer les écarts-types pour les teneurs spécifiées pour chaque toxine puis les combiner pour obtenir une estimation de la précision globale de la méthode.

Incertitude élargie :0,6 ppb pour une concentration en aflatoxines B1 de 5,2 ppb.

Les données utilisées pour estimer la précision de la présente méthode proviennent de l'analyse d'un produit de référence étalon du NIST dont l'analyse a montré qu'il contenait les aflatoxines B1, B2 et G1. Analyser cet échantillon lors de chaque série d'analyses. Calculer les écarts-types relatifs (E.-T.R) pour les résultats concernant les aflatoxines B1 et B2. Seuls les résultats pour l'aflatoxine B1 sont mentionnés dans le présent document, principalement parce que c'est le composant majoritaire dans la plupart des échantillons à analyser.

#### **\*Détails de la feuille de calcul**

Modèle	Document du SGDDI n° 585337
Titre	Aflatoxine JJ-MM-AA init, où « init » sont les initiales de l'analyste
Organisation	RAU6A
Numéro de dossier	35 35201
Type de document	TECH
Notes/N° de suivi	Worksheet-chem
Accès	Laboratoire de Burnaby, Tout le personnel – Personnalisé (désélectionner « Edit Profile ») Laboratoire de Burnaby, AAQ – accès complet

**\*Mise en œuvre de la méthode**

Une courbe d'étalonnage comportant un ou plusieurs points est utilisée. Dans le premier cas, les échantillons sont dilués de manière à provoquer une réponse du détecteur se situant entre 50 et 150 % de la réponse obtenue pour l'étalon. Pour chaque série d'analyse, on fait également passer un échantillon enrichi (denrée testée ou échantillon témoin ne contenant pas d'aflatoxine) ainsi qu'un échantillon de contrôle de la qualité (denrée dosée antérieurement et contenant une ou plusieurs aflatoxines).

Si la concentration totale d'aflatoxines s'avère > 8 ppb, répéter l'analyse avec deux réplicats supplémentaires et déclarer la valeur moyenne obtenue pour ces trois dosages. Si la concentration totale des aflatoxines s'avère > 15 ppb, passer un échantillon supplémentaire non dérivatisé, pour confirmation, afin de voir si la concentration en aflatoxines G1 et B1 est considérablement réduite, ou en discuter avec le directeur scientifique.

Les échantillons de pistaches iraniennes sont analysés en triplicat.

**Points critiques à maîtriser**

Point critique	Maîtrise acceptable
Photosensibilité des aflatoxines	Utilisation d'un éclairage à faible émission d'UV durant les analyses
Évaporation du solvant (seulement pour la procédure de dérivatisation précolonne)	Faire évaporer jusqu'à dessiccation complète sous courant de N <sub>2</sub> à environ 45°C. Réduire au minimum le temps durant lequel le résidu est laissé à l'état sec.

**\*Déclaration des résultats**

Déclarer séparément les résultats d'analyse pour chacune des aflatoxines. La concentration totale en aflatoxines doit également être déclarée pour chaque spécimen. Calculer la concentration totale en aflatoxines comme étant la somme de toutes les concentrations en aflatoxine trouvées positives.

Les résultats doivent être interprétés comme suit :

- Si la concentration totale des aflatoxines est inférieure à la limite de détection, mentionner « non détecté ». Entrer « <0 » dans le champ résultat pour que le SIESAL insère automatiquement la phrase « non détecté au seuil de déclaration » dans le rapport d'analyse.
- Concentration totale en aflatoxines inférieure ou égale à 15 ppb : Satisfaisant
- Concentration totale en aflatoxines entre 15 et 23 ppb - Enquête de suivi

- Concentration totale en aflatoxines supérieure à 23 ppb : Insatisfaisant, en violation des dispositions du Règlement sur les aliments et drogues B.01.046(1)(n).

Pour les épreuves d'agrément, déclarer les résultats conformément aux instructions accompagnant les échantillons utilisés pour les épreuves.

<i>Pourcentage pondéral de chair dans les noix possédant une coquille</i>	
<b>Type de noix</b>	<b>Chair (% du poids)</b>
Arachides	70
Pistaches	50
Noix du Brésil	50

(Valeurs provenant des spécifications fournies par la Direction des aliments de la Direction générale de la protection de la santé (aujourd'hui Santé Canada); méthode HPB-FC-14, 1996).

### **Signature**

---

Directeur scientifique

Date

**Document CONFIDENTIEL une fois rempli****Section et code de section :** Chimie CHE**Numéro du document de mode opératoire normalisé :**  
SOM-DAR-CHE-053-04 RE-WRITE**Titre du document :** Spéciation de l'arsenic dans divers aliments**PAGE COUVERTURE D'APPROBATION**

La page couverture constitue la preuve de l'approbation finale du document de mode opératoire normalisé. À la diffusion d'une nouvelle version du document, la page d'approbation sera remplacée et archivée avec l'original du document périmé.

	NOM	SIGNATURE	DATE
Modifié par	Melanie Casey		
Initiateur	Connie Samson		
Directeur de laboratoire	William Lanterman		
Gestionnaire de section	Cory Murphy		
Revu par Membre du comité sur la qualité	Bree-Ann Lightfoot, PAQ		

Date d'activation : 20121025

**COPIE NON CONTRÔLÉE****\* SOM-CHE-053-04 \***

## SPÉCIATION DE L'ARSENIC DANS DIVERS ALIMENTS

### 1 OBJET

- 1.1 La méthode fournir les renseignements précis qui permettent de doser l'arsenic inorganique (acide arsénique et trioxyde de diarsenic) et l'arsenic organique (arsénobétaïne, arsénocholine, acide méthylarsonique, acide diméthylarsinique) dans des aliments au moyen de la chromatographie liquide à haute performance (CLHP) et de la spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence (SM-PIHF).

### 2 RÉFÉRENCES

- 2.1 Charlebois, R. et S.B. Godefroy. 2008. *Rapport sommaire du Comité des sciences sur la salubrité des aliments 2008*.
- 2.2 D'Amato, M., Forte, G., and Caroli, S. 2004. Identification and Quantification of Major Species of Arsenic in Rice. *J. AOAC Int.* Vol. 87 (1), 238-243.
- 2.3 Kohlmeier, U., Jantzen, E., Kuballa, J., and Jakubik, S. 2003. Benefits of High Resolution IC-ICP-MS for the Routine Analysis of Inorganic and Organic Arsenic Species in Food Products of Marine and Terrestrial Origin. *Anal Bioanal Chem.* Vol. 377 (1), 6-13.
- 2.4 Heitkemper, D.T., Vela, N.P., Stewart, K.R., and Westphal, C.S. 2001. Determination of Total and Speciated Arsenic in Rice by Ion Chromatography and Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry. *J. Anal. At. Spectrom.* Vol. 16, 299-306.
- 2.5 Vela, N.P., and Heitkemper, D.T. 2004. Total Arsenic Determination and Speciation in Infant Food Products by Ion Chromatography-Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry. *J. AOAC Int.* Vol. 87 (1), 244-252.
- 2.6 Almela, C., Laparra, J-M., Vélez, D., Barberá, R., Farré, R., and Montora, R. 2005. Arsenosugars in Raw and Cooked Edible Seaweed: Characterization and Bioaccessibility. *J. Agric. Food Chem.*, Vol. 53 (18), 7344-7351.
- 2.7 Control Charts, Standard Operating Procedures SOP-DAR-LAB-002.
- 2.8 FDA Foods Program Guidelines for Chemical Methods. Version 1.0 2/28/2012. US Food and Drug Administration Office of Foods. Guidelines for the Validation of Chemical Methods for the FDA Foods Program.
- 2.9 EU Document No. SANCO/12495/2011. "Method Validation and Quality Control Procedures for Pesticide Residues Analysis in Food and Feed".



### 3 PORTÉE

- 3.1 Cette méthode a été validée pour l'analyse d'espèces d'arsenic dans les céréales de riz pour nourrissons, les aliments en purée à base de poire pour nourrissons et l'eau. La méthode convient aux produits alimentaires qui se prêtent à la digestion enzymatique ou qui peuvent être dilués, filtrés et analysés sans autre traitement (p. ex. eau et jus).
- 3.2 Les plages d'analyse sont indiquées au tableau 1 de l'annexe 2.
- 3.3 L'analyse ne doit être réalisée que par des analystes formés et autorisés.

### 4 DÉFINITIONS

- 4.1 espèce – Terme qui renvoie aux différentes formes d'un élément.  
Habituellement, on se réfère aux espèces chimiques pour différencier les états de valence de l'élément (p. ex.  $\text{As}^{+3}$  et  $\text{As}^{+5}$ ) ou les composés élémentaires organiques et inorganiques (p. ex.  $\text{CH}_3\text{Hg}^+$  et  $\text{Hg}$ ).
- 4.2 spéciation – S'entend de la distinction, et habituellement de l'analyse quantitative, des différentes espèces d'un élément.
- 4.3 As (III) – Trioxyde de diarsenic, espèce d'arsenic inorganique ayant une valence de +3, soit  $\text{As}^{+3}$ .
- 4.4 As (V) – Acide arsénique, espèce d'arsenic inorganique ayant une valence de +5, soit  $\text{As}^{+5}$ .
- 4.5 équivalent arsenic – arsenic présent dans une molécule exprimé en arsenic élémentaire (74,9 g/mole).

### 5 MATÉRIEL NÉCESSAIRE

- 5.1 Équipement
- 5.1.1 Spatule en téflon ou équivalent.
- 5.1.2 Robot culinaire, Cuisinart, Robotcoupe Blixer BX64 ou équivalent.
- 5.1.3 Spex 6970EFM Cryomill et accessoires, ou équivalent.
- 5.1.4 Balance de précision de  $\pm 0,01$  g à  $\pm 0,0001$  g.
- 5.1.5 Pipetteurs à volume réglable, divers.
- 5.1.6 Pipettes Pasteur ou pipettes de transfert en plastique.

- 5.1.7 Tubes de plastique jetables de 50 mL avec bouchons, digitubes ou équivalent, rincés à l'eau désionisée et séchés.
- 5.1.8 Tubes à centrifuger jetables de 50 mL en polypropylène, avec bouchons, rincés à l'eau désionisée et séchés.
- 5.1.9 Tubes à microcentrifugation.
- 5.1.10 Tubes jetables en polypropylène à fond rond, 14 mL et 17 x 100 mm, avec bouchons-pression, tubes Falcon tubes ou équivalent.
- 5.1.11 Bouteilles téflon, capacités diverses.
- 5.1.12 Distributeur à volume réglable.
- 5.1.13 Fioles jaugées, capacités diverses.
- 5.1.14 pH-mètre avec solutions d'étalonnage.
- 5.1.15 Plaque et barres d'agitation.
- 5.1.16 Mélangeur Vortex.
- 5.1.17 Agitateur rotatif capable de fonctionner sur une longue période (au moins 16 heures) et pouvant recevoir un râtelier de 24 tubes à digestion.
- 5.1.18 Incubateur tout usage, modèle 1545 de VWR ou équivalent, capable de recevoir un agitateur rotatif, réglé à  $37^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ .
- 5.1.19 Centrifugeuse Allegra 25R de Beckman Coulter ou équivalent, pouvant atteindre 4750 tr/min (5250 g).
- 5.1.20 Microcentrifugeuse, modèle Galaxy 16D de VWR ou équivalent, pouvant atteindre 14 000 tr/min (16 000 g).
- 5.1.21 Filtres pour seringue en nylon de 13 ou 25 mm x 0,20  $\mu\text{m}$  ou équivalent.
- 5.1.22 Seringues Luer-Lok, 3 cc.
- 5.1.23 Filtres sous vide en nylon de 0,20  $\mu\text{m}$ , Phenomenex ou équivalent.
- 5.1.24 Appareil SM-PIHF de Perkin Elmer, Elan DRC II, ou équivalent, capable de détecter des masses comprises entre 5 et 250 u.m.a., relié au chromatographe en phase liquide pour analyser l'effluent de la colonne.
- 5.1.25 Chromatographe en phase liquide à haute performance capable de générer une vitesse d'écoulement régulière de 2 mL/min sous une

pression pouvant atteindre 2500 lb/po<sup>2</sup> avec un autoéchantillonneur permettant d'injecter un volume de 500 µL en une seule dose.

5.1.25.1 Colonne échangeuse d'anions Hamilton PRP-X100 de chromatographe en phase liquide, 250 mm x 4,1 mm et taille de particules de 10 µm, réf. 79433 ou équivalent.

5.1.25.2 Colonne de garde Hamilton PRP-X100, réf. 79446 ou équivalent.

## 5.1 Réactifs

5.2.1 Eau désionisée,  $\geq 18,0 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ .

5.2.2 Méthanol, Caledon, distillé dans un appareil tout en verre, n° de catalogue 6701-2 ou équivalent.

5.2.2.1 Solution d'extraction (méthanol à 25 % v/v) : verser 250 mL de méthanol dans une fiole jaugée de 1 L. Compléter avec de l'eau désionisée. Retourner pour mélanger.

5.2.3 Acide chlorhydrique concentré (HCl), 36,5 - 38 %, J.T. Baker, qualité réactif ACS, n° de catalogue 9530-33 ou équivalent.

5.2.3.1 HCl 5 M : ajouter 41 mL de HCl concentré à environ 60 mL d'eau désionisée dans une fiole jaugée de 100 mL. Compléter avec de l'eau désionisée. Retourner pour mélanger.

5.2.4 Hydroxyde d'ammonium concentré (NH<sub>4</sub>OH ou NH<sub>3</sub> liquide), 28,0 – 30 %, BDH Chemicals, qualité AnalaR ou équivalent, n° de catalogue B10011 ou ammoniacque liquide équivalent.

5.2.4.1 NH<sub>3</sub> à 12 % (v/v) : ajouter 12 mL de NH<sub>3</sub> concentré à environ 60 mL d'eau désionisée dans une fiole jaugée de 100 mL. Compléter avec de l'eau désionisée. Retourner pour mélanger.

5.2.5 Pronase (protéase) de *Streptomyces griseus*, Sigma-Aldrich, n° de catalogue P-5147 ou protéase équivalente. Conserver au congélateur.

5.2.5.1 Solution de protéase (60 mg/0,5 mL) : dissoudre 1,680 g de protéase dans 14 mL d'eau désionisée (cette quantité suffit pour 24 tubes). Préparer une solution fraîche tous les jours.

5.2.5.2 Solution de protéase (30 mg/0,5 mL) : dissoudre 0,840g de protéase dans 14 mL d'eau désionisée (cette quantité suffit pour 24 tubes). Préparer une solution fraîche tous les jours.

5.2.6 Lipase pancréatique de porc, MP Biomedicals, no de catalogue 100817 ou lipase équivalente. Conserver au congélateur.

- 5.2.7 Alpha-amylase, Sigma-Aldrich, 5 000 000 unités provenant de pancréas de porc, no de catalogue A-3176 ou équivalent. Réfrigérer.
- 5.2.8 Solution de lipase/alpha-amylase (30 mg/1,0 mL) : dissoudre 0,750 g de lipase et 0,750 g d'alpha-amylase dans 25 mL de la solution de méthanol à 25 % (cette quantité suffit pour 24 tubes). Préparer une solution fraîche tous les jours.
- 5.2.9 Carbonate d'ammonium  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ , Fisher, qualité CLHP ou équivalent, no de catalogue A651-500.
- 5.2.10 Acide tartrique (L),  $(\text{CHOH})_2(\text{CO}_2\text{H})_2$ , EMD Science, qualité ACS, no de catalogue TX0010-1, ou équivalent.
- 5.2.11 Étalon de référence avec valeur certifiée pour l'arsenic total (p. ex. farine de riz [NIST 1568a] ou éléments traces dans l'eau [NIST 1643e]).
- 5.2.12 Solutions étalons primaires
- 5.2.12.1 1000 mg/L de  $\text{As}^{+3}$  dans du HCl à 2 %, SpexCertiprep, no de catalogue SPEC-AS3 ou équivalent. Réfrigérer.
- 5.2.12.2 1000 mg/L de  $\text{As}^{+5}$  dans de l'eau, SpexCertiprep, no de catalogue SPEC-AS5 ou équivalent. Réfrigérer.
- 5.2.12.3 Arsénocholine (AsC), Wako Chemicals, no de catalogue 328-34921 ou équivalent. Conserver à la température ambiante.
- 5.2.12.4 Arsénobétaïne (AsB), Fluka Chemicals, degré de pureté purum p.a. (95 %), no de catalogue 11093 ou équivalent. Conserver à la température ambiante.
- 5.2.12.5 Acide méthylarsonique (AMA ou hexahydrate de méthylarsonate de disodium), Supelco, 97,5 %, no de catalogue PS-281 ou équivalent. Conserver à la température ambiante.
- 5.2.12.6 Acide diméthylarsinique (ADMA ou acide cacodylique), Sigma Aldrich, 98 %, no de catalogue C0125-10g ou équivalent. Conserver à la température ambiante.

**Remarque : Tous les étalons périment un an après la date de préparation des solutions mères.**

5.2.13 Solutions mères

- 5.2.13.1 AsC (2000 µg/mL) : mesurer 0,0200 g de AsC dans une fiole jaugée de 10 mL. Ajouter environ 5 mL de la solution de méthanol à 25 % v/v, puis retourner pour dissoudre. Compléter

avec la solution de méthanol à 25 % v/v et retourner pour mélanger. Réfrigérer.

5.2.13.2 AsB (500 µg/mL) : mesurer 0,0050 g de AsB dans une fiole jaugée de 10 mL. Ajouter environ 5 mL de la solution de méthanol à 25 % v/v , puis retourner pour dissoudre. Compléter avec la solution de méthanol à 25 % v/v et retourner pour mélanger. Réfrigérer.

5.2.13.3 AMA (2000 µg/mL) : mesurer 0,0200 g de AMA dans une fiole jaugée de 10 mL. Ajouter environ 5 mL de la solution de méthanol à 25 % v/v , puis retourner pour dissoudre. Compléter avec la solution de méthanol à 25 % v/v et retourner pour mélanger. Réfrigérer.

5.2.13.4 ADMA (1000 µg/mL) : mesurer 0,0100 g de ADMA dans une fiole jaugée de 10 mL. Ajouter environ 5 mL de la solution de méthanol à 25 % v/v , puis retourner pour dissoudre. Compléter avec la solution de méthanol à 25 % v/v et retourner pour mélanger. Réfrigérer.

5.2.13.5 As<sup>+3</sup> (1000 mg/L) : se reporter à l'étape 5.2.12.1.

5.2.13.6 As<sup>+5</sup> (1000 mg/L) : se reporter à l'étape 5.1.12.2.

#### 5.2.14 Étalons intermédiaires

5.2.14.1 Solution étalon intermédiaire As<sup>+3</sup>/ADMA (As<sup>+3</sup> – 20 µg/mL; ADMA – 10 µg/mL) : transférer 0,5 mL de la solution mère As<sup>+3</sup> et 0.25 mL de la solution mère ADMA dans une fiole jaugée de 25 mL. Compléter jusqu'au trait de jauge avec une solution de méthanol à 25 %. Réfrigérer.

5.2.14.2 Solution étalon intermédiaire As<sup>+5</sup>/AsC/AsB (As<sup>+5</sup> – 14 µg/mL; AsC – 20 µg/mL; AsB – 10 µg/mL) : transférer 0,35 mL de la solution mère As<sup>+5</sup> et 0.25 mL de la solution mère AsC et 0.50 mL de la solution mère AsB dans une fiole jaugée de 25 mL. Compléter avec une solution de méthanol à 25 %. Réfrigérer.

5.2.14.3 Solution étalon intermédiaire AMA (28 µg/mL) : transférer 0,35 mL de la solution mère AMA dans une fiole jaugée de 25mL. Compléter avec une solution de méthanol à 25 %. Réfrigérer.

#### 5.2.15 Étalons de travail

- 5.2.15.1 Étalon de travail à concentration élevée  $\text{As}^{+3}$ /ADMA ( $\text{As}^{+3}$  – 2,0 µg/mL; ADMA – 1,0 µg/mL) : transférer 2,5 mL de l'étalon de travail  $\text{As}^{+3}$ /ADMA dans une 25 mL fiole jaugée de 25 mL. Compléter avec une solution de méthanol à 25 %. Réfrigérer.
- 5.2.15.2 Étalon de travail à concentration faible  $\text{As}^{+3}$ /ADMA ( $\text{As}^{+3}$  – 200 ng/mL; ADMA – 100 ng/mL) : transférer 2,5 mL de l'étalon de travail  $\text{As}^{+3}$ /ADMA dans une fiole jaugée de 25 mL. Compléter avec une solution de méthanol à 25 %. Réfrigérer.
- 5.2.15.3 Étalon de travail  $\text{As}^{+5}$ /AsC/AsB ( $\text{As}^{+5}$  – 140 ng/mL; AsC – 200 ng/mL; AsB – 100 ng/mL) : transférer 0,25 mL de l'étalon de travail  $\text{As}^{+5}$ /AsC/AsB dans une 25 mL fiole jaugée de 25 mL. Compléter avec une solution de méthanol à 25 %. Réfrigérer.
- 5.2.15.4 Étalon de travail AMA (694.4 ng/mL) : transférer 1,24 mL de l'étalon de travail AMA dans une fiole jaugée de 50 mL. Compléter avec une solution de méthanol à 25 %. Réfrigérer.
- 5.2.15.5 Solution générale d'enrichissement : transférer le volume des solutions mères comme l'indique le tableau 1 dans une fiole jaugée de 25 mL. Compléter avec une solution de méthanol à 25 %. Réfrigérer.

Tableau 1. Guide de préparation de la solution générale d'enrichissement

Espèce As	Volume de la solution mère étalon (mL)	Concentration (µg/mL)
$\text{As}^{+3}$	0,25	10,0
AsC	0,03	2,40
AsB	0,08	1,60
$\text{As}^{+5}$	0,04	1,60
ADMA	0,30	12,0
AMA	0,15	12,0

- 5.2.15.6 Solution d'enrichissement de l'eau ou du jus : transférer le volume de solution mère comme il est indiqué au tableau 2 dans une fiole jaugée de 25 mL. Compléter avec une solution de méthanol à 25 %. Réfrigérer.

Tableau 2. Guide de préparation de la solution d'enrichissement de l'eau et du jus

Espèce As	Volume de la solution mètre étalon (mL)	Concentration (µg/mL)
As <sup>+3</sup>	0,125	5,0
AsC	0,025	2,0
AsB	0,050	1,0
As <sup>+5</sup>	0,025	1,0
ADMA	0,125	5,0
AMA	0,100	8,0

#### 5.2.16 Phases mobiles pour la CL (toutes les matrices autres que les algues)

5.2.16.1 10 millimoles de carbonate d'ammonium avec 2,5 millimoles d'acide tartrique dans une solution de méthanol à 2 %, pH 8,7 (phase mobile A) : mesurer 0,9606 g de carbonate d'ammonium et 0,3752 g d'acide tartrique dans une fiole jaugée de 1 L. Ajouter 20 mL de méthanol. Ajouter environ 500 mL d'eau désionisée et mélanger pour dissoudre les réactifs. Compléter avec de l'eau désionisée. Retourner pour mélanger. Filtrer la solution sous vide avec un filtre en nylon de 0,20 µm. Ajuster le pH à 8,7 au moyen de NH<sub>3</sub> 12 % (v/v) ou de HCl 5 M. Si possible, préparer une solution fraîche le jour de l'analyse.

5.2.16.2 30 millimoles de carbonate d'ammonium avec 2,5 millimoles d'acide tartrique dans une solution de méthanol à 2 %, pH 8,7 (phase mobile B) : mesurer 2,8818 g de carbonate d'ammonium et 0,3752 g d'acide tartrique dans une fiole jaugée de 1 L. Ajouter 20 mL de méthanol. Ajouter environ 500 mL d'eau désionisée et mélanger pour dissoudre les réactifs. Compléter avec de l'eau désionisée. Retourner pour mélanger. Filtrer la solution sous vide avec un filtre en nylon de 0,20 µm. Ajuster le pH à 8,7 au moyen de NH<sub>3</sub> à 12 % (v/v) ou de HCl 5 M. Si possible, préparer une solution fraîche le jour de l'analyse.

#### 5.2.17 Phases mobiles pour la CL (algues)

5.2.17.1 20 millimoles de carbonate d'ammonium dans une solution de méthanol à 2 %, pH 8,7 (phase mobile A) : mesurer 1,9212 g de carbonate d'ammonium dans une fiole jaugée de 1 L. Ajouter 20 mL de méthanol. Ajouter environ 500 mL d'eau désionisée et mélanger pour dissoudre les réactifs. Compléter avec de l'eau désionisée. Retourner pour mélanger. Filtrer la solution sous vide avec un filtre en nylon de 0,20 µm. Ajuster le pH à 8,7 au moyen

de  $\text{NH}_3$  12 % (v/v) ou de  $\text{HCl}$  5 M. Si possible, préparer une solution fraîche le jour de l'analyse.

5.2.17.2 Solution de méthanol à 2 % (v/v) (phase mobile B) : ajouter 20 mL de méthanol à une fiole jaugée de 1000 mL. Compléter avec de l'eau désionisée et retourner pour mélanger.

5.2.17.3 20 millimoles de carbonate d'ammonium dans une solution de méthanol à 2 %, pH 10,3 (phase mobile D) : mesurer 1,9212 g de carbonate d'ammonium dans une fiole jaugée de 1 L. Ajouter 20 mL de méthanol. Ajouter environ 500 mL d'eau désionisée et mélanger pour dissoudre les réactifs. Compléter avec de l'eau désionisée. Retourner pour mélanger. Filtrer la solution sous vide avec un filtre en nylon de 0,20  $\mu\text{m}$ . Ajuster le pH à 10,3 au moyen de  $\text{NH}_3$  concentré. Si possible, préparer une solution fraîche le jour de l'analyse.

## 6 MESURES DE SÉCURITÉ

- 6.1 Adopter les mesures de sécurité normales de laboratoire pour assurer un environnement sain et sécuritaire, y compris l'usage de l'équipement de protection individuelle (EPI). L'EPI comprend notamment le sarrau de laboratoire, les lunettes de protection et les gants de nitrile.
- 6.2 La salle des appareils et le laboratoire peuvent être très bruyants; il est conseillé de se munir d'un protecteur antibruit pour éviter la perte auditive que pourrait entraîner une exposition de longue durée.
- 6.3 Les produits chimiques employés dans cette méthode sont dangereux. Certains composés sont cancérogènes pour l'humain. D'autres peuvent causer des brûlures ou présentent un risque s'ils sont inhalés. Il est conseillé aux analystes de lire soigneusement la fiche signalétique de chaque produit employé. Une hotte de confinement peut servir à se protéger quand on pèse des produits chimiques en poudre. Consulter les documents de pratiques de travail sécuritaires et d'analyse du risque professionnel pour obtenir des précisions.
- 6.4 Les appareils de SM-PIHF fonctionnent à haute tension et à température élevée et émettent des rayonnements UV et infrarouge. Les analystes doivent prendre des précautions pour éviter de s'exposer à ces risques.
- 6.5 Il faut toujours ajouter lentement un acide concentré à l'eau pour faire une dilution.
- 6.6 L'azote liquide est dangereux. Pour l'emploi du broyeur cryogénique afin de préparer les échantillons, consulter la pratique de travail sécuritaire n° 19.



- 6.7 Pour connaître les autres mesures de sécurité à envisager dans l'application de cette méthode, consulter le Manuel de sécurité en laboratoire de l'ACIA, l'Analyse du risque professionnel (ARP) SOM-DAR-CHE-053 et les pratiques de travail sécuritaires connexes.

## 7 POLITIQUE

- 7.1 La concentration réelle de la solution mère se calcule à partir de la masse de l'étalon primaire, en appliquant des facteurs de correction pour tenir compte du degré de pureté de l'étalon primaire ainsi que des facteurs d'équivalence de l'arsenic. Les concentrations fournies pour les solutions suivantes sont considérées comme théoriques, et les concentrations réelles sont calculées d'après la concentration corrigée de la solution mère.
- 7.2 Autant que possible, congeler les échantillons périssables pour réduire la possibilité de conversion interspécifique de l'arsenic. De préférence, les échantillons sont reçus frais, préparés aussi rapidement que possible, puis congelés.
- 7.3 Les paramètres des appareils dans la méthode sont donnés à titre indicatif seulement et peuvent varier légèrement d'un appareil à l'autre ou selon les colonnes de CL. Les analystes doivent consulter le mode d'emploi et autres documents fournis par le fabricant pour obtenir des précisions sur la sécurité et le fonctionnement des appareils.
- 7.4 Si les résultats ne sont pas conformes aux règlements en vigueur ou à tout autre critère d'évaluation fourni au laboratoire par le client, il faut confirmer les résultats en répétant l'analyse. Si on a recours au procédé d'enrichissement de l'échantillon, s'assurer que la quantité de solution d'enrichissement ajoutée est suffisante pour la quantité d'analyte se trouvant dans l'échantillon initial.
- 7.5 Jusqu'à ce qu'on dispose d'un matériau de référence certifié (MRC) pour les espèces de l'arsenic, il faut utiliser aux fins de l'assurance de la qualité des échantillons enrichis, des étalons de référence ou un échantillon de vérification préparé à l'interne.
- 7.6 Les résultats sont corrigés en fonction de la récupération des échantillons enrichis lorsque le taux de récupération ne se situe pas dans la plage de 90 % à 110 %.

## 8 INSTRUCTIONS

### 8.1 Préparation de l'échantillon

- 8.1.1 Prendre des précautions pour éviter la contamination de l'échantillon par des matières se trouvant à l'extérieur de l'emballage. Bien nettoyer la planche à découper, le ou les couteaux, la spatule, les bols du

mélangeur, etc., ainsi que la zone de travail immédiate pour prévenir le plus possible la contamination croisée entre les échantillons.

- 8.1.2 Si l'échantillon consiste en de multiples sous-échantillons, homogénéiser l'échantillon entier pour en faire un échantillon composite ou homogénéiser chaque sous-échantillon séparément et en prélever une quantité égale de chacun pour constituer l'échantillon composite, en conservant au besoin les sous-échantillons.
- 8.1.2.1 Aliments non liquides (p. ex. céréales, fruits, aliments en conserve) : mélanger la partie comestible dans un mélangeur ou un robot culinaire à la vitesse la plus élevée possible jusqu'à ce que le mélange soit homogène. Éviter de broyer les échantillons si longtemps que le robot culinaire se mette à surchauffer. Transférer l'homogénat dans un récipient propre destiné à recevoir les échantillons.
- 8.1.2.2 Échantillons liquides : agiter ou brasser vigoureusement l'échantillon jusqu'à ce qu'il soit homogène. Le verser immédiatement dans un récipient propre destiné à recevoir les échantillons.
- 8.1.2.3 Aliments sucrés et algues : congeler le produit 2 heures dans un congélateur à plaque. Transférer le produit dans un congélateur à -80 °C et l'y laisser toute la nuit. Mélanger l'échantillon dès que possible après l'avoir sorti du congélateur afin qu'il ne colle pas au bol ni aux lames du mélangeur. Transférer l'homogénat dans un récipient propre destiné à recevoir les échantillons. Il est aussi possible d'utiliser le broyeur cryogénique Freezer/Mill® Spex 6970 EFM pour broyer les échantillons. Les échantillons sont placés dans des réceptacles prévus à cette fin et placés dans l'appareil où ils sont congelés (au moyen d'azote liquide) et pulvérisés. Transférer l'homogénat dans un récipient propre destiné à recevoir les échantillons.
- 8.1.3 Congeler le ou les homogénats d'échantillon périssable dans un récipient fermé hermétiquement jusqu'au moment de l'analyse. Le moment venu, vérifier que l'échantillon composite qui a été préparé est homogène avant d'en peser la quantité voulue pour l'extraction. Si le mélange liquide s'est dissocié en décongelant, bien remélanger avant de continuer.
- 8.2 Rincer les récipients à extraction (digitubes ou tubes à centrifuger en polypropylène de 50 mL) et leurs bouchons trois fois avec de l'eau désionisée et mettre à l'envers pour sécher. Faire l'extraction des échantillons d'aliments liquides (p. ex. boisson au riz) dans les digitubes et de toutes les autres matrices dans les tubes en polypropylène. Rincer un ensemble de tubes à centrifuger en

polypropylène et de digitubes pour les échantillons d'algues. Faire l'extraction des échantillons d'eau et de jus dans des tubes Falcon (pour des précisions, voir l'étape 9.6 sous la rubrique Contrôle et assurance de la qualité).

### 8.3 Extraction

**Remarque : Pour la digestion enzymatique, voir l'étape 8.3.1 (toutes matrices autres que l'eau et le jus). Pour les échantillons d'eau, voir 8.3.2. Pour les échantillons de jus, voir 8.3.3.**

#### 8.3.1 Digestion enzymatique

8.3.1.1 Peser les échantillons dans les tubes qui conviennent. Pour le poids des échantillons, se guider sur le tableau 1 de l'annexe 1.

8.3.1.2 Pour chaque série d'échantillons, prévoir un blanc de réactif, un échantillon à analyser en double et à enrichir pour chaque type de matrice et, s'il existe, un MRC ou un étalon de référence. Normalement, le volume de la solution d'enrichissement est 0,025 mL de la solution générale d'enrichissement.

8.3.1.3 Tubes d'étalonnage : pour le type de courbe d'étalonnage à employer, se guider sur le tableau 1 de l'annexe 1.

8.3.1.3.1 Courbe appariée au blanc de réactif : préparer quatre autres tubes. Suivre les étapes 8.3.1.4 à 8.3.1.7.

8.3.1.3.2 Courbe appariée à la matrice : préparer quatre autres tubes. Peser une quantité de l'échantillon (qui est analysé) dans chaque tube et suivre les étapes 8.3.1.4 à 8.3.1.7.

8.3.1.3.3 Courbe NIST 1568a : si l'étalon de référence NIST 1568a est analysé aux fins du contrôle et de l'assurance de la qualité, il faut établir une autre courbe pour les extractions avec courbes appariées à la matrice. Préparer deux autres tubes et suivre les étapes 8.3.1.4 à 8.3.1.7.

8.3.1.4 Verser 0,5 mL de la solution de protéase dans chaque tube à échantillon. (La concentration utilisée de la solution de protéase dépend de la teneur estimée en protéine de l'échantillon. Pour déterminer la concentration qui convient, se guider sur le tableau 1 de l'annexe 1).

8.3.1.5 Verser 1,0 mL de la solution de lipase/alpha-amylase dans chaque tube à échantillon.

8.3.1.6 Ajouter la solution d'extraction

- 8.3.1.6.1 Pour les échantillons d'aliments liquides extraits dans des digitubes, compléter jusqu'à la marque des 15 mL. Mélanger durant 10 secondes.
- 8.3.1.6.2 Pour toutes les autres matrices (dans les tubes en polypropylène), ajouter 13,5 mL dans chaque tube à échantillon. Mélanger durant 10 secondes.
- 8.3.1.7 Faire tourner les tubes dans un incubateur à 37 °C durant au moins 16 heures.
- 8.3.1.8 Matrices autres que les algues
  - 8.3.1.8.1 Après incubation, centrifuger les tubes à 3000 tr/min (2 094 x g) durant 10 minutes. Si les échantillons sont contenus dans des digitubes, les transférer dans des tubes à microcentrifugeuse et centrifuger à 14 000 tr/min (16 000 x g) durant 10 minutes.
  - 8.3.1.8.2 Filtrer les extraits dans une fiole d'autoéchantillonneur en les faisant passer dans un filtre-seringue à 0,2 µm de 13 ou 25 mm.
- 8.3.1.9 Algues
  - 8.3.1.9.1 Centrifuger les tubes à 3000 tr/min (2 094 x g) durant 10 minutes.
  - 8.3.1.9.2 Transférer le surnageant dans un digitube de 50 mL.
  - 8.3.1.9.3 Ajouter 15 mL de la solution d'extraction à l'échantillon. Mélanger durant 10 secondes. Centrifuger les tubes à 3000 tr/min (2 094 x g) durant 10 minutes. Transférer le surnageant dans le tube contenant le premier surnageant.
  - 8.3.1.9.4 Répéter l'étape 8.3.9.1.3.
  - 8.3.1.9.5 Compléter la quantité combinée des surnageants jusqu'à la marque des 50 mL avec la solution d'extraction.
  - 8.3.1.9.6 Filtrer les extraits dans une fiole d'autoéchantillonneur en les faisant passer dans un filtre-seringue à 0,2 µm de 13 ou 25 mm.
- 8.3.2 Échantillons d'eau

- 8.3.2.1 Pour chaque série d'échantillons, prévoir un blanc de réactif, au moins deux échantillons à analyser en double et à enrichir pour chaque type de matrice et, s'il existe, un MRC ou un étalon de référence.
- 8.3.2.2 Pipetter environ 7,5 mL d'échantillon dans un tube Falcon de 14 mL.
- 8.3.2.3 Enrichir le ou les échantillons en y ajoutant une aliquote de la solution d'enrichissement de l'eau ou du jus. Le volume ajouté est habituellement de 0,025 mL.
- 8.3.2.4 Ajouter 2,5 mL de méthanol dans le tube. Mélanger.
- 8.3.2.5 Verser une aliquote dans une fiole d'autoéchantillonneur.

### 8.3.3 Échantillons de jus

- 8.3.3.1 Pour chaque série d'échantillons, prévoir un blanc de réactif, un échantillon à analyser en double et à enrichir pour chaque type de matrice et, s'il existe, un MRC ou un étalon de référence.
- 8.3.3.2 Pipetter environ 2,0 mL d'échantillon dans un tube en polypropylène de 50 mL.
- 8.3.3.3 8.3.2.3 Enrichir le ou les échantillons en y ajoutant une aliquote de la solution d'enrichissement de l'eau ou du jus. Le volume ajouté est habituellement de 0,025 mL.
- 8.3.3.4 Ajouter 6,0 mL de méthanol dans le tube. Mélanger.
- 8.3.3.5 Filtrer une aliquote dans une fiole d'autoéchantillonneur en la faisant passer dans un filtre-seringue à 0,2 µm de 13 ou 25 mm.

### 8.4 Préparation des étalons d'étalonnage

- 8.4.1 Pour les courbes appariées au blanc de réactif et celles appariées à la matrice, combiner les surnageants des quatre tubes d'étalonnage dans un tube préalablement rincé, pour les utiliser comme diluant.
  - 8.4.1.1 Transférer les volumes indiqués au tableau 4 des étalons de travail dans des tubes Falcon de 14 mL.
- 8.4.2 Pour la courbe de l'étalon de référence NIST 1568a, combiner les surnageants des deux tubes d'étalonnage dans un tube préalablement rincé, pour les utiliser comme diluant.

8.4.2.1 Transférer les volumes indiqués au tableau 4 des étalons de travail dans des tubes Falcon de 14 mL pour les étalons 0, 2 et 4.

8.4.3 Pour les échantillons d'eau et de jus, transférer les volumes indiqués au tableau 4 des étalons de travail dans des tubes Falcon de 14 mL. Diluer avec la solution de méthanol à 25 %.

8.4.4 Filtrer les étalons d'étalonnage dans une fiole d'autoéchantillonneur en les faisant passer dans un filtre-seringue à 0,2 µm de 13 ou 25 mm.

Tableau 4. Guide de préparation des étalons d'étalonnage pour la spéciation de l'arsenic

Étalon	Volume d'échantillon de travail de faible concentration As <sup>+3</sup> /ADMA (mL)	Volume d'échantillon de travail de forte concentration As <sup>+3</sup> /ADMA (mL)	Volume d'échantillon de travail As <sup>+5</sup> /AsC/AsB (mL)	Volume d'échantillon de travail AMA (mL)	Volume de diluant (mL)
0	0,000	-	0,000	0,000	10,000
1	0,025	-	0,025	0,010	9,940
2	0,100	-	0,050	0,040	9,810
3	-	0,100	0,100	0,200	9,600
4	-	0,500	0,500	0,800	8,200

Remarque : Pour les concentrations des étalons, voir le tableau 2 de l'annexe 1.

## 8.5 Analyse par CL/SM-PIHF

8.5.1 Laisser le chromatographe et le spectromètre s'équilibrer sans conserver le filtrat durant une trentaine de minutes avant de commencer. Le spectromètre peut demander un équilibrage plus long.

8.5.2 Vérifier le rendement du spectromètre en fonction des spécifications du fabricant. Voir les conditions d'utilisation proposées pour la CL et la SM-PIHF à l'annexe 3.

8.5.3 Charger l'autoéchantillonneur. Lancer l'analyse selon les consignes du fabricant. Vérifier que le chromatographe calcule ou permet de mesurer les pics de l'analyte.

## 8.6 Calcul et expression des résultats

8.6.1 Établir une courbe d'étalonnage en fonction de la réponse de l'appareil et de la concentration (ng/mL) des étalons d'étalonnage pour chaque espèce d'arsenic.

- 8.6.1.1 Convertir les composés en équivalent arsenic, p. ex. 1 000 ng/mL d'acide diméthylarsinique ((CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>As(O)OH) équivaudrait à 532 ng/mL d'équivalent arsenic.

$$\frac{74,9 \text{ g/mol (masse élémentaire de l'arsenic)}}{138,0 \text{ g/mol (masse moléculaire de ADMA)}} = 0,543$$

$$0,543 \times 1000 \text{ ng/mL} = 543 \text{ ng/mL}$$

$$543 \text{ ng/mL (pur à 98 \%)} = 543 \text{ ng/mL} \times 0,98 = 532 \text{ ng/mL}$$

- 8.6.1.2 Tracer un graphique des pics obtenus en fonction de la concentration, selon l'équation de régression linéaire

$$y = mx + b$$

où,

x = concentration dans l'étalon en équivalent arsenic (ng/mL)

y = réponse de l'appareil (pics)

m = pente de la courbe d'étalonnage

b = point d'intersection (0 – doit forcément passer par l'origine)

- 8.6.2 Pour tous les échantillons sauf d'eau et de jus : calculer la concentration finale (ng/mL) d'équivalent arsenic dans l'extrait d'échantillon pour trouver la valeur de x dans l'équation ci-dessus (8.6.1.2) :  $x = (y - b)/m$ , où y est la réponse de l'échantillon. La valeur de x donnera la concentration dans l'extrait d'échantillon. Calculer la concentration (ng/g) d'équivalent arsenic dans l'échantillon au moyen de la formule qui suit :

$$\text{Conc. échantillon (ng/g)} = \frac{\text{Conc. extrait (ng/mL)} \times \text{Volume final de l'extrait (mL)}}{\text{Masse de l'échantillon (g)}}$$

- 8.6.3 Pour les échantillons d'eau et de jus : calculer la concentration finale (ng/mL) d'équivalent arsenic dans l'extrait d'échantillon pour trouver la valeur de x dans l'équation ci-dessus (8.6.1.2) :  $x = (y - b)/m$ , où y est la réponse de l'échantillon. La valeur de x donnera la concentration dans l'extrait d'échantillon. Calculer la concentration (ng/mL) d'équivalent arsenic dans l'échantillon à l'aide de la formule qui suit :

$$\text{Conc. échantillon (ng/mL)} = \frac{\text{Conc. extrait (ng/mL)} \times \text{Volume final de l'extrait (mL)}}{\text{Volume de l'échantillon (mL)}}$$

- 8.6.4 Toutes les données (réponses pour les étalons d'étalonnage, blancs de réactif, échantillons et étalons de vérification) sont entrées dans des modèles Excel. Les concentrations finales se calculeront

automatiquement d'après une estimation linéaire et les formules intégrées qui sont données aux étapes 8.6.2 et 8.6.3. Le tableau 5 donne les numéros SGDDI associés aux modèles Excel servant à calculer les données. Les modèles sont en format « lecture seule ». La version la plus récente du modèle est celle qui doit servir aux calculs du tableur.

Tableau 5. Numéros de dossiers SGDDI pour les modèles de calcul

Matrice	SGDDI n°
Produits à base de riz Céréales à grain unique	3158952
Produits à base de fruits Céréales multigrains Préparation pour nourrissons Son de riz et de blé	3168239
Algues	3277051
Eau	3168272
jus	3488285

## 9 CONTRÔLE ET ASSURANCE DE LA QUALITÉ

9.1 Il convient d'utiliser les phases mobiles pour la CL dans les deux jours environ après les avoir préparées. Le carbonate d'ammonium favorise beaucoup la formation de moisissures, qui nuirait à l'injecteur de l'appareil, à la boucle d'échantillonnage, à la valve de commutation, au nébuliseur, à la colonne de garde et à la colonne.

9.2 Pour déterminer la reproductibilité de la méthode, inscrire le résultat obtenu pour un échantillon de contrôle ou un matériau de référence certifié sur la carte de contrôle de la qualité (fichier MS Excel) conçue pour cette analyse. Pour déterminer la qualité du résultat de chaque analyse, vérifier la conformité à la politique et aux procédures citées dans le document SOP-DAR-LAB-002 (carte de contrôle). Actuellement, il n'existe pas de matériau de référence certifié dans le commerce.

9.3 La linéarité de la courbe étalon ( $r^2$ ) doit être supérieure à 0,950.

9.4 La quantité de protéase ajoutée est ajustée en fonction de la teneur estimée en protéine de l'aliment. De plus, elle tient compte que l'arsenic<sup>+5</sup> est naturellement présent dans la protéase (les échantillons sont corrigés en fonction du blanc). La quantité de protéase à ajouter est établie en fonction des constatations faites au



cours des travaux antérieurs d'élaboration de la méthode pour des matrices ayant une teneur semblable en protéine.

- 9.5 Le choix du poids d'échantillon qui convient le mieux à l'analyse se fonde sur le taux d'humidité et sur la concentration attendue des espèces d'arsenic dans l'échantillon (la concentration attendue peut généralement se trouver par une recherche documentaire). Ainsi, on extrairait un sous-échantillon de 2 grammes d'une matrice très humide contenant de faibles concentrations d'espèces d'arsenic telles qu'il s'en trouve dans les purées pour bébés à base de poire. Par comparaison, on extrairait un sous-échantillon de 1 gramme d'une matrice peu humide et dont les concentrations attendues d'espèces d'arsenic sont élevées, comme celles trouvées dans les produits à base de riz.
- 9.6 Il est présumé que les échantillons à fort taux d'humidité (p. ex. boisson au riz) apportent au volume final (15 mL) après extraction. Pour ces échantillons, employer un digitube et ajouter de la solution d'extraction pour compléter le volume final de 15 mL. Dans le cas d'échantillons ayant un faible taux d'humidité (p. ex. riz), faire l'extraction dans des tubes en polypropylène de 50 mL. Ajouter 3,5 mL de la solution d'extraction ainsi que 1,0 mL de la solution de lipase/alpha-amylase et 0,50 mL de la solution de protéase pour compléter le volume final de 15 mL.
- 9.7 Si l'analyse porte sur des étalons de référence ou des échantillons contenant une concentration élevée d'espèces d'arsenic naturellement présentes, il faut préparer des concentrations plus élevées d'étalons d'étalonnage ou procéder à une dilution. Il faut noter, le cahier de laboratoire, les étalons d'étalonnage qui ont été préparés ainsi que les étalons sources employés dans leur préparation ou toute dilution qui est effectuée.
- 9.8 La plage analytique et les limites de détection (LD) et limites de quantification (LQ) pour les céréales à grain unique, les céréales multigrains et les boissons au riz sont les mêmes que celles déterminées pour les céréales de riz pour nourrissons. La plage analytique et les LD et LQ pour les produits à base de fruits (p. ex. bonbons, confitures et sauces) sont les mêmes que celles déterminées pour les aliments en purée pour nourrissons à base de poire).
- 9.9 Certains types d'échantillons d'algues (p. ex. de nori) contiennent des sucres qui renferment de l'arsenic et dont la présence sera reportée dans la chromatographie des échantillons suivants. Pour résoudre le problème, il convient de laver entre les échantillons ou d'étendre le gradient de la phase mobile D quand l'analyse porte sur des échantillons contenant une grande quantité d'arsénosucres.
- 9.10 La méthode a été validée pour l'analyse d'espèces d'arsenic dans les céréales de riz pour nourrissons, les aliments en purée à base de poire pour nourrissons et l'eau. L'éventail de matrices visé par cette méthode va s'élargissant, et avec lui le besoin de validation et de vérification. Toutefois, il n'est pas pratique de

procéder à une validation ou à une vérification complète pour chaque matrice d'intérêt. Il est présumé que les matrices qui ont des caractéristiques similaires (p. ex. fort taux d'humidité, forte teneur en amidon, etc.) se comporteront de la même façon et que les résultats de validation (p. ex. LD et LQ) peuvent s'appliquer aux échantillons appartenant aux mêmes catégories de matrice. La méthode sera vérifiée et validée pour les matrices qui n'appartiennent pas à une catégorie pour laquelle la méthode est déjà vérifiée et validée.

## Annexe 1

Tableau 1. Guide de préparation des échantillons

Matrice	Masse (g)	Concentration de la solution de protéase (mg/0,5mL)	Courbe d'étalonnage
Produits à base de riz (secs), Céréales à grain unique	$1 \pm 0,5000$	60	Appariée au blanc de réactif
Produits à base de riz (liquides)	$1 \pm 0,5000$	60	Appariée à la matrice
Céréales multigrains, Son de riz, son de blé Préparation pour nourrissons	$1 \pm 0,5000$	60	Appariée à la matrice
Produits à base de fruits	$2 \pm 0,5000$	30	Appariée à la matrice
Algues	$0,5 \pm 0,2000$	60	Appariée à la matrice
Documentation 1568a	$0,4 \pm 0,2000$	60	Appariée au blanc de réactif
Eau	-	-	Méthanol à 25 %
jus	-	-	Méthanol à 25 %

Tableau 2. Concentration des étalons d'étalonnage

Étalon	As <sup>+3</sup> (ng/mL)	ADMA (ng/mL)	AMA (ng/mL)	AsC (ng/mL)	As <sup>+5</sup> (ng/mL)	AsB (ng/mL)
0	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
1	0,500	0,250	0,694	0,500	0,350	0,250
2	2,000	1,000	2,778	1,000	0,700	0,500
3	20,00	10,00	13,89	2,000	1,400	1,000
4	100,0	50,00	55,55	4,000	7,000	2,000

## Annexe 2

Tableau 1. Plage analytique en équivalent arsenic

Espèce	Céréales de riz pour nourrissons (ng/g)	Aliments pour nourrissons en purée à base de poire (ng/g)	Algues (ng/g)	Eau (ng/mL)	jus (ng/mL)
AsC	0,39 – 460	0,52 – 230	-	0,061 – 4,23	0,18 – 12,7
AsB	0,41 – 300	0,23 – 170	-	0,083 – 2,93	0,25 – 8,80
As <sup>+3</sup>	0,68 – 1500	0,66 – 750	10 – 10000	0,078 – 133	0,24 – 400
ADMA	0,70 – 410	0,36 – 240	5- 3080	0,043 – 41,0	0,13 – 123
AMA	0,98 – 860	0,58 – 435	13 – 2315	0,088 – 30,9	0,26 – 92,8
As <sup>+5</sup>	4,80 - 1050	2,67 - 525	10 - 700	0,127 – 9,31	0,38 – 28

## Annexe 3

Voici les conditions d'utilisation proposées des appareils. On trouvera d'autres renseignements dans le mode d'emploi et autres documents fournis par le fabricant.

Tableau 1. Paramètres pour la SM-PIHF

Puissance de sortie HF	1350 W
Débit plasmatique	15 L/min
Débit auxiliaire	1,2 L/min
Débit du nébuliseur	0,7 - 1,0 L/min
Tension de lentille	7 - 10 V
Substance à analyser	AsO 90,9
Durée de maintien	500 ms
Mode de l'appareil	DRC-B
Mode Gaz B (oxygène)	0,5 L/min
Mode du détecteur	Pulsé

Tableau 2. Paramètres pour la CLHP

	Toutes matrices autres que les algues	Algues
Colonne	PRP X-100 (250 mm x 4,0 x 10 µm) avec colonne de garde	PRP X-100 (250 mm x 4,0 x 10 µm) avec colonne de garde
Réglage pompe	Gradient (voir le tableau 3)	Gradient (voir le tableau 4)
Débit	1,2 mL/min	1,0 mL/min
Durée d'analyse	13,5 minutes	30 minutes
Période d'équilibrage	0,1 minute entre les injections	0,1 minute entre les injections
Volume injecté	50 µL	50 uL
Température de la colonne	25 °C	25 °C

Tableau 3. Gradient pour la CLHP pour toutes les matrices autres que les algues

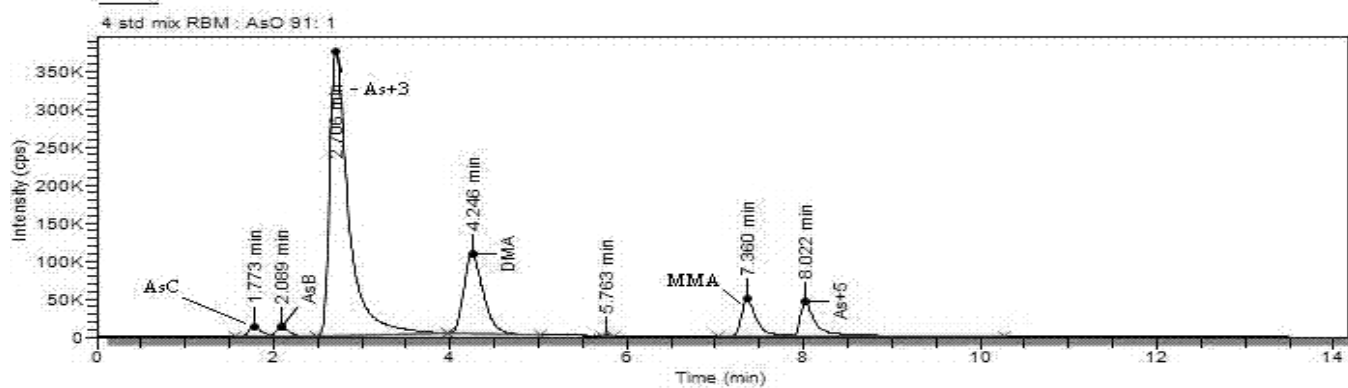
Étape	Type d'étape	Durée (min)	Débit (mL/min)	% A	% B	% C	% D	Courbe
0	Équil.	0,1	1,2	100	0	0	0	1
1	Analyse	2	1,2	100	0	0	0	1
2	Analyse	1	1,2	0	100	0	0	1
3	Analyse	6,5	1,2	0	100	0	0	1
4	Analyse	1	1,2	100	0	0	0	1
5	Analyse	3	1,2	100	0	0	0	1

Tableau 4. Gradient pour la CLHP pour les algues

Étape	Type d'étape	Durée (min)	Débit (mL/min)	% A	% B	% C	% D	Courbe
0	Équil.	0,1	1,0	5	95	0	0	1
1	Analyse	3,5	1,0	5	95	0	0	1
2	Analyse	0,1	1,0	100	0	0	0	1
3	Analyse	10,4	1,0	100	0	0	0	1
4	Analyse	0,1	1,0	0	0	0	100	1
5	Analyse	8,9	1,0	0	0	0	100	1
6	Analyse	0,1	1,0	5	95	0	0	1
7	Analyse	6,9	1,0	5	95	0	0	1

## Annexe 4

## 4 std mix RBM



[Traduction

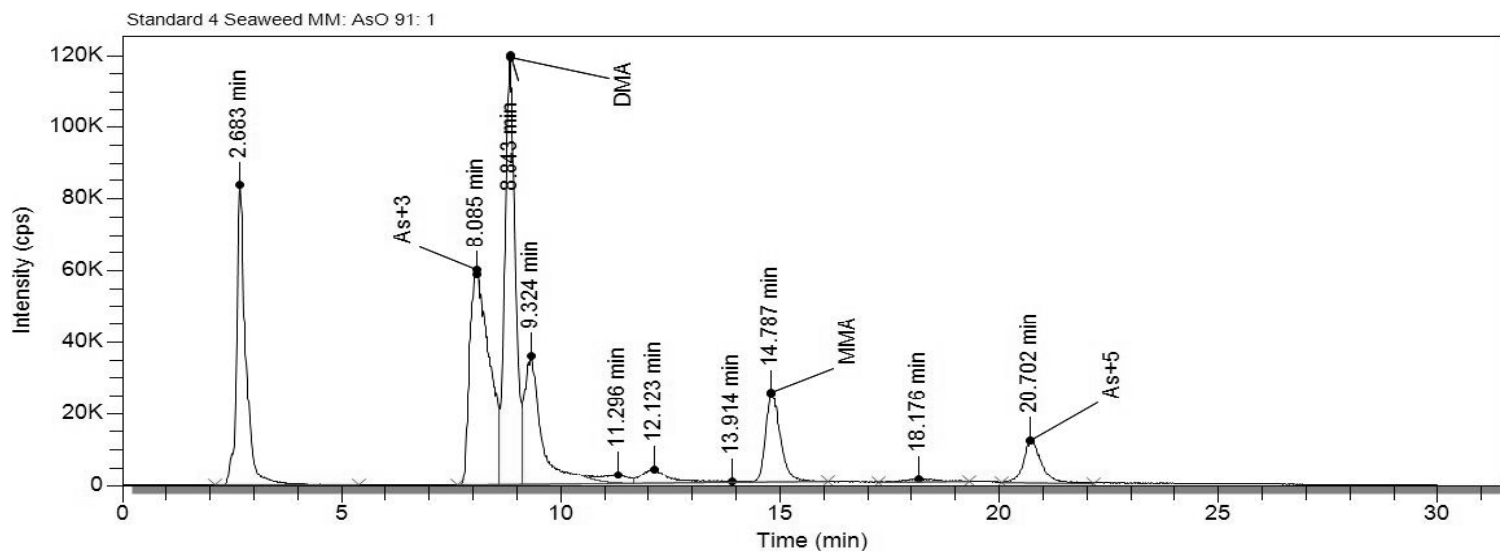
Intensity (cps) = Intensité (c/s)

DMA = ADMA

MMA = AMA

Time (min) = Durée (min)]

## Standard 4 Seaweed MM : AsO 91 : 1



Agence canadienne d'inspection des aliments  
Laboratoire d'Ottawa (Carling)  
Section de la chimie des aliments

Copie non-contrôlée

Méthode n° : FLS-2011-001  
Version : 3.0  
Date d'approbation : 14-09-2012  
Approuvé par : N. Boivin  
Date d'entrée en vigueur : 17-09-2012

Méthode de contrôle du document :

Signature :

COPIE DU SUPERVISEUR (SEULEMENT) / contrôle de l'unité :

## DOSAGE DE LA COUMARINE PAR CLHP DANS DES ALIMENTS CONTENANT DE LA CANNELLE

### 1.0 Portée et domaine d'application

La présente méthode s'applique au dosage de la coumarine dans diverses matrices contenant de la cannelle, comme de l'écorce de cannelle moulue ou entière, des céréales, des biscuits ou des mélanges d'épices.

La gamme analytique, le seuil de déclaration et d'autres spécifications de performance de la méthode se trouvent dans le fichier de validation de la méthode.

### 2.0 Principe et définitions

Il existe deux types de cannelle dans le commerce, la cannelle de Chine (Cassia) et la cannelle de type Sri Lanka (Ceylon). La coumarine est un composé présent naturellement dans la cannelle, et sa concentration varie grandement en fonction de l'origine de la cannelle. La cannelle de Chine a une teneur en coumarine élevée et en contient typiquement 3000 mg/kg ou plus. La cannelle de type Sri Lanka a une faible teneur en coumarine, en général moins de 100 mg/kg.

On utilise un solvant polaire pour extraire la coumarine et ses constituants apparentés de l'échantillon. Le composé est séparé par CLHP, sur une colonne C18, et est détecté à 227 nm au moyen d'un détecteur à réseau de photodiodes (DRP). L'identification de la



coumarine est confirmée par comparaison du spectre de l'échantillon avec celui d'un étalon, et elle est dosée par comparaison avec un jeu d'étalons externes.

### 3.0 Références

- 3.1 OLC-SOP-021 : SOP for Method Familiarization.
- 3.2 OLC-SOP-012 : SOP for Handling and Documenting Non-conformances, Corrective Actions, Complaints and Preventive Actions.
- 3.3 OLC SOP 023 : SOP for the Quality Control of Equipment/Instruments
- 3.4 OLC SOP 016 : SOP for Use of Control Charts
- 3.5 OLC-FC-265 : FLS-2011-001 results template (SGDDI 3136463)

### 4.0 Réactifs et solutions

#### 4.1 Réactifs

- 4.1.1 Méthanol ( $\text{CH}_3\text{OH}$ ), EMD Omnisolv MX0488-1, ou l'équivalent.
- 4.1.2 Eau, désionisée et nanopurifiée, ou l'équivalent, à utiliser à chaque fois que de l'eau est requise.
- 4.1.3 Acide phosphorique, 85 %,  $\text{H}_3\text{PO}_4$  EMD qualité CLHP PX0996-6 ou l'équivalent.
- 4.1.4 Acétonitrile ( $\text{CH}_3\text{CN}$ ), qualité CLHP, Fisher A3396 ou l'équivalent.

#### 4.2 Solutions

**Note :** Les volumes des solutions peuvent être ajustés en fonction de la quantité requise, à condition que les concentrations finales restent les mêmes.

##### 4.2.1 Méthanol à 80 %

Mettre 100 mL d'eau (4.1.2) dans une fiole jaugée de 500 mL et compléter avec du méthanol (4.1.1). Cette solution est utilisée pour la préparation des étalons et des échantillons.

#### 4.2.2 Acide phosphorique 1 mM

Pipeter 68 µL d'acide phosphorique (4.1.3) dans une fiole jaugée de 1 L contenant environ 700 mL d'eau (4.1.2). Compléter, boucher et renverser la fiole plusieurs fois pour bien mélanger.

#### 4.2.3 Phase mobile A (acide phosphorique 1 mM/acétonitrile/méthanol 60/20/20)

Mettre 600 mL d'acide phosphorique 1 mM (4.2.2), 200 mL d'acétonitrile (4.1.4) et 200 mL de méthanol (4.1.1) dans des éprouvettes graduées distinctes. Verser dans un bécher ou une bouteille en verre de 2 L. Mélanger et filtrer sur un système de filtration sous vide de 0,45 µm (6.2.2). Une solution fraîche de phase mobile est préparée avant l'analyse.

#### 4.2.4 Phase mobile (acétonitrile/eau 90/10)

Mettre 900 mL d'acétonitrile (4.1.4) et 100 mL d'eau (4.1.2) dans des éprouvettes graduées distinctes. Verser elur contenu dans un bécher ou une bouteille en verre de 2 L. Mélanger la solution et la filtrer sur le système de filtration sous vide de 0,45 µm (6.2.2).

### 5.0 Étalons

#### 5.1 Étalon

Coumarine (2*H*-chromèn-2-one ou 1-benzopyran-2-one), Aldrich, C4261, ou l'équivalent. Cet étalon est conservé à la température ambiante.

#### 5.2 Solutions d'étalon

##### 5.2.1 Solution mère d'étalon (coumarine à 1 mg/mL)

Peser environ 0,1g de coumarine (5.1) à 0,0001g près dans une fiole jaugée en verre ambré de 100 mL. Compléter avec du méthanol à 80 % (4.2.1). Cette solution est utilisable deux semaines.

##### 5.2.2 Solutions d'étalon de travail

Veuillez noter que la concentration de coumarine variera selon le type

d'échantillon. La cannelle de Chine contient généralement une concentration élevée de coumarine, alors que la cannelle de type Sri Lanka en contient une faible concentration. On peut préparer un ou deux jeux d'étalons de travail en fonction de la nature des échantillons à analyser.

Les étalons de travail sont préparés selon le tableau ci-après et dilués avec du méthanol à 80 % (4.2.1).

**Étalons de concentration élevée : utiliser le jeu suivant d'étalons de travail pour les produits renfermant de la cannelle de Chine ou pour les échantillons inconnus.**

Étalon	Solution mère 5.2.1 (uL)	Volume final (mL)	Conc. finale (mg/L)
s0	0	10	0
s6	50	10	5
s7	100	10	10
s8	250	10	25
s9	500	10	50
s10	1000	10	100

**Étalons de concentration faible : utiliser le jeu suivant d'étalons de travail pour la cannelle de type Sri Lanka ou pour des échantillons dont la concentration est inférieure à la concentration s6 du jeu précédent.**

Étalon	Solution mère 5.2.1 (uL)	Volume final (mL)	Conc. finale (mg/L)
s0	0	50	0
s1	10	50	0.2
s2	20	50	0.4
s3	50	50	1

Étalon	Solution mère 5.2.1 (uL)	Volume final (mL)	Conc. finale (mg/L)
s4	100	50	2
s5	200	50	4

Des solutions d'étalon de travail fraîches sont préparées avant l'analyse.

## 6.0 Matériel

### 6.1 Matériel de laboratoire

- 6.1.1 Tubes en polypropylène pour centrifugeuse, 50 mL Falcon ou l'équivalent.
- 6.1.2 Pipettes électroniques, divers volumes, avec embouts jetables, Rainin ou l'équivalent.
- 6.1.3 Seringues avec embout de type Luer-Lok, 1 mL.
- 6.1.4 Filtres pour seringues, 0,45 µm, Pall Acrodisc LC13mm PVDF Membrane, 4457T, ou l'équivalent.
- 6.1.5 Flacons pour échantillonneur automatisé de CLHP, 2 mL, avec bouchon.
- 6.1.6 Filtres de 0,45 µm pour filtration sous vide, Pall Ultipor N66, NX047100, ou l'équivalent.
- 6.1.7 Éprouvettes graduées de divers volumes.
- 6.1.8 Bêchers de divers volumes.
- 6.1.9 Entonnoirs en verre.
- 6.1.10 Fioles jaugées de divers volumes.
- 6.1.11 Bouteilles en verre de divers volumes.

### 6.2 Autre équipement

- 6.2.1 Balance pour analyses, permettant des mesures avec 4 décimales

(0,0001 g).

6.2.2 Appareil de filtration sous vide.

6.2.3 Agitateur mécanique, Eberbach 6000, ou l'équivalent.

6.2.4 Broyeur à épices, Waring Commercial WSG30, ou l'équivalent.

6.2.5 Centrifugeuse, Eppendorf Centrifuge 5810, ou l'équivalent.

### 6.3 Appareils

6.3.1 **Système de chromatographie en phase liquide haute performance (CLHP)**, Waters Alliance 2695 ou l'équivalent, équipé de :

6.3.1.1 Détecteur :  
Détecteur à réseau de photodiodes Waters 996 ou l'équivalent.  
Longueur d'onde de dosage : 277 nm

6.3.1.2 Module thermostatique pour la colonne ou l'équivalent.  
La température de la colonne est fixée à 25 °C.

6.3.1.3 Colonne : Luna C18(2), 250 mm x 4,6 mm (5 µm), pièce numéro 00G-4252-EO.

6.3.1.4 Logiciel : poste de travail Empower Pro ou l'équivalent.

#### 6.3.2 Paramètres pour la CLHP

**Note :** Ce sont des paramètres typiques. Des paramètres peuvent être modifiés par la personne faisant l'analyse.

6.3.2.1 Phase mobile : voir la section 4.2.3

6.3.2.2 Débit :

0-20 minutes	100 % de A à 0,7 mL/min
25 minutes	100 % de B à 1,0 mL/min
50 minutes	100 % de A à 0,7 mL/min

6.3.2.3 Volume injecté : 10 µL

6.3.2.4 Durée de l'analyse : 60 min

## 7.0 Procédure

UNCONTROLLED COPY IF PRINTED

Pour chaque jeu de dix échantillons ou moins, il faut analyser deux échantillons dopés (voir la section 7.3 ou 7.5). Un échantillon dopé sert à faire des calculs de taux de récupération, l'autre sert à évaluer la répétabilité.

**Note :** Pour les échantillons à forte concentration de coumarine (comme ceux renfermant de la cannelle de Chine) ou pour les échantillons inconnus, suivre les procédures de préparation 7.2 et 7.3. Pour les échantillons à faible concentration de coumarine (comme ceux renfermant de la cannelle de type Sri Lanka) suivre 7.4 et 7.5.

### 7.1 Homogénéisation :

Les échantillons sont homogénéisés afin d'obtenir un échantillon représentatif pour l'analyse. Pour les échantillons de bâtons de cannelle, l'échantillon complet doit être broyé et mélangé, le niveau de coumarine dans chaque bâton individuel n'étant pas homogène. Pour les aliments transformés (céréales, thé, biscuits, etc.), seule une quantité représentative de l'échantillon est requise pour le broyage et le mélange, ces échantillons étant homogènes.

#### 7.1.1 Broyage des échantillons :

Pour les échantillons devant être broyés, utiliser le broyeur à épices (6.2.4) pendant environ 30 secondes. L'échantillon peut devoir être broyé en lots puis mélangé s'il est trop important pour la capacité du broyeur.

### 7.2 Préparation des échantillons : échantillons à teneur élevée en coumarine ou échantillons inconnus

7.2.1 Peser environ 0,5 g de cannelle à 0,0001 g près dans un tube en polypropylène de centrifugeuse de 50 mL (6.1.1) et noter le poids.

7.2.2 Pipeter 50 mL de méthanol à 80 % (4.1.1) dans le tube et boucher.

7.2.3 Placer les échantillons sur un agitateur mécanique (6.2.3) réglé à vitesse élevée, pendant environ 60 minutes.

7.2.4 Centrifuger les échantillons à environ 2500 tr/min pendant environ 10 minutes. Passer à l'étape 7.6.

7.3 **Échantillon dopé : échantillons à teneur élevée en coumarine ou échantillons inconnus**

7.3.1 Peser environ 0,5 g de cannelle à 0,0001 g près dans un tube de centrifugeuse en polypropylène de 50 mL, noter le poids.

7.3.2 Pipeter 1 mL de solution mère de coumarine (5.2.1) dans le tube.

7.3.3 Pipeter 50 mL de méthanol à 80 % (4.1.1) dans le tube et boucher.

7.3.4 Placer les échantillons sur un agitateur mécanique (6.2.3) réglé à vitesse élevée pendant environ 60 minutes.

7.3.5 Centrifuger les échantillons à environ 2500 tr/min pendant environ 10 minutes. Passer à l'étape 7.6.

7.4 **Préparation des échantillons : échantillons à faible teneur en coumarine**

7.4.1 Peser environ 2 g de cannelle à 0,0001 g près dans un tube de centrifugeuse en polypropylène de 50 mL, noter le poids.

7.4.2 Pipeter 25 mL de méthanol à 80 % (4.1.1) dans le tube et boucher.

7.4.3 Placer les échantillons sur un agitateur mécanique (6.2.3) réglé à vitesse élevée pendant environ 60 minutes.

7.4.4 Centrifuger les échantillons à environ 2500 tr/min pendant environ 10 minutes. Passer à l'étape 7.6.

7.5 **Échantillon dopé : échantillons à faible teneur en coumarine**

7.5.1 Peser environ 2 g de cannelle à 0,0001 g près dans un tube de centrifugeuse en polypropylène de 50 mL, noter le poids.

7.5.2 Pipeter 50 µL de la solution mère de coumarine (5.2.1) dans le tube.

7.5.3 Pipeter 25 mL de méthanol à 80 % (4.1.1) dans le tube et boucher.

7.5.4 Placer les échantillons sur un agitateur mécanique (6.2.3) réglé à vitesse élevée pendant environ 60 minutes.

7.5.5 Centrifuger les échantillons à environ 2500 tr/min pendant environ 10 minutes. Passer à l'étape 7.6.

#### 7.6 Analyse par CLHP

Filtrer les échantillons dilués (7.2 ou 7.4), les échantillons dopés (7.3 ou 7.5) et les étalons de travail (5.2.2) au moyen d'une seringue à filtre (6.1.4) et les placer directement dans des flacons à échantillonneur automatisé (6.1.5). Injecter dans le système de CLHP.

**Note :** Certains échantillons peuvent avoir une concentration située entre les gammes des deux courbes d'étalonnage. Dans un tel cas, l'échantillon peut être dilué afin de ramener sa concentration dans la gamme de la courbe des faibles concentrations.

### 8.0 Préparation des courbes d'étalonnage

Le dosage est réalisé grâce à la méthode des étalons externes. Au moyen des solutions d'étalon de travail (section 5.2.2), préparer une courbe d'étalonnage en rapportant la surface du pic en fonction de la concentration.

Calculer la pente et l'ordonnée à l'origine au moyen de l'équation suivante :

$$y = mx + b$$

y	=	surface du pic
m	=	pente
x	=	concentration
b	=	ordonnée à l'origine

Le coefficient de corrélation (r) doit être supérieur à 0,995.

### 9.0 Calculs

#### 9.1 Concentration de l'échantillon

Pour déterminer la concentration de coumarine dans les échantillons (C), faire



une interpolation à partir des courbes d'étalonnage :

$$C = \left( \frac{y - b}{m} \right) \times \frac{V_F}{w_{SA}}$$

UNCONTROLLED COPY IF PRINTED

Dans laquelle : C = concentration de coumarine dans l'échantillon, mg/kg  
y = surface  
b = ordonnée à l'origine de la courbe d'étalonnage  
m = pente de la courbe d'étalonnage  
V<sub>F</sub> = volume de dilution (L)  
W<sub>SA</sub> = poids de l'échantillon (kg)

## 9.2 Calcul du taux de récupération

Le taux de récupération est déterminé en calculant la concentration théorique et la concentration réelle de coumarine, de la manière suivante :

### 9.2.1 Concentration de dopage théorique :

$$C_{th} = \frac{c_{ss} \times V_{ss}}{V_f}$$

Dans laquelle : C<sub>th</sub> = concentration théorique de dopage (mg/L)  
c<sub>ss</sub> = concentration de la solution mère (5.2.1) (mg/L)  
V<sub>ss</sub> = volume de solution de dopage ajouté (mL)  
V<sub>f</sub> = volume final (mL)

### 9.2.2 Concentration de dopage expérimentale :

$$C_{xp} = \frac{(A_{sp} - A_{sa}) - b}{m}$$

Dans laquelle : C<sub>xp</sub> = concentration expérimentale de dopage (mg/L)  
A<sub>sp</sub> = surface pour l'échantillon dopé  
A<sub>sa</sub> = surface pour l'échantillon  
b = ordonnée à l'origine de la courbe d'étalonnage  
m = pente de la courbe d'étalonnage

### 9.2.3 Calcul du taux de récupération :

$$\% \text{ de récupération} = (C_{xp}/C_{th}) \times 100 \%$$

UNCONTROLLED COPY IF PRINTED

## 10.0 Expression des résultats

10.1 Les résultats sont rapportés en mg/kg.

## 11.0 Programme de contrôle de la qualité

### 11.1 Spécifications de performance

Les spécifications de performance se trouvent dans le fichier de validation de la méthode.

### 11.2 Points de contrôle critiques

10.2.1 Bâtons de cannelle : doivent être broyés en entier.

### 11.3 Familiarisation

La personne faisant les analyses doit démontrer sa capacité à mettre en œuvre la méthode en analysant un échantillon dopé à quatre niveaux différents et un autre au même niveau à des fins de répétabilité, et en répétant l'analyse d'un tel jeu d'échantillons deux jours, avec des taux de récupération acceptables, tel que déterminé par le superviseur.

### 11.4 Contrôle de la qualité

En cas de défaillance au point de contrôle 10.4.1 ou 10.4.2I, des mesures correctives appropriées sont mises en œuvre, tel qu'indiqué sur les diagrammes de contrôle de la méthode. Veuillez noter qu'il y a deux jeux de diagrammes de contrôle. Le diagramme de contrôle à utiliser dépend du jeu d'étalons et de la préparation des échantillons en question (élevée ou faible).

#### 11.4.1 Échantillon dopé :

Le taux de récupération pour l'échantillon dopé est rapporté sur le

diagramme de contrôle. Cette valeur devrait être située entre les seuils de contrôle, tels que définis dans les diagrammes de contrôle. Les seuils de contrôle pour les taux de récupération sont  $\pm 3 \text{ É.-T.}$  du taux de récupération moyen.

#### 11.4.2 Échantillons répétés :

**UNCONTROLLED COPY IF PRINTED**

La différence absolue entre les mesures répétées est rapportée sur le diagramme de contrôle. Cette valeur devrait se situer entre les seuils de contrôle, tels que définis dans le diagramme de contrôle. Le seuil de contrôle pour la différence absolue est de  $3 \text{ É.-T.}$  à partir de zéro.

## 12.0 Sécurité

Avant de réaliser la présente méthode, il faut lire et se familiariser avec le Manuel de sécurité au laboratoire de l'ACIA et les fiches signalétiques des produits chimiques utilisés.

## 13.0 Historique des révisions

Version	Date	Description	Auteur
1.0	30-01-2012	Nouvelle méthode	J. Soo
2.0	26-04-2012	4.2 : mise à jour des exigences sur la phase mobile 6.3 : mise à jour pour le gradient 7.1 : note sur l'homogénéité des produits transformés 7.6 : note sur la dilution de certains échantillons	J. Soo

Version	Date	Description	Auteur
3.0	06-09-2012	Révision pour l'ajout de la portée de l'accréditation. 3.0 : référence au modèle de rapport pour la méthode et déplacement de l'article de référence à la section Bibliographie 4.0 : instructions de préparation des solutions clarifiées 6.0 : réorganisation et mise à jour de la liste de la verrerie, de l'équipement et des appareils 7.0 : changements mineurs apportés au formatage et à la procédure 8.0-13.0 : erreurs typographiques mineures	J. Soo

## 14.0 Bibliographie

- 14.1 C. Sproll, W. Ruge, C. Andlauer, R. Godelmann et D. W. Lachenmeier; 2008; HPLC analysis and safety assessment of coumarin in foods; *Food Chem*, 109(2), p. 462-469.

**DOSAGE DE COLORANTS HYDROSOLUBLES DANS DES ALIMENTS PAR CLHP-UV-VISIBLE (DRD)**

Copie non-contrôlée

**1. Objectif et portée**

La présente méthode s'applique à l'identification, à la confirmation et au dosage de colorants hydrosolubles dans des aliments par chromatographie en phase liquide haute performance (CLHP). On trouvera dans le tableau 4 une liste des colorants alimentaires permis au Canada, aux États-Unis et en Europe pouvant être dosés. La présente méthode a été validée pour une large gamme de préparations et de produits alimentaires, comme des confiseries, des pâtisseries et des biscuits, des céréales pour petit-déjeuner, des jus et des boissons, des croustilles, des produits d'assaisonnement, des épices, du poisson, du caviar, des produits laitiers et des produits contenant du wasabi (raifort du Japon).

**2. Principe et théorie**

La chromatographie par formation de paires d'ions est basée sur l'ajout d'un contre-ion à la phase mobile, produisant ainsi un complexe réversible avec les colorants hydrosolubles renfermant un ou plusieurs groupes fonctionnels, comme des groupes d'acide ou de sel acide. Le complexe neutre ainsi formé est ensuite séparé par chromatographie à phase inversée.

La détection est réalisée grâce à un balayage en longueur d'onde dans la région UV-visible (UV-vis), 190 à 950 nm. Un spectre UV-vis est ainsi obtenu pour chaque colorant. Un chromatogramme peut être obtenu à une des longueurs d'onde d'acquisition (408, 428, 506, 540 ou 610 nm). L'identification des colorants est réalisée par superposition et comparaison des spectres UV-vis et par comparaison des temps de rétention. Le dosage est réalisé grâce à des étalons externes.

**3. Références**

- 3.1 LCAQ-016 : Determination of water-soluble food colours in foods by HPLC
- 3.2 J.F. Lawrence *et al.*; 1981; Journal of Chromatography, 210, p. 168-173
- 3.3 F.E. Lancaster et J.F. Lawrence; 1987; Journal of Chromatography, 388, p. 248-252
- 3.4 F.E. Lancaster et J.F. Lawrence; 1999; Food Additives and Contaminants, 16(9), p. 381-390
- 3.5 S. Dixit *et al.*; 2010; Journal of AOAC International, 93(5), p. 1503-1514
- 3.6 M.C. Genarro *et al.*; 1994; Journal of Chromatography A, 674, p. 281-299
- 3.7 NMKL; 1989; Nordic Committee on Food Analysis, n° 130
- 3.8 A. Weisz *et al.*; 1994; Journal of Chromatography A, 658, p. 505-510
- 3.9 B. Gandul-Rojas *et al.*; 2011; Food Science and Technology, article accepté pour publication
- 3.10 J.L. Garrido et M. Zapata; mai/juin 1993; Chromatographia, vol. 35, n° 9-12
- 3.11 J.L. Garrido et M. Zapata; 1993; Journal of High Resolution Chromatography, 16, p. 229-233
- 3.12 J.D. Davis *et al.*; 1993; Journal of Chromatography, 621, p. 105-109
- 3.13 A. Gratzfeld-Husgen *et al.*; Agilent Technologies Application Note: Sensitive Analysis of Synthetic Colors using HPLC Diode-Array Detection at 190-950 nm
- 3.14 Règlement sur les aliments et les drogues de Santé Canada, Partie B, Titre 6, paragraphes B.06 et B.16, tableaux III et VIII
- 3.15 The Merck Index; 1989; 11<sup>ème</sup> édition; Merck and Co. Inc., Rahway, É.-U.
- 3.16 The Sigma-Aldrich Handbook of Stains, Dyes and Indicators; 1990; Floyd J. Green, Sigma-Aldrich Corporation, É.-U.

**4. Terminologie et définitions**

CLHP : Chromatographie en phase liquide haute performance

UV-vis : Ultraviolet-visible

DRD : Détecteur à réseau de diodes

MRC : Matériau de référence certifié

MR : Matériau de référence

**5. Matériel et équipement**

- 5.1 Balance, trois chiffres après la virgule
- 5.2 Balance, quatre chiffres après la virgule
- 5.3 Bêchers
- 5.4 Erlenmeyers
- 5.5 Fioles jaugées
- 5.6 Éprouvettes graduées
- 5.7 Pipettes volumétriques
- 5.8 Pipettes automatisées
- 5.9 Pipettes distributrices
- 5.10 Système de filtration de la phase mobile avec membranes en nylon de 0,45 µm, ou l'équivalent
- 5.11 Transformateur ou mélangeur (Polytron), ou l'équivalent
- 5.12 Pipettes de transfert
- 5.13 Système de CLHP (Agilent Technologies ou l'équivalent avec pompe quaternaire et injecteur avec option de nettoyage de l'aiguille) avec détecteur à réseau de diodes (DRD)
- 5.14 Colonne de chromatographie : Poroshell SB-C18, 2,7 µm, 3,0 x 100 mm (Agilent Technologies), ou l'équivalent
- 5.15 Colonne de garde : cartouche C18 SecurityGuard, 4 x 3,0 mm (Phenomenex), ou l'équivalent
- 5.16 Filtres en ligne, frittés de 2 µm (Agilent Technologies), ou l'équivalent
- 5.17 Bains à ultrasons
- 5.18 Barreaux magnétiques
- 5.19 Plaque à agitateur magnétique
- 5.20 Centrifugeuse
- 5.21 Tubes de 15 mL en polypropylène
- 5.22 Flacons et bouchons pour CLHP
- 5.23 Membrane en nylon de 0,45 µm

**6. Réactifs et solutions**

**NOTE : Consulter les FS des produits avant de les utiliser.**

- 6.1 Réactifs

**DOSAGE DE COLORANTS HYDROSOLUBLES DANS DES ALIMENTS PAR CLHP-UV-VISIBLE (DRD)**

Copie non-contrôlée

- 6.1.1. Méthanol, qualité CLHP ou l'équivalent
- 6.1.2. Acétonitrile, qualité CLHP ou l'équivalent
- 6.1.3. Acétone, qualité CLHP ou l'équivalent
- 6.1.4. Eau ultra pure, qualité ASTM-I
- 6.1.5. Acétate d'ammonium, qualité réactif ou l'équivalent
- 6.1.6. Acide acétique glacial, qualité réactif ou l'équivalent
- 6.1.7.  $\alpha$ -Amylase (provenant d'*Aspergillus oryzae*) > 60 unités/mg, solide (Sigma-Aldrich A9857) ou l'équivalent
- 6.1.8. Étalons de référence pour les colorants hydrosolubles (voir le tableau 11)

**6.2 Solutions**

## 6.2.1. Solutions d'acétate d'ammonium

## 6.2.1.1. Solution 50 mM avec 0,1 % d'acide acétique :

Peser avec précision environ  $7,708 \pm 0,100$  g d'acétate d'ammonium et les mettre dans une fiole jaugée de 2 L contenant 500 mL d'eau ultra pure. Au moyen d'une pipette volumétrique, mettre 2,0 mL d'acide acétique glacial dans la fiole. Bien mélanger et compléter avec de l'eau ultra pure.

## 6.2.1.2. Solution 100 mM :

Peser avec précision environ  $15,416 \pm 0,100$  g d'acétate d'ammonium et les mettre dans une fiole jaugée de 2 L contenant 500 mL d'eau ultra pure. Bien mélanger, puis compléter avec de l'eau ultra pure.

## 6.2.1.3. Solution 1 M :

Peser avec précision environ  $7,708 \pm 0,100$  g d'acétate d'ammonium et les mettre dans une fiole jaugée de 100 mL contenant 50 mL d'eau ultra purer. Bien mélanger et compléter avec de l'eau ultra pure. Filtrer la solution sur une membrane en nylon de 0,45  $\mu$ m.

6.2.2. Solution d' $\alpha$ -amylase à 15 mg/mL

Calculer le volume requis pour un lot. Dans un bécher de 1 L, peser avec précision l' $\alpha$ -amylase et au moyen d'une éprouvette graduée ajouter l'eau ultra pure afin de préparer une solution à 15 mg/mL. Mélanger sur la plaque à agitateur magnétique jusqu'à ce que la solution soit homogène.

**NOTE :** L'eau doit être ajoutée lentement pour réduire au minimum la mousse.

## 6.2.3. Phases mobiles

## 6.2.3.1. Phase mobile A :

Combiner 970 mL de solution d'acétate d'ammonium 50 mM avec 0,1 % d'acide acétique (6.2.1.1) et 30 mL de méthanol. Bien mélanger et filtrer sur une membrane en nylon de 0,45  $\mu$ m.

## 6.2.3.2. Phase mobile B :

# DOSAGE DE COLORANTS HYDROSOLUBLES DANS DES ALIMENTS PAR CLHP-UV-VISIBLE (DRD)

Copie non-contrôlée

Combiner 500 mL de solution d'acétate d'ammonium 50 mM avec 0,1 % d'acide acétique (6.2.1.1), 150 mL de méthanol et 350 mL d'acétonitrile. Bien mélanger et filtrer sur une membrane en nylon de 0,45 µm.

## 6.2.3.3. Phase mobile C :

Combiner 50 mL de la solution d'acétate d'ammonium 1 M filtrée (6.2.1.3), 250 mL de méthanol et 200 mL d'acétone. Mélanger sur la plaque à agitateur magnétique et boucher la bouteille avec une feuille d'aluminium. Ne pas filtrer la solution (PCC n° 1). Cette solution est stable au maximum 5 jours.

## 7. Étalons

**NOTE :** La pureté des étalons doit être prise en compte pour le calcul des concentrations.

### 7.1 Courbes d'étalonnage : colorants hydrosolubles

#### 7.1.1. Solution mère pour les colorants alimentaires permis (200 µg/mL)

Peser avec précision environ 10,00 mg de chaque colorant alimentaire permis (voir le tableau 6) dans une fiole jaugée de 50 mL. Ajouter 30 mL d'eau ultra pure et mettre dans un bain à ultrasons pendant au moins 2 minutes. Compléter avec de l'eau ultra pure. Envelopper la fiole dans une feuille d'aluminium et la conserver au réfrigérateur (**PCC n° 2**). Cette solution mère est considérée stable au maximum 70 jours.

### 7.2 Solutions de travail : courbe d'étalonnage

À partir de la solution mère de colorants permis (7.1.1), préparer une courbe d'étalonnage pour 5 concentrations en diluant directement dans des flacons pour CLHP avec de l'eau ultra pure (voir le tableau 1). Agiter entre chaque dilution. Si les solutions préparées pour la courbe d'étalonnage ne sont pas injectées le jour où elles sont préparées, les réfrigérer et les mettre à l'abri de la lumière (**PCC n° 3**).

**Tableau 1 : dilutions pour la courbe d'étalonnage des colorants alimentaires permis**

Solution	Conc. (µg/mL)	Volume (µL)	Volume d'eau ultra pure (µL)
5	50	250 de 7.1.1	750
4	5	100 de sol. 5	900
3	0,5	100 de sol. 4	900
2	0,05	100 de sol. 3	900
1	0,025	250 de sol. 2	250

Pour chaque concentration, il faut faire deux injections. Le dosage par étalon externe est appliqué et les courbes d'étalonnage doivent être produites en utilisant les paramètres suivants :

Type : linéaire  
 Origine : ignorée  
 Pondération : quadratique (qté); 1/X<sup>2</sup>

### 7.3 Création de la bibliothèque de spectres UV-vis

#### 7.3.1. Solution de référence

Utiliser la courbe d'étalonnage n° 4 préparée en 7.2 (voir le tableau 1) comme solution de référence.

#### 7.3.2 Analyse par CLHP :



## 7.3.2.1 Bibliothèque de spectres

Injecter la solution de référence pour la création et la sauvegarde de la bibliothèque de spectres en utilisant les paramètres chromatographiques de la méthode.

**NOTE :** La solution mère (voir 7.1.1) peut être injectée en utilisant les paramètres chromatographiques de la méthode afin d'évaluer la pureté chromatographique des étalons. La pureté chromatographique devrait être évaluée chaque fois qu'un nouveau lot d'étalons est utilisé.

## 7.3.2.2 Qualification de l'appareillage

Injecter la solution 4 (7.2 courbe d'étalonnage) comme solution de qualification de l'appareil. Cette injection sert aussi comme étalon pour les temps de rétention des colorants alimentaires permis.

## 7.3.3 Analyse des données :

À partir de l'injection (pic bien défini et spectre UV-vis), sauvegarder le spectre UV-vis dans la bibliothèque en identifiant le nom du colorant, son C.I. (Colour Index), son temps de rétention, la longueur d'onde de l'analyse et la concentration de la solution de référence.

## 8. Procédure

### 8.1 Dosage

**NOTE :** Vérifier chaque échantillon pour déterminer si sa liste d'ingrédients contient un des produits suivants : amidons (maïs, tapioca, riz, etc.), amidon modifié ou pomme de terre. Si c'est le cas ou si cette information n'est pas donnée, passer à l'étape 8.1.2 suivant la pesée des échantillons. Si ce n'est pas le cas, passer à l'étape 8.1.3. (PCC n° 4)

## 8.1.1. Pesée :

8.1.1.1. Peser avec précision environ 10,000 g de chaque échantillon (5,000 g dans le cas du poisson, du caviar et des épices) dans un erlenmeyer de 125 mL. Il faut faire deux pesées pour chaque échantillon puisqu'ils seront extraits au moyen de deux solutions d'extraction différentes.

8.1.1.2. Ajouter un barreau magnétique dans chaque erlenmeyer.

## 8.1.2. Échantillons qui nécessitent une digestion enzymatique (alpha-amylase)

8.1.2.1. Ajouter 5 mL de solution d'alpha-amylase à 15 mg/mL (6.2.2) à chaque échantillon.

8.1.2.2. À chaque échantillon, ajouter 30 mL de solution d'acétate d'ammonium 100 mM (6.2.1.2). Utiliser une plaque à agitateur magnétique pour mélanger chaque échantillon pendant au moins 15 minutes. Passer à l'étape 8.1.4

## 8.1.3. Échantillons pour lesquels la digestion enzymatique n'est pas nécessaire

8.1.3.1. Ajouter à chaque échantillon 40 mL de solution d'acétate d'ammonium 100 mM (6.2.1.2). Utiliser une plaque à agitateur magnétique pour mélanger chaque échantillon pendant au moins 15 minutes. Passer à l'étape 8.1.4.

## 8.1.4. Extraction :

8.1.4.1. Solution d'extraction n° 1

**DOSAGE DE COLORANTS HYDROSOLUBLES DANS DES ALIMENTS PAR  
CLHP-UV-VISIBLE (DRD)**
**Copie non-contrôlée**

Ajouter 25 mL de solution d'acétate d'ammonium 100 mM (6.2.1.2) et 5 mL de méthanol (solution d'extraction 1) au premier erlenmeyer. Laisser mélanger au moins 15 minutes.

#### 8.1.4.2. Solution d'extraction n° 2

Dans le deuxième erlenmeyer, ajouter 30 mL de méthanol. Laisser mélanger au moins 15 minutes.

**Tableau 2 : résumé pour les extractions**

Étape 1 (section 8.1.2 ou 8.1.3)			Étape 2 (section 8.1.4)		
Digestion enzymatique	$\alpha$ -Amylase (6.2.2)	Solution d'acétate d'ammonium 100 mM (6.2.1.2)	Solution d'extraction	Solution d'acétate d'ammonium 100 mM (6.2.1.2)	Méthanol
$\alpha$ -Amylase (8.1.2)	5 mL	30 mL	1	25 mL	5 mL
	5 mL	30 mL	2	---	30 mL
Aucune (8.1.3)	---	40 mL	1	25 mL	5 mL
	---	40 mL	2	---	30 mL

- 8.1.5. Drainer l'eau restant dans le bain à ultrasons et la remplacer par de l'eau chaude du robinet (environ  $60 \pm 10$  °C). Traiter aux ultrasons pendant au moins 15 minutes.
- 8.1.6. Mettre les solutions dans des fioles jaugées de 100 mL. Rincer chaque erlenmeyer avec deux portions d'environ 10 mL de solution d'acétate de d'ammonium 100 mM (6.2.1.2). Laisser refroidir jusqu'à la température ambiante. Compléter chaque fiole jaugée avec de la solution d'acétate d'ammonium 100 mM (6.2.1.2). Bien mélanger.
- 8.1.7. Mettre environ 12 mL de chaque solution (8.1.6) dans un tube à centrifuger de 15 mL en polypropylène. Centrifuger à 22000 fcr (environ 14000 tr/min) pendant au moins 5 minutes à la température ambiante.
- 8.1.8. Au moyen d'une pipette de transfert, récupérer le surnageant. Éviter de prendre la couche flottante de graisse à la surface du liquide (visible pour les échantillons contenant 2 % ou plus de graisse). Mettre dans un flacon à CLHP, puis injecter dans le système de chromatographie.

## 9. Chromatographie

### 9.1 Paramètres chromatographiques :

- 9.1.1. Phase mobile A : voir 6.2.3.1
- 9.1.2. Phase mobile B : voir 6.2.3.2
- 9.1.3. Phase mobile C : voir 6.2.3.3
- 9.1.4. Température de la colonne : 60 °C
- 9.1.5. Débit : 0,75 mL/min
- 9.1.6. Volume injecté : 25  $\mu$ L
- 9.1.7. Température de l'injecteur : 25 °C

**DOSAGE DE COLORANTS HYDROSOLUBLES DANS DES ALIMENTS PAR  
CLHP-UV-VISIBLE (DRD)**

Copie non-contrôlée

9.1.8. Lavage de l'aiguille : *Port de l'aiguille, 5 s, méthanol/eau (50/50 v/v)*

9.1.9. Gradient : Voir le tableau 3

**Tableau 3 : Gradient**

Temps (min)	Phase A (%)	Phase B (%)	Phase C (%)
0	100	0	0
1	100	0	0
1,01	97	3	0
2	97	3	0
4	67	33	0
5	50	50	0
6	25	75	0
7	0	75	25
8	0	75	25
8,01	0	50	50
9	0	25	75
11	0	0	100
11,01	100	0	0
15	100	0	0

9.1.10. Détecteur :  
 - Longueur d'onde : 408, 428, 506, 540 et 610 nm  
 - Largeur de bande : 16 nm  
 - Référence : aucune (off)

9.1.11. Temps mort : 1 min

**Tableau 4 : Longueur d'onde spécifique pour chaque colorant hydrosoluble**

Colorant alimentaire	n° CAS	Color Index (C.I.)	Analyse $\lambda$ (nm)
Tartrazine	1934-21-0	19140	428
Amaranthe	915-67-3	16185	506
Carmin d'indigo	860-22-0	73015	610
Jaune soleil FCF	2783-94-0	15985	506
Rouge allura	25956-17-6	16035	506
Ponceau SX	4548-53-2	14700	506
Vert rapide FCF	2353-45-9	42053	610
Bleu Brillant FCF	3844-45-9	42090	610
Érythrosine B	15905-32-5	45430	540
Chlorophylline	11006-34-1	75815	408
Ponceau 4R	2611-82-7	16255	506
Azorubine	3567-69-9	14720	506
Vert S	3087-16-9	44090	610
Jaune de quinoléine	8004-92-0	47005	408
Rhodamine B	81-88-9	45170	506
Bleu patenté V	3536-49-0	42051	610

## 9.2 Système de CLHP

Équilibrer le système de CLHP avec la phase mobile A pendant environ 30 minutes avant le début des analyses. La solution de référence (7.3.2) est injectée avant chaque analyse, servant de qualification de l'appareillage.

**NOTE :** Quand une nouvelle colonne est installée dans le système de CLHP, conditionner la colonne avec la phase mobile B (6.2.3.2) pendant 30 minutes avant de passer à phase mobile phase A (6.3.2.1), afin d'équilibrer le système avant l'analyse.

**DOSAGE DE COLORANTS HYDROSOLUBLES DANS DES ALIMENTS PAR CLHP-UV-VISIBLE (DRD)**

Copie non-contrôlée

**9.3 Analyse des données****9.3.1. Recherche dans la bibliothèque de spectres**

Extraire le spectre UV-vis et faire une recherche dans la bibliothèque des pics chromatographiques intégrés. Cette recherche (manuelle ou automatisée) devrait permettre l'identification de tout colorant avec un facteur de correspondance d'au moins 900.

**NOTE :** Lors du retraitement des chromatogrammes, les pics de tartrazine, d'amarante et de carmin indigo ne sont analysés que quand la solution d'extraction n° 1 est utilisée (8.1.4.1). Quand la solution d'extraction n° 2 (8.1.4.2) est utilisée, tous les pics des autres colorants permis sont analysés.

**9.3.2. Dosage (s'applique aux composés du tableau 4 seulement)**

Utiliser la méthode de retraitement appropriée (dosage) selon le colorant hydrosoluble permis détecté (PCC n° 5).

**10. Résultats et calculs****10.1 Échantillons**

10.1.1. Noter la quantité obtenue en µg/mL (W) sur la feuille de travail.

10.1.2. Rapporter les résultats en µg/g.

$$X (\mu\text{g/g}) = \frac{W (\mu\text{g/mL}) \times \text{facteur de dilution (mL)}}{\text{Poids d'échantillon (g)}}$$

**11. Contrôle de la qualité****11.1 Matériaux de référence certifiés (MRC) ou matériaux de référence internes (MR)**

Si au cours d'une série d'analyses des échantillons sont extraits en suivant l'étape 8.1.2 (avec digestion enzymatique) ou en suivant l'étape 8.1.3 (sans digestion enzymatique), chaque échantillon de contrôle correspondant sera traité et extrait avec les deux solutions d'extraction (8.1.4.1 et 8.1.4.2).

**11.2 Blanc de réactif**

11.2.1. Mettre 3 mL de méthanol dans un tube de 15 mL en polypropylène.

11.2.2. Si l'échantillon a subi une digestion enzymatique (8.1.2), ajouter 1 mL de la solution d'alpha-amylase (6.2.2).

11.2.3. Mettre le volume requis (6 ou 7 mL) de solution d'extraction d'acétate d'ammonium 100 mM (6.2.1.2) afin d'obtenir un volume final de 10 mL.

**11.3** Injecter de l'eau ultra pure dans le système de CLHP à intervalle régulier lors d'une série d'analyses afin de réduire au minimum toute contamination d'un échantillon par un autre.

**DOSAGE DE COLORANTS HYDROSOLUBLES DANS DES ALIMENTS PAR  
CLHP-UV-VISIBLE (DRD)**

Copie non-contrôlée

## 11.4 Contrôle de qualité

**Tableau 5 : critères de contrôle de la qualité**

Étapes de contrôle	Critère de contrôle de la qualité	Mesure corrective si le critère n'est pas satisfait
Qualification de l'appareil	Tous les pics associés aux colorants permis devraient se retrouver dans la bibliothèque de spectres	Identifier manuellement les pics présents dans le chromatogramme de l'injection de qualification de l'appareil.
Coefficient de corrélation (R)	$R \geq 0,97$ (mais $R \geq 0,85$ pour la chlorophylline)	Si besoin, refaire des injections pour des courbes d'étalonnage pour un ou plusieurs points de la courbe.
Blanc de réactif	$\leq$ limite de dosage	1 : Soustraire les surfaces de pic obtenues lors de l'analyse du blanc pour les échantillons pour lesquels le réactif a été utilisé ou 2 : refaire l'analyse.

## 12. Points de contrôle critiques (PCC)

**Tableau 6 : points de contrôle critiques**

N°	Section	Étape	PCC
1	6	6.2.3.3	Mélanger la phase mobile C au moyen d'une plaque à agitateur magnétique; ne pas mélanger manuellement. La solution est stable au maximum 5 jours. S'assurer que la solution est emballée dans une feuille d'aluminium pendant son stockage.
2	7	7.1.1	La solution mère de colorants alimentaires permis doit être recouverte d'une feuille d'aluminium et conservée au réfrigérateur. La solution est stable pendant 70 jours.
3	7	7.2	Si les solutions utilisées pour la courbe d'étalonnage ne sont pas injectées le jour où elles sont préparées, elles doivent être conservées dans un réfrigérateur et à l'abri de la lumière.
4	8	8.1	La digestion enzymatique doit être réalisée pour tous les échantillons contenant un des ingrédients mentionné à la section 8.1 ou si l'information n'est pas disponible.
5	9	9.3.2	Les temps de rétention et les spectres UV-vis sont obtenus en utilisant des paramètres chromatographiques identiques.

**FIN DU DOCUMENT**

**Copie non-contrôlée**

## 1. Objet et domaine d'application

La présente méthode d'analyse s'applique au dosage par chromatographie liquide à haute performance (CLHP) de colorants liposolubles, incluant la catégorie dite des « Sudan », dans les aliments. Les aliments pour lesquels la présente méthode est validée sont les sauces (sauce Tabasco, sauces épicées asiatiques, etc.), pâtes et produits huileux (pâte de chili, pâte de curry et autres), les épices en poudre (chili, paprika, curcuma et autres), les œufs salés et les huiles. De plus, la méthode a été validée pour le colorant Citrus Red 2 dans les oranges fraîches, marmelades et jus d'oranges.

## 2. Principe et théorie

Les colorants sont extraits de l'échantillon par trois (3) extractions liquide-liquide avec du tétrahydrofurane (THF). Après un mélange manuel, sonication, agitation sur plaque, centrifugation et filtration, l'extrait liquide est concentré par évaporation sous azote, à nouveau dissous dans un volume minimal de THF, filtré et analysé par CLHP à l'aide d'un détecteur à réseau de diodes (DRD) dans la région de l'UV-visible (400 – 700 nm). Le dosage s'effectue à l'aide d'une courbe d'étalonnage externe.

## 3. Références

- 3.1. MET-027, Méthode de dosage des colorants liposolubles, ACIA-CFIA.
- 3.2. Lincolne Sutton and Wood Norwich Laboratory; 2003; Collaborative Trial 145 of a Method for the Detection and Determination of Sudan I in Chilli Products by HPLC, Method 145A.
- 3.3. H.-W. Sun *et al.*; 2007; J. Chromatogr. A, 1164, p. 120.
- 3.4. R. Noguerol-Cal *et al.*; 2008; J. Chromatogr. A 1179, p. 152.
- 3.5. Y. Uematsu *et al.*; 2007; Journal of AOAC International, 90(2), p. 437.
- 3.6. Application Note: Azo-dyes in Spices, Applied BioSystems, MDS Sciex, 2007.
- 3.7. Application Note: Determination of Sudan Dyes in Food Products by HPLC, Shimadzu Scientific Instruments, février 2006.
- 3.8. Application Note: A Rapid and Sensitive Analysis Method for Sudan Reds in Curry and Chili Powder using LC/MS/MS, Agilent Technologies, 2008.

## 4. Terminologie et définitions

- 4.1 CLHP : Chromatographie Liquide à Haute Performance
- 4.2 MRC : Matériau de référence certifié
- 4.3 MR : Matériau de référence

## 5. Matériel et équipement

### 5.1. Verrerie et appareils :

- 5.1.1. Système de filtration des phases mobiles : membrane de nylon de 0,45 µm, ou l'équivalent
- 5.1.2. Seringues en plastique de 1 mL, ou l'équivalent

- 5.1.3. Filtres à membrane de polytétrafluoroéthylène (PTFE) de 0,45 µm, ou l'équivalent
- 5.1.4. Flacons d'injection pour la CLHP
- 5.1.5. Pipettes volumétriques et pipetteurs automatiques
- 5.1.6. Éprouvettes graduées de différents volumes
- 5.1.7. Fioles jaugées de 50 mL (**PCC n° 1**)
- 5.1.8. Éprouvettes en verre graduées de 15 mL (**PCC n° 1**)
- 5.1.9. Tubes de centrifugation en plastique de 50 mL
- 5.1.10. Entonnoirs en verre (**PCC n° 1**)
- 5.1.11. Laine de verre
- 5.1.12. Pipettes de transfert
- 5.1.13. Dispensette

## 5.2. Équipement auxiliaire :

- 5.2.1. Centrifugeuse
- 5.2.2. Homogénéisateur Polytron, ou l'équivalent
- 5.2.3. Mélangeurs de type Vortex (manuel et à plaques)
- 5.2.4. Montage pour l'évaporation sous courant d'azote (*N-Evap*, ou l'équivalent) (pouvant maintenir une température d'environ 55°C)
- 5.2.5. Réfrigérateur
- 5.2.6. Congélateur
- 5.2.7. Bain à ultrasons

## 5.3. Instrumentation d'analyse :

- 5.3.1. Système de CLHP (Agilent Technologies ou équivalent) avec un détecteur à réseau de diodes (DRD)
- 5.3.2. Colonne CLHP à phase inverse C-18.  
(Agilent Technologies, Zorbax SB-C18, *Rapid Resolution HT*, 4,6 x 50 mm, 1,8 µm, ou l'équivalent)
- 5.3.3. Colonne de garde à phase inverse C-18.  
(Cartouche Phenomenex Security-Guard C-18, 4 x 3,0 mm, ou l'équivalent)



## 6. Réactifs et solutions

**NOTE sur les mesures de sécurité :** Consulter les fiches signalétiques des produits avant toute utilisation.

### 6.1. Réactifs :

- 6.1.1. Méthanol (MeOH), qualité CLHP (ou équivalent)
- 6.1.2. Acétonitrile (ACN), qualité CLHP (ou équivalent)
- 6.1.3. Tétrahydrofurane (THF), qualité CLHP ou certifié ACS (ou équivalent)
- 6.1.4. Acide trifluoroacétique (TFA), qualité réactif ou supérieure;  $\geq 98\%$  (ou équivalent)
- 6.1.5. Eau ultra-pure, qualité ASTM-I
- 6.1.6. Bromure de dodécyltriméthylammonium (DDTMABr), grade réactif (ou équivalent)
- 6.1.7. Phosphate de tétrabutylammonium monobasique (TBAHP), solution 1,0 M dans l'eau, grade réactif (ou équivalent)
- 6.1.8. Chlorure de sodium (NaCl), certifié ACS (ou équivalent)
- 6.1.9. Éthanol 95% (EtOH 95 %), qualité réactif (ou équivalent)

### 6.2. Solutions :

#### 6.2.1. Phases mobiles :

##### 6.2.1.1. Phase mobile A :

Dans une fiole jaugée de 1 L, peser précisément environ 3,08 g de DDTMABr et dissoudre avec environ 800 mL d'eau ultra-pure. Dans la même fiole, ajouter à l'aide d'une éprouvette graduée 60 mL de la solution 1,0 M de TBAHP. Ajouter 1,5 mL de TFA et mélanger. Laisser la solution revenir à la température de la pièce et compléter avec de l'eau ultra-pure. Filtrer sur une membrane en nylon de 0,45  $\mu\text{m}$ . (**PCC n° 2**)

##### 6.2.1.2. Phase mobile B :

Dans une fiole jaugée de 1000 mL remplie à mi-volume d'ACN, ajouter 1,5 mL de TFA et mélanger. Compléter avec de l'ACN. (**PCC n° 2**)

##### 6.2.1.3. Phase mobile C :

Dans une fiole jaugée de 2000 mL remplie à mi-volume de MeOH, ajouter 3,0 mL de TFA et mélanger. Compléter avec du MeOH. (**PCC n° 2**)

**NOTE :** Les phases mobiles doivent être utilisées dans les 7 jours qui suivent leur préparation.

## 7. Étalons :

## 7.1. Étalons :

Tableau 1 : Liste des colorants liposolubles dosables

Colorant liposoluble	n° CAS	Colour Index (C.I.)	$\lambda$ d'analyse (nm)
Sudan I	842-07-9	12055	473
Sudan II	3118-97-6	12140	525
Sudan III	85-86-9	26100	525
Sudan IV	85-83-6	26105	525
Sudan Red B	3176-79-2	26110	525
Sudan Red 7B	6368-72-5	26050	525
Sudan Red G	1229-55-6	12150	525
Sudan Orange G	2051-85-6	11920	400
Sudan Blue II	17354-14-2	61554	625
Solvent Blue 59	6994-46-3	61552	625
Toluidine Red	2425-85-6	12120	525
Para Red	6410-10-2	12070	473
Methyl Yellow	60-11-7	11020	400
Metanil Yellow <sup>†</sup>	587-98-4	13065	400
Sudan Black B	4197-25-5	26150	625
Citrus Red 2	6358-53-8	12156	525

<sup>†</sup> : Colorant hydrosoluble

**NOTE :** Les solutions étalons pour les colorants suivants : Citrus Red 2, Sudan Black B et Metanil Yellow seront préparées au besoin. Les courbes d'étalonnage correspondantes seront également préparées suivant les besoins.

## 7.2. Solutions mères étalons à 50 µg/mL

## 7.2.1. Solution mère étalon pour les 13 premiers colorants (mélange)

En tenant compte de la pureté de chaque étalon et en changeant à chaque fois de nacelle de pesée, peser précisément environ 10 mg de chacun des treize (13) premiers colorants (voir le tableau 1). Les transférer dans une fiole jaugée de 200 mL. Ajouter environ 100 mL de THF et mélanger doucement pour dissoudre tous les colorants. Soumettre au bain à ultrasons pendant quelques minutes, compléter avec du THF et boucher avec un bouchon en verre. Envelopper la fiole de papier d'aluminium pour éviter la lumière et le conserver au réfrigérateur (**PCC n° 3**).

## 7.2.2. Solution mère étalon de Citrus Red 2

En tenant compte de la pureté de l'étalon, peser précisément environ 10 mg du colorant Citrus Red 2 dans une nacelle de pesée. Transférer dans une fiole jaugée de 200 mL. Ajouter environ 100 mL de THF et mélanger doucement pour dissoudre le colorant. Soumettre au bain à ultrasons pendant quelques minutes, compléter avec du THF et boucher avec un bouchon en verre. Envelopper la fiole de papier d'aluminium pour éviter la lumière et le conserver au réfrigérateur (**PCC n° 3**).

## 7.2.3. Solution mère étalon de Sudan Black B

En tenant compte de la pureté de l'étalon, peser précisément environ 10 mg du colorant Sudan Black B dans une nacelle de pesée. Transférer dans une fiole jaugée de 200 mL. Ajouter environ 100 mL de THF et mélanger doucement pour dissoudre le colorant. Soumettre au bain à ultrasons pendant quelques minutes, compléter avec du THF et boucher avec un bouchon en verre. Envelopper la fiole de papier d'aluminium pour éviter la lumière et le conserver au réfrigérateur (**PCC n° 3**).

## 7.2.4. Solution mère étalon de Metanil Yellow

En tenant compte de la pureté de l'étalon, peser précisément environ 10 mg du colorant Metanil Yellow dans une nacelle de pesée. Transférer dans une fiole jaugée de 200 mL et rincer avec un maximum de 10-15 mL d'eau ultra-pure. Mélanger doucement pour mouiller et dissoudre le colorant puis ajouter environ 100 mL de THF. Soumettre au bain à ultrasons pendant quelques minutes, compléter avec du THF et boucher avec un bouchon en verre. Envelopper la fiole de papier d'aluminium pour éviter la lumière et le conserver au réfrigérateur (PCC n° 3).

**NOTE :** Les solutions mères étalons – mélange (7.2.1), Citrus Red 2 (7.2.2), Sudan Black B (7.2.3) et Metanil Yellow (7.2.4) – sont stables pour une période maximale de 3 mois lorsqu'elles sont conservées au réfrigérateur.

## 7.3. Courbe d'étalonnage : solutions de travail (mélange)

Porter chaque solution de travail aux concentrations désirées en les diluant dans des fioles jaugées de 10 mL. Compléter au volume avec du THF, filtrer chaque solution sur une membrane de PTFE de 0,45 µm puis mettre dans un flacon pour CLHP. Les solutions sont injectées dans les conditions de l'analyse et elles sont valides aussi longtemps que les solutions mères sont stables.

## 7.4. Courbe d'étalonnage : solutions de travail

Tableau 2 : Solutions de travail pour les courbes d'étalonnage

Solution de travail	Volume pipeté (mL)	Volume final (mL)	Solution	Concentration finale (µg/mL)
7 <sup>2</sup>	—	—	solutions 7.2.1, (et/ou au besoin 7.2.2, 7.2.3 et 7.2.4)	50
6 <sup>2</sup>	5,0	10	solutions 7.2.1, (et/ou au besoin 7.2.2, 7.2.3 et 7.2.4)	25
5	2,0	10	solutions 7.2.1, (et/ou au besoin 7.2.2, 7.2.3 et 7.2.4)	10
4	0,5	10	solutions 7.2.1, (et/ou au besoin 7.2.2, 7.2.3, et 7.2.4)	2,5
3	2,0	10	solution 7.4. # 4	0,5
2	0,5	10	solution 7.4. # 4	0,125
1	2,0	10	solution 7.4. # 2	0,025

<sup>2</sup> : Solutions de travail préparées individuellement si les solutions décrites en 7.2.3 et/ou 7.2.4 sont nécessaires.

## 7.5. Injecter chacune des solutions de travail pour les courbes d'étalonnage.

## 7.6. Après le retraitement de tous les chromatogrammes d'étalonnage, la courbe d'étalonnage doit être générée avec les paramètres suivants :

Type : Linéaire  
 Origine : Ignorer  
 Pondération : Quadratique (Quantité)

## 7.7. Solution à utiliser pour la vérification des performances du système CLHP

## 7.7.1 Qualification instrumentale (QI)

Injecter les solutions n° 5 (préparées comme décrit dans la section 7.2.1, et/ou au besoin dans les sections 7.2.2, 7.2.3 et 7.2.4; voir tableau 2). Ces solutions permettent de vérifier la performance du système et servent également de temps de rétention étalons pour chaque série d'analyses.

## 8. Mode opératoire

### 8.1. Préparation des échantillons :

- 8.1.1. Mélanger manuellement les échantillons secs ou en poudre pour éviter la production d'aérosols potentiellement irritants (ex.: épices sèches, poudre, etc.).
- 8.1.2. Chauffer légèrement les échantillons d'huiles (ex.: huile de palme) afin d'assurer l'homogénéité avant de prélever la quantité désirée.
- 8.1.3. Homogénéiser tout autre échantillon avec un robot culinaire ou autre mélangeur approprié.
- 8.1.4. Garder les échantillons préparés dans des contenants fermés hermétiquement, à la température de la pièce, au réfrigérateur ou au congélateur en fonction du type de denrée.
- 8.1.5. Préparation des agrumes :
  - 8.1.5.1. Tarer une nacelle de pesée sur une balance pour analyses.
  - 8.1.5.2. Mettre dans la nacelle tarée un minimum de 6 agrumes pour les gros agrumes et 12 pour les petits agrumes.
  - 8.1.5.3. Déterminer le poids moyen de l'agrumes en utilisant le poids total des agrumes pesés.
  - 8.1.5.4. Peler les agrumes.
  - 8.1.5.5. Peser l'ensemble des pelures des agrumes.
  - 8.1.5.6. Déterminer le poids moyen de la pelure de l'agrumes à partir du poids total des pelures.
  - 8.1.5.7. Homogénéiser les échantillons de pelures avec un robot culinaire.
  - 8.1.5.8. Garder les échantillons au congélateur jusqu'à leur analyse.

### 8.2. Méthode d'extraction :

- 8.2.1. Selon la nature de l'échantillon à doser, peser précisément environ 5 g d'homogénat d'échantillon dans un tube de centrifugation en plastique de 50 mL. Procéder au dosage de chaque échantillon en duplicata.

**NOTE :** S'il est impossible de peser 5 g d'échantillon, ajuster le volume de dilution final.

- 8.2.2. Ajouter une pointe de spatule (environ 1 à 2 g) de NaCl.
- 8.2.3. Ajouter 15 mL du solvant d'extraction (THF) pour mouiller l'échantillon et mélanger pendant quelques secondes.
- 8.2.4. Mettre tous les tubes de centrifugation de 50 mL sur un support à tubes et les soumettre au bain à ultrasons environ 15 minutes.
- 8.2.5. Procéder ensuite au mélange à l'aide du mélangeur à plaques pendant environ 15 minutes (**PCC n° 4**).
- 8.2.6. Centrifuger l'échantillon pendant environ 5 minutes à 10 000 rpm. Filtrer le surnageant sur un entonnoir en verre muni d'un tampon de laine de verre, dans une fiole jaugée de 50 mL. Si nécessaire, utiliser une pipette pasteur pour transférer la phase liquide.
- 8.2.7. Répéter les étapes 8.2.4. à 8.2.7.

- 8.2.8. Pour la dernière extraction, n'ajouter que 10 mL de THF et répéter les étapes 8.2.5. à 8.2.7.
- 8.2.9. Compléter la fiole jaugée de 50 mL avec du THF.
- 8.2.10. Si les échantillons sont des corps gras (huiles, shortening, etc.), les ballons jaugés de 50 mL (8.2.9) doivent être placés au congélateur pour la nuit. Sinon, poursuivre à l'étape 8.2.14.
- 8.2.11. Transférer environ 20 mL de l'extrait froid dans un tube de centrifugation en plastique de 50 mL en transférant le moins possible de précipité. Un seul transfert doit être effectué (**PCC n° 5**).
- 8.2.12. Laisser revenir à température ambiante et poursuivre avec l'étape 8.2.14.
- 8.2.13. Transférer 15 mL de l'extrait (8.2.9. ou 8.2.12.) dans une éprouvette graduée en verre de 15 mL et évaporer le THF jusqu'à environ 1 mL à l'aide du montage pour évaporation sous azote (*N-Evap*). Éviter d'évaporer complètement. Durant l'évaporation, ajuster la hauteur de l'aiguille en fonction du niveau de liquide à évaporer pour ne pas causer d'éclaboussures (**PCC n° 6**).

**NOTE :** Vérifier la température du *N-Evap* au moyen d'un thermomètre étalonné.

- 8.2.14. Dissoudre à nouveau l'extrait concentré et tous les dépôts présents en ajoutant du THF jusqu'à la marque des 3 mL ou jusqu'au volume de dilution final en fonction du poids pesé (8.2.1). Si nécessaire, utiliser le bain à ultrasons pour tout solubiliser. Mélanger l'extrait à la main pendant quelques secondes. (**PCC n° 7**).
- 8.2.15. Filtrer l'extrait sur une membrane de PTFE de 0,45 µm et le mettre dans un flacon pour CLHP.

### 8.3 Création de la bibliothèque de spectres

#### 8.3.1 Solutions de référence :

Utiliser les solutions d'étalonnage n° 5 préparées à la section 7.4 (voir tableau 2) comme solutions de référence.

#### 8.3.2 Analyse par CLHP :

##### 8.3.2.1 Bibliothèque de spectres

Injecter les solutions de référence (8.3.1.) pour créer la bibliothèque spectrale en suivant les conditions chromatographiques de la méthode.

**NOTE :** Les solutions mères (7.2.1 à 7.2.4) peuvent également être injectées dans les conditions chromatographiques de la méthode pour évaluer la pureté chromatographique de certains étalons. La pureté chromatographique doit être évaluée chaque fois qu'un nouveau lot d'étalon est utilisé.

##### 8.3.2.2 Qualification instrumentale (QI)

Utiliser et injecter les solutions n° 5 (7.4; tableau 2 - courbes d'étalonnage) pour la qualification instrumentale. Ces injections permettent également d'établir les temps de rétention pour tous les colorants.

#### 8.3.3 Retraitement des chromatogrammes :

Pour chaque analyse (pics de colorant et spectres UV-Vis bien définis), sauvegarder les spectres UV-visible des étalons, les numéros de C.I. (Colour Index), les temps de rétention, les longueurs d'onde de détection et la concentration des solutions de référence.

8.3.3.1 Tout résultat positif doit être vérifié et confirmé par la superposition et la comparaison des spectres UV-visible à l'aide de la bibliothèque de spectres. La recherche des colorants dans la bibliothèque est faite de façon manuelle, tout en recalant éventuellement la gamme spectrale en question.

8.3.4 Le dosage des colorants liposolubles s'effectue par référence à une courbe d'étalonnage externe et l'obtention d'une concentration en µg/mL.

## 9. Système chromatographique

### 9.1. Conditions chromatographiques :

#### 9.1.1. Phases mobiles :

Phase mobile A : Solution aqueuse de bromure de dodécyltriméthylammonium (DDTMABr) 10 mM, d'hydrogénosulfate de tétrabutylammonium (TBAHP) 60 mM et d'acide trifluoroacétique (TFA) à 0,15 %  
 Phase mobile B : Solution de 0,15 % de TFA dans l'acétonitrile  
 Phase mobile C : Solution de 0,15% de TFA dans le méthanol

#### 9.1.2. Gradient :

**Tableau 3 : Gradient utilisé**

t (min)	Phase mobile A (%)	Phase mobile B (%)	Phase mobile C (%)
0,00	60	15	25
2,00	60	15	25
3,00	40	25	35
4,00	35	30	35
6,00	30	30	40
7,00	20	30	50
8,00	20	10	70
11,00	20	10	70
11,01	0	0	100
14,00	0	0	100

9.1.3. Débit : 1,5 mL/min

9.1.4. Arrêt de l'analyse : 14 min

9.1.5. Temps post-analyse : 3 min

9.1.6. Volume d'injection : 5 µL (avec rinçage de l'aiguille)

9.1.7. Rinçage de l'aiguille : port de l'aiguille, 5 s (EtOH à 95 %)

9.1.8. Température de l'injecteur : Environ 25 °C ou température ambiante

9.1.9. Température du four à colonne : 50 °C

9.1.10. Longueurs d'ondes d'intérêt : le signal du détecteur est suivi à 400, 473, 525 et 625 nm, avec une largeur de bande de 16 nm et sans référence (« OFF »). Les spectres sont enregistrés entre 200 et 800 nm à intervalles de 2 nm.

9.2. Équilibrer le système CLHP comme décrit dans la section 9.1.

- 9.3. Vérifier la performance de l'instrument en injectant la solution décrite en 7.7.1.
- 9.4. Injecter la solution de vérification de performance (QI), le blanc de solvant et les extraits d'échantillons.

## 10. Calculs

10.1. Résultats des analyses d'échantillon :

10.1.1. Déclarer les résultats en µg/mL.

10.1.2. Déclarer les résultats finaux en µg/g.

$$\text{Concentration } (\mu\text{g} / \text{g}) = \frac{\text{Concentration CLHP } (\mu\text{g} / \text{mL}) \times \text{Volume de dilution (mL)}}{\text{Poids de l'échantillon (g)}}$$

Dans laquelle : *Volume de dilution* =

$$\frac{\text{Volume initial (50 mL)} \times \text{Volume final de dilution (3 mL)}}{\text{Volume transféré (15 mL)}}$$

10.1.3. Pour les agrumes, déclarer les résultats finaux en µg/g d'agrumes

$$\text{Concentration } (\mu\text{g} / \text{g d'agrumes}) = \text{Concentration } (\mu\text{g} / \text{g de pelures}) \times \frac{\text{Poids moyen de pelures (g)}}{\text{Poids moyen d'agrumes (g)}}$$

## 11. Contrôle de la qualité

- 11.1. Pour chaque série d'analyse, on injecte l'une des solutions de vérification des performances (7.7.1) afin d'ajuster les temps de rétention. Tous les pics correspondant aux colorants liposolubles doivent être détectés et identifiés à l'aide du tableau d'étalonnage. Il peut être utile, si nécessaire, de vérifier les pics à l'aide de la bibliothèque.
- 11.2. Un blanc de solvant (THF) est analysé pour chaque série d'analyses d'échantillons.
- 11.3. Un matériau de référence certifié (MRC) ou un matériau de référence (MR) est utilisé dans chaque série d'analyse.
- 11.4. Critères de contrôle de la qualité

Tableau 4 : Critère de contrôle de qualité

Étapes de contrôle	Critères de contrôle de qualité	Mesure corrective si le critère n'est pas vérifié
Qualification instrumentale (QI)	Tous les pics associés aux colorants liposolubles présents dans la solution de QI doivent être détectés et identifiés.	Préparation d'une nouvelle solution de QI (7.7.1), vérification du système CLHP.
Coefficient de corrélation R	$R \geq 0,98$	Si nécessaire, reprise d'un point ou de tous les points de la courbe d'étalonnage
Blanc de solvant	$\leq$ Limite de quantification (LQ)	Soustraction des aires du blanc de solvant pour tous les échantillons
Duplicata	Écart des résultats $\leq 20\%$ [(plus élevé - moins élevé)/moins élevé] lorsque le résultat est positif.	Reprise de l'échantillon en duplicata

## 12. Points de contrôle critiques (PCC)

Tableau 5 : PCC

N°	Section	Étape	Point de contrôle critique (PCC)
1	5	5.1	La verrerie utilisée doit être rincée à l'éthanol après chaque utilisation.
2	6	6.2.1.1 à 6.2.1.3	Les phases mobiles doivent être utilisées dans les 7 jours qui suivent leur préparation à cause de la présence de TFA.
3	7	7.2.1 à 7.2.4	Un passage de 2 à 3 minutes au bain à ultrasons peut être nécessaire pour compléter la dissolution de tous les colorants
4	8	8.2.6.	Lors du mélange sur plaque, s'assurer que les bouchons des tubes de centrifugation sont bien en place. Ne pas exercer de pression excessive lors du placement des tubes entre les plaques.
5	8	8.2.11	Un seul transfert de l'extrait doit être effectué.
6	8	8.2.13	Durant l'évaporation, ajuster la hauteur de l'aiguille de manière à atteindre le niveau de liquide approprié en évitant les pertes par éclaboussures.
7	8	8.2.14	Dissoudre à nouveau l'extrait concentré et tous les dépôts présents dans du THF jusqu'à la marque des 3 mL du tube à essai. Passer au bain à ultrasons si nécessaire.



**Fin de document**

**Ce document devient CONFIDENTIEL une fois rempli****Section et code de la section :** Chimie CHE**Numéro du document d'exploitation normalisée :** SOM-DAR-CHE-055-02**Titre du document d'exploitation normalisée :** Dosage de l' $\alpha$ -solanine et de l' $\alpha$ -chaconine dans les tubercules de pomme de terre.**PAGE DE COUVERTURE DE L'APPROBATION**

Cette page de couverture constitue la preuve que ce document opérationnel standard a été définitivement approuvé. Si une nouvelle version du présent document est publiée, une nouvelle page d'approbation sera incluse. La page d'approbation obsolète sera archivée accompagné du document type de la version obsolète du document.

	<b>NOM</b>	<b>SIGNATURE</b>	<b>DATE</b>
<b>Auteur</b>	<b>Brandy Pooley</b>	<b>N.D.</b>	
<b>Modifié par</b>	<b>Wade Rourke</b>		
<b>Directeur de laboratoire</b>	<b>William Lanterman</b>		
<b>Directeurs des sections</b>	<b>Cory Murphy</b>		
<b>Révisé par le Comité de contrôle de la qualité</b>	<b>Bree-Ann Lightfoot, AAQ</b>		

Date d'entrée en vigueur : 30-04-2012

COPIE NON CONTRÔLÉE

PIÈCE JOINTE 6 À L'APPENDICE 1

Copie non-contrôlée

\*SOM-CHE-055-02\*

## **DOSAGE DE L' $\alpha$ -SOLANINE ET L' $\alpha$ -CHACONINE DANS LES TUBERCULES DE POMME DE TERRE**

### **1. OBJET**

- 1.1. Fournir des instructions spécifiques pour le dosage de l' $\alpha$ -solanine et de l' $\alpha$ -chaconine dans les pommes de terre.

### **2. RÉFÉRENCES**

- 2.1. AOAC Official Method 997.13, Glycoalkaloids ( $\alpha$ -Solanine and  $\alpha$ -Chaconine) in Potato Tubers
- 2.2. SOP-DAR-LAB-002, diagrammes de contrôle

### **3. PORTÉE**

- 3.1. Cette procédure est applicable au dosage de l' $\alpha$ -solanine (10 à 200 mg/kg) et de l' $\alpha$ -chaconine (20 à 250 mg/kg) dans des tubercules de pomme de terre.
- 3.2. Les glycoalcaloïdes sont extraits des tissus des tubercules frais à l'aide d'acide acétique dilué. L'extrait est concentré et lavé sur des cartouches jetables d'extraction en phase solide. La séparation et le dosage de l' $\alpha$ -solanine et de l' $\alpha$ -chaconine sont effectués par chromatographie en phase liquide à phase inversée avec détection UV à 202 nm.
- 3.3. Seuls les analystes formés à cet effet pourront effectuer cette analyse.

### **4. DÉFINITIONS**

- 4.1. LD : limite de détection
- 4.2. LQ : limite de dosage
- 4.3. MeCN : acétonitrile
- 4.4. EPS : Extraction en phase solide

### **5. ÉQUIPEMENT ET MATÉRIEL NÉCESSAIRES**

- 5.1. Équipement
  - 5.1.1. Robot culinaire Robot Coupe ou équivalent
  - 5.1.2. pH-mètre

- 5.1.3. Godets à échantillons
- 5.1.4. Tubes en polypropylène de 50 mL
- 5.1.5. Balance d'une précision de  $\forall 0,01$  gramme
- 5.1.6. Agitateur oscillant
- 5.1.7. Centrifugeuse capable d'engendrer 4000 g.
- 5.1.8. Entonnoirs
- 5.1.9. Laine de verre
- 5.1.10. Flacons et bouchons pour auto-échantillonneur
- 5.1.11. Cartouches Sep Pak Plus EPS
- 5.1.12. Collecteur à vide
- 5.1.13. Réservoir de 6 mL pour EPS
- 5.1.14. Tubes jetables de 15 mL
- 5.1.15. Tubes à centrifuger gradués de 15 mL et bouchons
- 5.1.16. Mélangeur à vortex
- 5.1.17. Disque filtrant en nylon pour seringue, de  $0,2\ \mu\text{m}$ , ou équivalent
- 5.1.18. Système de chromatographie liquide à ultra-haute performance (CLUHP)
  - 5.1.18.1. Système de pompage pour chromatographie en phase liquide capable de générer des débits allant jusqu'à  $3,0\ \text{mL/min}$  et des pressions d'au moins  $15\ 000\ \text{lb/po}^2$ .
  - 5.1.18.2. Système d'auto-échantillonnage capable de communiquer avec la pompe et le système d'acquisition des données et de fournir des volumes d'injection allant jusqu'à  $20\ \mu\text{L}$ .
  - 5.1.18.3. Four pour colonne capable de maintenir une température de colonne de  $60^\circ\text{C}$

5.1.18.4. Colonne de chromatographie liquide : Waters BEH C18 ou équivalent

5.1.18.5. Détecteur UV capable de fournir la sensibilité requise à 202 nm.

## 5.2. Réactifs

5.2.1. Acétonitrile (MeCN) - qualité CL (chromatographie en phase liquide)

5.2.2. Eau désionisée, 18,0 MΩ-cm ou équivalent

5.2.3. Acide acétique glacial

5.2.4. Bisulfite de sodium (NaHSO<sub>3</sub>)

5.2.5. Hydrogénophosphate de dipotassium anhydre (K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>)

5.2.6. Dihydrogénophosphate de potassium (KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>)

5.2.7. Solution d'extraction : eau désionisée - acide acétique glacial - NaHSO<sub>3</sub> (100 + 5 + 0,5, volume/volume/poids). Mélanger 1,0 L d'eau désionisée avec 50 mL d'acide acétique glacial puis ajouter 5,0 g de NaHSO<sub>3</sub> tout en mélangeant.

5.2.8. Solution de rinçage pour l'EPS : MeCN 15 % - mesurer 150 mL de MeCN, compléter à 1,0 L avec de l'eau désionisée et mélanger.

5.2.9. K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> 0,1 M : peser précisément 17,4 g de K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> anhydre et les transférer dans une fiole jaugée de 1,0 L; dissoudre, compléter avec de l'eau désionisée et mélanger.

5.2.10. KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> 0,1 M : peser précisément 13,6 g de KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> et les transférer dans une fiole jaugée de 1,0 L; dissoudre, compléter avec de l'eau désionisée et mélanger.

5.2.11. Tampon de phosphate de potassium 0,1 M : transférer ~100 mL de solution de K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> 0,1 M dans un bécher équipé pour une agitation magnétique et d'une électrode de pH. Ajuster le pH à 7,6 ± 0,01 avec la solution de KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> 0,1 M (approx. 19 mL) tout en mélangeant.

5.2.12. Phases mobiles pour la CPL : MeCN 60 % avec tampon phosphate de potassium 0,1 M. Mélanger 100 mL de solution de tampon phosphate avec 600 mL de MeCN, compléter à 1,0 L avec de l'eau désionisée et mélanger.

5.2.13. Solution de rinçage pour la CL : MeCN 60 % - mesurer 600 mL de MeCN, compléter à 1,0 L avec de l'eau désionisée et mélanger.

5.2.14.  $\alpha$ -solanine :  $\alpha$ -solanine en poudre, provenant de germes de pommes de terre, de Sigma Aldrich ou équivalent

5.2.15.  $\alpha$ -chaconine :  $\alpha$ -chaconine en poudre d'ABCR ou équivalent

## 6. CONSIGNES DE SÉCURITÉ

- 6.1. Suivre les pratiques de laboratoire normales pour maintenir un environnement de travail salubre et sécuritaire.
- 6.2. L' $\alpha$ -solanine et l' $\alpha$ -chaconine sont des substances toxiques. Porter un masque antipoussières ou travailler sous une hotte spéciale pour la pesée des poudres lors de la manipulation des produits pulvérulents.
- 6.3. Consulter les fiches signalétiques pour tous les produits chimiques cités dans ce MEN.

## 7. POLITIQUE

- 7.1. Les concentrations réelles des solutions mères de l'étalon devront être calculées à partir du poids de l'étalon primaire, en appliquant les corrections nécessaires pour tenir compte de la pureté de celui-ci. Les concentrations des solutions données pour les solutions réalisées ultérieurement doivent être considérées comme des valeurs nominales et les concentrations réelles devront être calculées à partir de la concentration corrigée des solutions standards.
- 7.2. Le transfert quantitatif constituera une option acceptable pour le transfert d'une quantité connue de poudre fine.
- 7.3. Les volumes et les poids mentionnés dans les instructions sont mentionnés à titre indicatif. D'autres valeurs pourront être utilisées pour créer des solutions de même concentration.

## 8. INSTRUCTIONS

- 8.1. Préparation des solutions étalons
  - 8.1.1. Solution mère de l'étalon :

- 8.1.1.1. Solution mère d' $\alpha$ -solanine (200  $\mu\text{g/mL}$ ) : Peser précisément, à 0,05 mg près, 5 mg d' $\alpha$ -solanine en poudre, compléter au volume final de 25 mL dans une fiole jaugée avec  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  0,1M puis mélanger.
- 8.1.1.2. Solution mère d' $\alpha$ -chaconine (200  $\mu\text{g/mL}$ ) : Peser précisément dans une fiole jaugée de 25 mL, à 0,05 mg près, 5 mg d' $\alpha$ -chaconine en poudre, compléter avec du  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  0,1M puis mélanger.
- 8.1.2. Solution enrichie (200  $\mu\text{g/mL}$  d' $\alpha$ -solanine et 200  $\mu\text{g/mL}$  d' $\alpha$ -chaconine) : Peser précisément dans une fiole jaugée de 25 mL, à 0,05 mg près, 5 mg d' $\alpha$ -chaconine et d' $\alpha$ -solanine en poudre, compléter avec du  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  0,1M puis mélanger.
- 8.1.3. Courbe d'étalonnage (tableau 1) :
- 8.1.3.1. Préparer des mélanges de travail ayant des concentrations de 5, 10, 25, 50 et 100  $\mu\text{g/mL}$  d' $\alpha$ -solanine et d' $\alpha$ -chaconine conformément au tableau 1, dans des fioles jaugées de 2,0 mL. Ajouter les volumes spécifiés d' $\alpha$ -solanine et d' $\alpha$ -chaconine, puis le volume spécifié de MeCN sans mélanger, puis compléter comme indiqué dans le tableau 1. Mélanger les solutions.

Tableau 1 : Volumes de solutions étalons et de réactifs requis pour préparer les solutions servant à la construction de la courbe d'étalonnage

Concentration $\mu\text{g/mL}$	Volume à ajouter ( $\mu\text{L}$ )		Volume de MeCN ( $\mu\text{L}$ )	Volume de phase mobile pour la CL
	$\alpha$ -solanine	$\alpha$ -chaconine		
5	50	50	150	Compléter à 2,0 mL
10	100	100	300	Compléter à 2,0 mL
25	250	250	750	Compléter à 2,0 mL
50	500	500	Compléter à 2,0 mL	---
100	1000	1000	---	---

## 8.2. Préparation des échantillons d'essai

- 8.2.1. Laver à la main et à l'eau les pommes de terre, les couper en petits morceaux puis passer l'équivalent de 10 à 20 tubercules de pomme de terre au robot culinaire jusqu'à l'obtention d'un mélange homogène. Transférer l'homogénat dans deux contenants de plastique munis d'un couvercle, et les entreposer à une température inférieure ou égale à  $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ .



### 8.3. Extraction

- 8.3.1. Décongeler complètement les échantillons et les mélanger complètement.
- 8.3.2. Peser immédiatement et précisément 5 g dans un tube de 50 mL en polypropylène.
- 8.3.3. Ajouter immédiatement 20 mL de solution d'extraction.
- 8.3.4. À ce stade, enrichir les échantillons spécifiés avec 1000 µL de la solution d'enrichissement.
- 8.3.5. Mélanger sur un agitateur oscillant pendant 10 min.
- 8.3.6. Centrifuger les tubes pendant 30 min à 4000 g.
- 8.3.7. Filtrer le surnageant dans un récipient adéquat à l'aide d'un tampon de laine de verre (l'extrait d'échantillon reste stable pendant une durée maximale d'une semaine à 4°C).

### 8.4. Lavage de l'extrait par EPS

- 8.4.1. Installer la colonne d'EPS sur le manifold à vide et la conditionner avec 5,0 mL de MeCN puis 5,0 mL de solution d'extraction. Jeter l'éluat.
- 8.4.2. Transférer 10,0 mL de l'extrait d'échantillon dans un tube en verre de 15 mL.
- 8.4.3. Charger l'extrait d'échantillon sur les colonnes d'EPS et éluer. Jeter l'éluat.
- 8.4.4. Ajouter 4,0 mL de solution d'EPS au tube de 15 mL puis monter le tube sur la colonne d'EPS et éluer. Jeter l'éluat.
- 8.4.5. Ajouter 4,0 mL de phase mobile CPL au tube de 15 mL et le monter sur la colonne d'EPS, recueillir l'éluat dans un tube en verre gradué de 15 mL (vitesse d'élution : 1 à 2 gouttes/s).
- 8.4.6. Compléter à 5,0 mL avec la phase mobile pour CL, boucher puis passer au mélangeur à vortex (l'éluat est stable pendant 1 semaine à 4°C).
- 8.4.7. Filtrer l'extrait sur un disque filtrant en nylon de 13 mm pour seringue (0,2 µm) et dans un flacon d'échantillonneur automatique. Boucher le flacon.

## 8.5. Conditions pour la CLUHP

8.5.1. Utiliser le système de CLUHP conformément aux instructions du fabricant.

8.5.2. Préparation et conditions initiales :

8.5.2.1. Démarrer le système et faire circuler la phase mobile conformément aux conditions décrites ci-dessous pendant 20 minutes avant chaque série de mesures.

Colonne : Waters<sup>7</sup> UPLC BEH C18 1,7  $\mu$ m, 2,1 x 50 mm

Température de la colonne : 60 °C

Phase mobile : MeCN 60 % avec tampon de phosphate de potassium 0,1 M (5.2.12).

Phases mobiles de rinçage : MeCN 60 % (5.2.13)

Débit : 0,6 mL/min

Volume injecté : 2  $\mu$ L

Détecteur DRP,  $\lambda$  = 202 nm

8.5.3. Paramètres de débit :

8.5.3.1. Utiliser un débit isocratique pour la phase mobile préparée en 8.5.2.1.

8.5.3.2. Purger la colonne à l'aide de la phase mobile de rinçage (8.5.2.1) pendant au moins 2 heures, sous un débit faible (# 0,1 mL/min), après chaque série d'analyses.

8.5.4. Détails spécifiques aux analyses :

8.5.4.1. Injecter un aliquote (2  $\mu$ L) des étalons, des échantillons, des échantillons enrichis et des produits de référence dans l'instrument. Identifier les pics produits par les échantillons en comparant leurs temps de rétention avec ceux des étalons. Comparer les réponses aux facteurs obtenus à partir de la courbe d'étalonnage appropriée.

8.5.4.2. Pour chaque toxine, diluer les échantillons qui produisent des pics plus intenses que ceux produits par les solutions d'étalonnage les plus concentrées jusqu'à ce que la réponse observée entre dans la plage d'étalonnage. Tenir compte de cette dilution lors du calcul de la concentration.

## 8.6. Calculs

- 8.6.1. Préparer une courbe d'étalonnage en portant la réponse de l'instrument en fonction de la concentration des étalons ( $\mu\text{g/mL}$ ). Utiliser l'équation de régression linéaire  $Y = mX + b$ , où Y est la réponse de l'appareil, X la concentration du standard ( $\Phi\text{g/mL}$ ), m la pente de la courbe d'étalonnage et b est l'ordonnée à l'origine.
- 8.6.2. Utiliser l'équation ci-dessous pour déterminer la concentration de l'échantillon à partir de la courbe d'étalonnage. Appliquer les corrections nécessaires pour tenir compte des dilutions effectuées, du poids d'échantillon traité et du taux de récupération observé pour les échantillons enrichis.
- 8.6.3.

$$mg / 100 g = \left( \frac{\left( \frac{RSm}{LinEst} \right) \times \left( \frac{Wt + 20}{Wt} \right) \times \left( \frac{5}{10} \right)}{10} \right) \div \text{Taux de récupération (\%)}$$

Dans laquelle :

- Rsm = réponse de l'échantillon (pic)
- LinEst = pente estimée de la courbe d'étalonnage
- Wt = poids de l'échantillon
- Taux de récupération (%) = pourcentage récupéré lors de l'analyse d'un échantillon enrichi

## 9. Considérations concernant l'assurance et le contrôle de la qualité (QA/QC)

- 9.1. Les conditions suggérées pour la CL ne sont données qu'à titre indicatif et les conditions opératoires requises peuvent différer d'un instrument à l'autre.
- 9.2. La linéarité de la courbe d'étalonnage ( $r^2$ ) doit être supérieure à 0,950.
- 9.3. La LD pour cette méthode est de 0,2 mg/100 g et la LQ est de 0,6 mg/100 g.
- 9.4. La reproductibilité de la méthode (r) est déterminée en entrant les résultats obtenus pour des échantillons tests ou des MRC dans la feuille de contrôle de la qualité (fichier MS Excel) conçue pour cette analyse. Évaluer la conformité de chaque analyse aux politiques et procédures exposées dans les feuilles de contrôle SOP-DAR-LAB-002 afin de déterminer la qualité des résultats.

9.5. Les taux de récupération attendus sont exposés dans le tableau 2.

9.6. Analyser les tissus soumis à un nombre minimal de cycles de congélation/décongélation en utilisant si possible le second récipient d'homogénéat de tissus pour effectuer une éventuelle analyse de confirmation. Les cycles de congélation/décongélation peuvent augmenter la concentration des amidons et nuisent à l'analyse chromatographique.

Tableau 2 : Résultats d'analyses comparatives d'échantillons répétés provenant d'une purée de pommes de terre enrichie

Enrichissement (mg/100 g)	Taux de récupération (%) $\pm$ E.-T.R.	
	Solanine	Chaconine
10	90 $\pm$ 11	97 $\pm$ 10
20	82 $\pm$ 12	88 $\pm$ 11
40	85 $\pm$ 12	90 $\pm$ 11

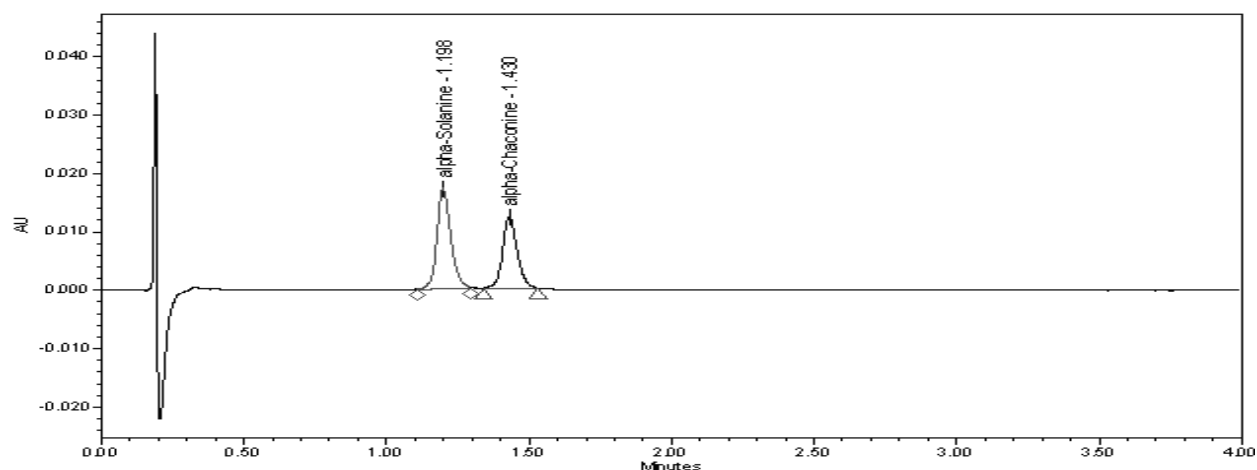


Figure 1 : Chromatogramme de 10 µg/mL de standard montrant le temps de rétention attendu et la forme du pic dans les conditions décrites dans la section 8.4

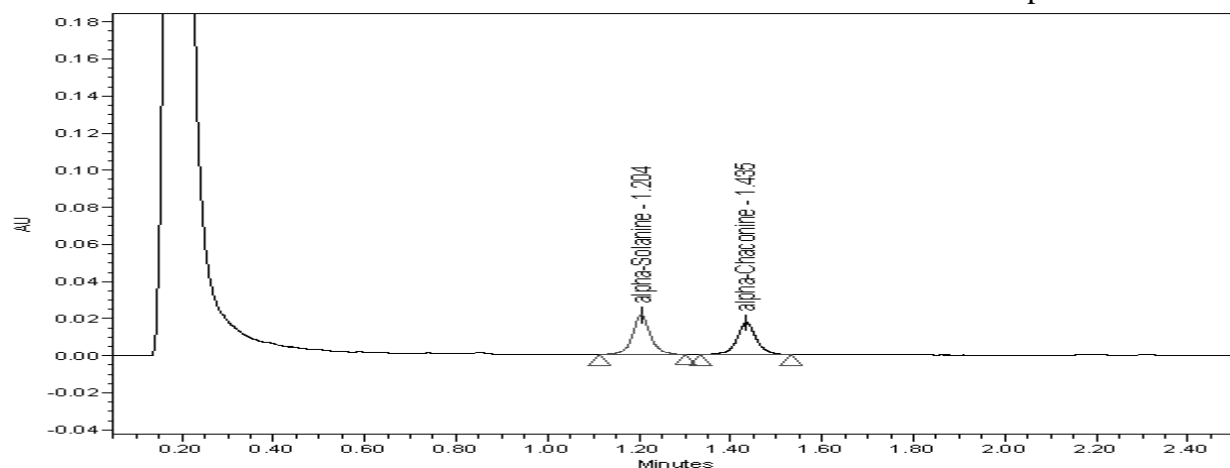


Figure 2 : Exemple d'un échantillon présentant une forte concentration naturelle (15,2 mg/100 g d' $\alpha$ -solanine et 17,9 mg/100 g d' $\alpha$ -chaconine; Total = 33 mg/100 g)

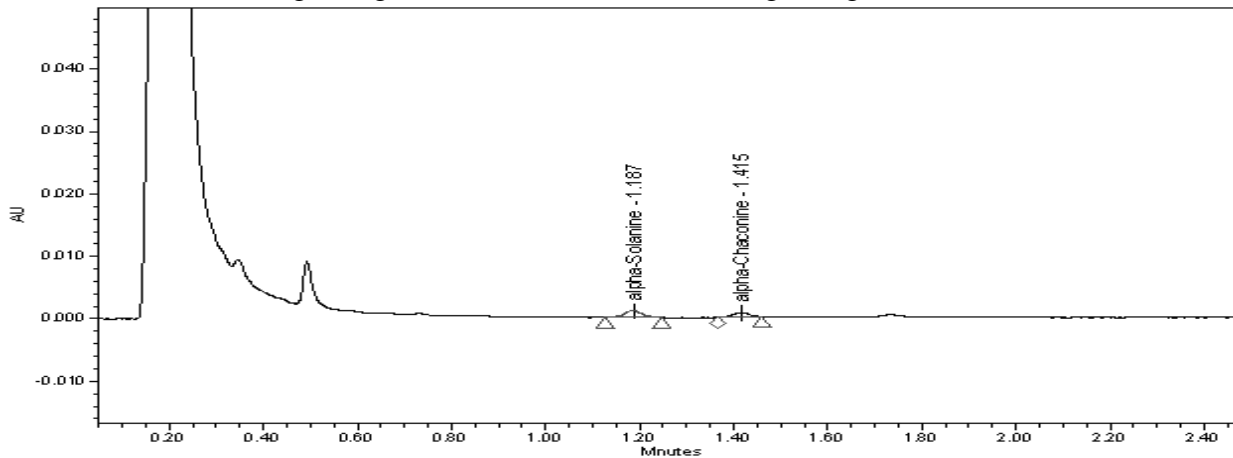


Figure 3 : Exemple d'un échantillon présentant une faible concentration (0,7 mg/100 g d' $\alpha$ -solanine et 0,5 mg/100 g d' $\alpha$ -chaconine; Total = 1,2 mg/100 g)

## Manuel des méthodes du Laboratoire de Burnaby

Nom de la méthode : BFCL-047

Approuvée le : \_\_\_\_\_

Signature du directeur scientifique et date

Contrôle du document : \_\_\_\_\_

Contrôle unitaire n°

Référence : Multiresidue mycotoxin analysis in wheat, barley, oats, rye and maize grain by high-performance liquid chromatography - tandem mass spectrometry, Martos et al., World Mycotoxin Journal, August 2010; 3 (3): 205-223

### ***Dosage multi-mycotoxines dans les grains de céréale par CLHP-SM/SM***

#### **Portée et application**

Il s'agit d'une méthode de dosage rapide des mycotoxines conçue pour les études à grande échelle qui n'est pas appropriée pour des fins de réglementation. Elle est applicable au Laboratoire de chimie de Burnaby au dosage simultané de 24 mycotoxines dans la farine de blé, la farine de maïs, la farine d'avoine, le son de blé et le son de maïs. Les mycotoxines dosées sont les suivantes : les aflatoxines B<sub>1</sub> (AFB<sub>1</sub>), B<sub>2</sub> (AFB<sub>2</sub>), G<sub>1</sub> (AFG<sub>1</sub>) et G<sub>2</sub> (AFG<sub>2</sub>), la stérigmatocystine (STE), l'acide cyclopiazonique (CPA), l'ochratoxine A (OTA), le désoxynivalénol (DON), le nivalénol (NIV), la fusarénone-X (FUS-X), le 3-acétyldésoxynivalénol (3-AcDON), le 15-acétyldésoxynivalénol (15-AcDON), le néosolaniol (NEO), le diacétoxyscirpénol (DAS), la toxine HT-2 (HT-2), la toxine T-2 (T-2), les fumonisines B<sub>1</sub> (FB<sub>1</sub>), B<sub>2</sub> (FB<sub>2</sub>) et B<sub>3</sub> (FB<sub>3</sub>), la zéaralénone (ZEA), l' $\alpha$ -zéaralénol ( $\alpha$ -ZOL), le  $\beta$ -zéaralénol ( $\beta$ -ZOL), l'ergocristine, l'ergocryptine et l'ergosine.

#### **Principe**

On procède à l'extraction d'un poids connu d'échantillon solide à l'aide d'une solution aqueuse d'acétonitrile dans un Stomacher. L'extrait est ensuite centrifugé et le surnageant est dilué dans l'eau puis filtré sur une membrane de PTFE de 0,2  $\mu$ m. La solution filtrée est analysée par chromatographie liquide à haute performance et spectrométrie de masse en tandem (CLHP-SM/SM).

#### **Sécurité**

Les mycotoxines sont des métabolites fongiques secondaires qui peuvent causer des maladies chez les animaux et les humains. La présente méthode permet de doser au total 24 mycotoxines différentes. Chacune de ces mycotoxines présente des risques pour la santé humaine. Par exemple, l'OTA provoque des lésions rénales et hépatiques et est probablement cancérigène. Le DON provoque des dommages au tractus gastro-intestinal, au système lymphatique, au système sanguin et au système immunitaire. Il est donc nécessaire de porter en tout temps un équipement de protection individuelle comprenant un sarrau de laboratoire, des gants et des lunettes de protection. La préparation des étalons et des échantillons doit s'effectuer sous une hotte aspirante.

L'analyste doit lire les documents suivants avant de suivre la formation portant sur l'application de la présente méthode :

- Job Hazard Analysis (JHA) Mycotoxins Analysis (n° 2526451 dans le SGDDI)
- JHA Sample Preparation (n° 2526481 dans le SGDDI)
- Safe Work Practice (SWP) 1 Handling and Working with Chemicals (n° 1428175 dans le SGDDI)
- SWP 2 Using Concentrated Acids (n° 1428179 dans le SGDDI)
- SWP 3 Using Solvents (n° 428180 dans le SGDDI)
- Fiches signalétiques des 24 mycotoxines visées par la méthode

## **Description de la méthode**

### **1.0 Matériel et équipement**

- 1.1 Mélangeur de laboratoire Stomacher, Seward Stomacher 80 ou l'équivalent
- 1.2 Spectrophotomètre UV-VIS Agilent 8453 ou l'équivalent
- 1.3 Broyeurs
- 1.4 Centrifugeuse Eppendorf 5430R ou l'équivalent
- 1.5 Disques filtrants pour seringue Acrodisc CR à membrane de PTFE de 0,2 µm ou l'équivalent
- 1.6 Fournitures de laboratoire diverses

### **2.0 Réactifs**

- 2.1 Méthanol (MeOH) et acétonitrile (ACN) : qualité CLHP ou supérieure.
- 2.2 Solution d'extraction : acétonitrile/eau (80/20)
- 2.3 La solution mère de l'étalon d'OTA est préparée dans un mélange toluène/ acide acétique (99/1). Les solutions mères des étalons pour toutes les autres mycotoxines sont préparées dans du méthanol ou de l'acétonitrile.
- 2.4 Diluants : Méthanol/eau (20/80), eau Milli-Q
- 2.5 Solution d'acide ascorbique à 1 mg/mL  
  
Exemple de préparation : dissoudre 10 mg d'acide ascorbique dans 10 mL d'eau Milli-Q pour obtenir une solution à 1 mg/mL.
- 2.6 Hydroxyde d'ammonium (solution ammoniacale)

### **3.0 Étalons**

Un étalon de mycotoxine sous forme de poudre ou de film sec est dissout dans un solvant approprié et sa concentration est déterminée par spectroscopie UV-VIS si sa longueur d'onde d'absorbance maximale ( $\lambda_{\text{max}}$ ) et son coefficient d'extinction molaire ( $\epsilon$ ) sont disponibles. Des exemples de modes opératoires sont donnés respectivement dans les sections 3.1, 3.2 et 3.3 ci-dessous pour le dosage du DON, de l'OTA et du DAS.

Consulter l'annexe B pour la longueur d'onde d'absorbance maximale ( $\lambda_{\text{max}}$ ) et le coefficient d'extinction molaire ( $\epsilon$ ) de certaines des mycotoxines.

Pour les mycotoxines obtenues sous la forme de solutions auprès de fournisseurs, utiliser les concentrations mentionnées sur le certificat d'analyse joint.

Une fois la concentration de chaque mycotoxine déterminée, deux mélanges maîtres sont préparés. Ce sont le Mélange Maître 1, qui contient toutes les mycotoxines à l'exception des alcaloïdes de l'ergot et le Mélange Maître 2, préparé à partir de ces derniers. Ces deux mélanges sont utilisés pour procéder à des ajouts connus dans les échantillons servant au contrôle de la qualité ainsi que pour la préparation des étalons pour la construction de la courbe d'étalonnage. Des exemples de préparations de mélanges sont exposés dans les sections 3.3.1 et 3.3.2.

### 3.1 Étalons de DON

#### 3.1.1 Solution mère de DON (approximativement 500 µg/mL dans l'ACN) :

Dissoudre le contenu d'un flacon de DON de 5 mg (produit Sigma n° D0156-5, ou l'équivalent) dans de l'acétonitrile et transférer la solution dans une fiole jaugée de 10 mL. Compléter avec de l'acétonitrile. Déterminer la concentration exacte par absorbance UV comme suit.

Préparer une solution de DON visant à déterminer la concentration de la solution mère de DON par absorbance UV. Transférer 100 µL de la solution mère de DON dans une fiole jaugée de 2 mL. Compléter avec de l'acétonitrile. Mesurer l'absorbance UV de cette solution par rapport à un blanc d'acétonitrile. Calculer la concentration de DON dans la solution mère à partir de l'absorbance UV à une longueur d'onde proche de 218 nm à l'aide de l'équation suivante :

$$C_{\text{sol. mère}} \mu\text{g/mL} = A \times \text{PM} \times 1000 / 6400 / b \times (2 / 0,1) = A \times 925,9$$

Dans laquelle :  
 $A$  = absorbance UV maximale de la solution de dosage DON  
 $\text{PM} = 296,3 \text{ g/mol}$   
 $b$  = longueur du trajet optique de la cuve (cm)

#### 3.1.2 Étalon intermédiaire de DON (100 µg/mL de DON dans l'ACN)

Préparer 10 mL d'une solution à 100 µg/mL de DON dans l'ACN. Pour cela, calculer le volume exact de solution mère à prélever.

Volume de solution mère en mL à diluer =  $(100 \mu\text{g/mL} \times 10 \text{ mL}) / C_{\text{sol. mère}} \mu\text{g/mL}$

Pipeter le volume requis de solution mère, le transférer dans une fiole jaugée de



10 mL puis compléter avec de l'ACN.

### 3.2 Étalon d'OTA

#### 3.2.1 Solution étalon d'OTA (env. 40 µg/mL dans du toluène additionné d'1 % d'acide acétique)

Dissoudre le contenu d'un flacon d'OTA de 1 mg (produit Sigma n° O-1877) dans du toluène additionné d'1 % d'acide acétique et transférer le tout dans une fiole jaugée de 25 mL. Compléter avec la solution. Déterminer la concentration exacte par absorbance UV maximale à une longueur d'onde proche de 333 nm à l'aide de l'équation suivante :

$$C_{\text{sol. mère}} \mu\text{g/mL} = A \times \text{PM} \times 1000 / 5440 / b = A_{\text{max}} \times 74,23$$

Dans laquelle :  
 A = absorbance UV maximale de la solution standard d'OTA  
 PM = 403,8 g/mol  
 b = longueur du trajet optique de la cuve (cm)

### 3.3 Étalons de diacétoxyscirpénol

#### 3.1.1 Solution étalon de DAS (approximativement 100 µg/mL dans MeOH) :

Dissoudre assez de film sec (produit Micotox n° MDAS-1) dans du méthanol pour obtenir une concentration finale d'environ 100 µg/mL de DAS. Transférer la solution standard ainsi obtenue dans un flacon ambré. Mesurer l'absorbance UV par rapport à un blanc de méthanol puis calculer la concentration de DAS dans cette solution à partir de l'absorbance UV maximale à une longueur d'onde proche de 202 nm à l'aide de l'équation suivante :

$$C_{\text{sol. mère}} \mu\text{g/mL} = A \times \text{PM} \times 1000 / 2487 / b = A_{\text{max}} \times 147,33$$

Dans laquelle :  
 A = absorbance UV maximale de la solution de dosage du DAS  
 PM = 366,4 g/mol  
 b = longueur du trajet optique de la cuve (cm)

### 3.3 Mélanges maîtres

Dans les sections 3.3.1 et 3.3.2 est exposé un exemple de procédure pour la préparation de deux mélanges maîtres destinés à l'enrichissement d'échantillons et à la préparation d'étalons. Le volume exact de chaque solution étalon de mycotoxine nécessaire pour obtenir la concentration finale voulue dans le mélange maître est déterminé comme suit :

$$V_i = (C_f \times V_f) / C_i$$

$V_i$  est le volume de solution étalon de mycotoxine à ajouter au mélange maître de mycotoxine

$V_f$  est le volume final de mélange maître de mycotoxine

$C_i$  est la concentration en mycotoxine de la solution étalon

$C_f$  est la concentration finale de mycotoxine dans le mélange maître de mycotoxine

### 3.3.1 Mélange Maître 1.

Nom de l'étalon	Numéro du lot	Concentration $\mu\text{g/mL}$	Volume utilisé ( $\mu\text{L}$ )	Volume total ( $\mu\text{L}$ )	Conc. finale ( $\mu\text{g/mL}$ )
<sup>a</sup> Ochratoxine A	125K4063	55	29,1	4000	0,4
Aflatoxine B1	039K4047	13,75	116,4		0,4
Aflatoxine B2	079K4041	11,74	136,3		0,4
Aflatoxine G1	069K4012	15,61	102,5		0,4
Aflatoxine G2	050M4071	10,78	148,4		0,4
Stérigmatocystine	L10333B	50	32,0		0,4
Acide cyclopiazonique	FT-CPA017	10,7	150,2		0,4
Toxine T-2	FT-T006	80,8	198,0		4
Toxine HT-2	FT-T006	98,1	163,1		4

Nom de l'étalon	Numéro du lot	Conc. $\mu\text{g/mL}$	Volume utilisé ( $\mu\text{L}$ )	Volume total ( $\mu\text{L}$ )	Conc. finale ( $\mu\text{g/mL}$ )
Diacétoxyscirpénol	FT-DAS003	110,2	145,2		4
Néosolaniol	FT-NS001	145,7	109,8		4
Désoxynivalénol	097K4010	100	160,0		4
<sup>b</sup> 3-Acétaldéoxynivalénol	L10301D	100,5	79,6		2
<sup>b</sup> 15-Acétaldéoxynivalénol	7073X	107,4	74,5		2
Fusarénone X	L10301B	100,1	159,8		4
Zéaralénone	FT-Z008	98,4	162,6		4
$\alpha$ -ZOL	031M4101V	100	160,0		4
$\beta$ -ZOL	098K4129	100	160,0		4
Nivalénol	L10301G	100,6	159,0		4
Fumonisine B1	L10052A	50,8	315,0		4
Fumonisine B2	L10052B	50	320,0		4
Fumonisine B3	L10301H	50,4	317,5		4
Vol.de méthanol ( $\mu\text{L}$ )	68037	N.D.	601,0		N.D.

<sup>a</sup> Transférer le volume exact d'ochratoxine A (dans un toluène avec 1 % d'acide acétique) dans un flacon ambré de 4 mL puis évaporer le solvant sous azote à une température < 37 °C. Ajouter suffisamment de méthanol pour remplacer le volume qui vient d'être évaporé. Continuer à ajouter les autres étaalons au mélange puis le méthanol pour compléter à 4 mL.

<sup>b</sup> Le 3-acétaldéoxynivalénol et le 15-acétaldéoxynivalénol sont dosés ensemble (somme). Pour obtenir une concentration totale de 4  $\mu\text{g/mL}$  dans le mélange maître, il faut donc avoir 2  $\mu\text{g/mL}$  de chaque AcDON.

### 3.3.2 Mélange Maître 2 (alcaloïdes de l'ergot)

<i>Nom de l'étalon</i>	<i>Numéro du lot</i>	<i>Concentration <math>\mu\text{g/mL}</math></i>	<i>Volume utilisé (<math>\mu\text{L}</math>)</i>	<i>Volume total (<math>\mu\text{L}</math>)</i>	<i>Concentration finale (<math>\mu\text{g/mL}</math>)</i>
Ergocristine	L10273E	100,4	159,4	4000	4
Ergocryptine	L10273C	101,8	157,2		4
Ergosine	L10273F	100,6	159,0		4
Acétonitrile	50343	N.D.	3524,4		N.D.

### 3.4 Procédure suggérée pour la préparation des étalons

Dans le tableau A, le Mélange Maître 1 et le Mélange Maître 2 sont combinés pour former une solution étalon unique de plusieurs mycotoxines. Dans le tableau B, ce mélange est successivement dilué pour construire une courbe d'étalonnage comportant sept points.

**Tableau A. Solution étalon de plusieurs mycotoxines pour la construction de la courbe d'étalonnage.**

<i>Composants du mélange étalon</i>	<i>Conc. finale (ng/mL)</i>	<i>Volume Mélange Maître 1 (<math>\mu\text{L}</math>)</i>	<i>Volume Mélange Maître 2 (<math>\mu\text{L}</math>)</i>	<i>Volume MeOH (<math>\mu\text{L}</math>)</i>	<i>Vol. total (<math>\mu\text{L}</math>)</i>
[ <sup>†</sup> TCT + FB + alcaloïdes de l'ergot] / [Afla + STE + OTA + CPA]	200 / 20	50	50	900	1000

<sup>†</sup>TCT désigne les trichothécènes, notamment le DON, le NIV, la FUS-X, les ADON, le NEO, le DAS, la HT-2 et la T-2.

**Tableau B. Préparation des solutions pour la courbe d'étalonnage du dosage des mycotoxines.**

<i>Concentration [TCT + FB + alcaloïdes de l'ergot] / [Afla + STE + OTA + CPA] (ng/mL)</i>	<i>Étalon utilisé (ng/mL)</i>	<i>Volume utilisé (<math>\mu\text{L}</math>)</i>	<i>Volume d'eau (<math>\mu\text{L}</math>)</i>	<i>Volume 20 % MeOH (<math>\mu\text{L}</math>)</i>	<i>Volume MeOH (<math>\mu\text{L}</math>)</i>	<i>Volume final (<math>\mu\text{L}</math>)</i>
200 / 20	200 / 20					
40 / 4	200 / 20	200	800	0	0	
20 / 2	40 / 4	100	800	0	100	1000
10 / 1	20 / 2	50	800	0	150	1000
5 / 0,5	10 / 1	125	0	875	0	1000
2,5 / 0,25	5 / 0,5	125	0	875	0	1000
1,25 / 0,125		125	0	875	0	1000
0,625 / 0,0625		125	0	875	0	1000

## Procédure

### 4.0 Préparation des échantillons

- 4.1 Les échantillons sont habituellement fournis par les inspecteurs de l'ACIA, conformément aux spécifications du Programme des enquêtes sur la salubrité des aliments de l'ACIA.
- 4.2 Si nécessaire, les échantillons sont broyés puis homogénéisés. Un sous-échantillon d'environ 500 grammes est prélevé et entreposé avant l'analyse.

### 5.0 Extraction

Procédure recommandée :

#### 5.1 Échantillon de blé, d'avoine et de son d'avoine

- 5.1.1 Peser 2 g d'échantillon dans un sac Stomacher et procéder à l'extraction à l'aide de 8 mL d'une solution d'extraction composée d'un mélange d'acétonitrile et d'eau (80/20).
- 5.1.2 Pour fortifier un échantillon, lui ajouter les volumes appropriés de Mélange Maître 1 et de Mélange Maître 2. Par exemple, l'addition de 100 µL de Mélange Maître 1 et de 100 µL de Mélange Maître 2 à 2 g d'échantillon donne les niveaux d'enrichissement suivants.

20 ng/g :	aflatoxines, stérigmatocystine, OTA et acide cyclopiazonique
200 ng/g :	zéaralenone, $\alpha$ -zéaralénol, $\beta$ -zéaralénol, fumonisines, trichothécènes (DON, NIV, FUS-X, ADON, NEO, DAS, HT-2 et T-2) et alcaloïdes de l'ergot

- 5.1.3 Ajouter 8 µL d'acide ascorbique (1 mg/mL) au mélange échantillon-solution d'extraction pour prévenir la dégradation de l'acide cyclopiazonique (CPA).
- 5.1.4 Procéder à l'extraction de l'échantillon pendant 2 minutes à vitesse normale dans un mélangeur de laboratoire Seward Stomacher 80.
- 5.1.5 Décanter l'extrait dans un tube à centrifuger en polypropylène de 15 mL et centrifuger pendant 10 minutes à 3 000 fcr, à 10°C.
- 5.1.6 Diluer 250 µL du surnageant dans 750 µL d'eau Milli-Q, mélanger au Vortex puis filtrer à l'aide d'un filtre à seringue à membrane de PTFE de 0,2 µm.
- 5.1.7 Analyse par CL-SM/SM.

#### 5.2 Échantillon de son de blé

- 5.2.1 La procédure d'extraction est la même que celle décrite dans la section 5.1 à l'exception de ce qui suit. Utiliser 12 mL d'une solution d'extraction constituée

d'un mélange acétonitrile/eau (80/20) pour traiter l'échantillon de 2 g. Ajouter 12 µL d'acide ascorbique (1 mg/mL) au mélange échantillon-solution d'extraction pour stabiliser l'acide cyclopiazonique (CPA).

### 5.3 Échantillons de maïs

5.3.1 Peser 2 g d'échantillon dans un sac Stomacher et procéder à l'extraction à l'aide de 5 mL d'une solution d'extraction composée d'un mélange d'acétonitrile et d'eau (80/20).

5.3.2 Pour fortifier un échantillon, lui ajouter les volumes appropriés de Mélange Maître 1 et de Mélange Maître 2. Par exemple, l'addition de 100 µL de Mélange Maître 1 et de 100 µL de Mélange Maître 2 à 2 g d'échantillon donne les niveaux d'enrichissement suivants.

20 ng/g : aflatoxines, stérigmatocystine, OTA et acide cyclopiazonique  
200 ng/g : zéaralenone,  $\alpha$ -zéaralénol,  $\beta$ -zéaralénol, fumonisines, trichothécènes (DON, NIV, FUS-X, ADON, NEO, DAS, HT-2 et T-2) et alcaloïdes de l'ergot.

5.3.3 Ajouter 8 µL d'acide ascorbique (1 mg/mL) au mélange échantillon-solution d'extraction.

5.3.4 Procéder à l'extraction de l'échantillon pendant 2 minutes à vitesse normale dans un mélangeur de laboratoire Seward Stomacher 80.

5.3.5 Ajouter 3 mL d'eau Milli-Q au mélange échantillon-solution d'extraction pour obtenir une proportion acétonitrile/eau de 50/50.

5.3.6 Procéder à nouveau à l'extraction de l'échantillon pendant 2 minutes à vitesse normale dans un mélangeur de laboratoire Seward Stomacher 80.

5.3.7 Décanter l'extrait dans un tube à centrifuger en polypropylène de 15 mL et le centrifuger pendant 10 minutes à 3 000 fcr, à 10°C.

5.3.8 Diluer 250 µL du surnageant dans 750 µL d'eau Milli-Q, mélanger au Vortex puis filtrer à l'aide d'un filtre à seringue à membrane de PTFE de 0,2 µm.

5.3.9 Analyser par CC-SM/SM.

### 6.0 Analyse par CL-SM/SM

6.1 Système de CL-SM/SM comprenant :

- Un spectromètre de masse AB 4000 QTRAP, ou l'équivalent
- Un appareil de CLHP Agilent 1200, ou l'équivalent

### 6.2 Mode opératoire recommandé pour la CLHP

## 6.2.1 Conditions recommandées pour la CLHP

<i>Colonne</i>	Mini colonne Alltima HP C18 (particules de 5 µm, 7,5 x 2,1 mm d.i.) ou l'équivalent	
<i>Phases mobiles</i>	A : Eau + 0,1 % d'acide formique B : Méthanol + 0,1 % d'acide formique	
<i>Solution de rinçage</i>	Acétonitrile/méthanol/eau/acide acétique : 40/50/10/1 ou toutes autres compositions appropriées	
<i>Gradient (9 min)</i>	0 à 1,0 min	1 % de B
	1,0 à 4,5 min	gradient linéaire jusqu'à 99 % de B
	4,5 min à 7,5 min	99 % de B
	7,5 min à 7,6 min	retour à 1 % de B
	7,6 min à 9 min	rééquilibre à 1 % de B
	Temps total	9 min
<i>Débit</i>	1000 µL /min	
<i>Volume injecté</i>	5 µL	
<i>Température de la colonne</i>	10 °C	
<i>Température de l'échantillonneur automatique</i>	4 °C	

## 6.2.2 Conditions pour la CLHP pour l'injection d'ammoniacale

Une solution ammoniacale est injectée après chaque injection d'un étalon ou d'un échantillon pour éliminer les résidus d'acide cyclopiazonique et prolonger la durée de vie de la colonne. Les conditions sont les mêmes que celles décrites précédemment à l'exception des modifications suivantes.

<i>Gradient (4,5 min)</i>	Initial	1 % de B
	0 à 0,1 min	gradient linéaire jusqu'à 99 % de
	0,1 à 3,0 min	99 % de B
	3,0 min à 3,1 min	retour à 1 % de B
	3,1 min à 4,5 min	rééquilibre à 1 % de B
	Temps total	4,5 min

## 6.3 Conditions recommandées pour la SM/SM recommandées

Le mode de suivi de plusieurs réactions planifié sMRM (« scheduled multiple reaction monitoring ») avec fenêtre de détection de 42 secondes pour chaque composé est utilisé pour le dosage de chaque mycotoxine. Consulter dans l'annexe C le résumé des conditions SM/SM et les temps de rétention chromatographique pour chacune des 24 mycotoxines.

<i>Source d'ions</i>	Turbospray
<i>Polarité</i>	Balayage en mode positif
<i>Type de balayage</i>	MRM
<i>Résolution MRM Q1</i>	Unité
<i>Résolution Q3</i>	Unité
<i>COUR</i>	20 L/min
<i>SI</i>	5500 V
<i>DAC</i>	12 V
<i>TEM</i>	600 °C
<i>GS1</i>	55 L/min
<i>GS2</i>	45 L/min
<i>PE</i>	10 V
<i>Chauffage de l'interface</i>	« Off »

## 7.0 Performances

<i>Séparation</i>	ligne de base
<i>Reproductibilité</i>	< 20 %
<i>Rendement</i>	50 -150 %
<i>Limite de détection (LD)</i>	Voir annexe A
<i>Limite de dosage (LQ)</i>	Voir annexe A
<i>Seuil de déclaration</i>	Même que LD
<i>Incertitude</i>	Voir annexe D

- 7.1 L'incertitude a été estimée à l'aide des données obtenues lors des enrichissements d'échantillon (n = 2) à 20 ng/g, 200 ng/g et 250 ng/g. Les écarts-types pour la reproductibilité relative interne ont été calculés et multipliés par un facteur de couverture de 2 pour obtenir les incertitudes de mesure élargies. Consulter l'annexe D pour de plus amples détails.

## 8.0 Calculs

- 8.1 Les calculs sont effectués à l'aide du logiciel Analyst.
- 8.2 Entrer la concentration des étalons et les facteurs de dilution des échantillons dans le logiciel Analyst. Les facteurs de dilution sont donnés dans le tableau C.

**Tableau C. Facteurs de dilution utilisés pour le dosage des mycotoxines.**

<i>Produit</i>	<i>Poids de l'échantillon (g)</i>	<i>Volume de la solution d'extraction (mL)</i>	<i>Dilution</i>	<i>Facteur de dilution total</i>
Blé, maïs, avoine, son d'avoine	2	8	1 + 3	16
Son de blé	2	12	1 + 3	24

## 9.0 Confirmation

- 9.1 Si l'identité d'un pic de dosage observé est incertaine : calculer le rapport des surfaces des pics de l'ion de qualification et de l'ion de dosage. Ce rapport devrait être à  $\pm 20\%$  de la moyenne des rapports observés pour les ions des étalons.

## 10.0 Contrôle de la qualité

- 10.1 Taux de récupération des échantillons enrichis - En général, le taux de récupération des mycotoxines devrait se situer entre 50 et 150 % pour cette méthode de dosage rapide. Les fumonisines font exception, avec des taux de récupération  $< 50\%$  dans la farine de blé, la farine de maïs, la farine d'avoine, le son de blé et le son d'avoine.

## 10.2 Détails de la feuille de calcul

<i>Modèle</i>	Template – Multimycotoxin Worksheet v1.0, document n° 3029659 dans le SGDDI
<i>Titre</i>	Multimycotoxin AAMMJJinit, où « init » sont les initiales de l'analyste
<i>Organisation</i>	RAU6A
<i>Type de document</i>	TECH
<i>Numéro de dossier</i>	35 35201
<i>Notes/Numéro de suivi</i>	worksheet-chem
<i>Permission d'accès</i>	Burnaby Lab-All Staff (désélectionner « Edit Profile ») Burnaby Lab QAOs – Accès complet

## 10.3 Mise en œuvre de la méthode

Une courbe d'étalonnage à plusieurs points est utilisée pour doser les échantillons. Un échantillon de contrôle négatif et un échantillon enrichi avec toutes les mycotoxines ( $n=2$ ) sont extraits pour chaque série de mesure pour déterminer le taux de récupération.

## 11.0 Déclaration des résultats pour le DON

- 11.1 Déclarer les concentrations mesurées supérieures au seuil de déclaration, en ppb (ng/g). Déclarer les concentrations inférieures au seuil de déclaration comme étant  $< 0$  dans le SIESAL. Les produits correspondants seront déclarés « non détecté au seuil de déclaration » dans le rapport d'analyses.
- 11.2 Les détails suivants sont basés sur les directives de Santé Canada pour le dosage du DON dans le blé. Consulter <http://www.hc-sc.gc.ca/fn-an/securit/chem-chim/contaminants-guidelines-directives-fra.php> pour de plus amples détails. Consulter également le document provisoire décrivant la politique FDA 4-2 de la Division des aliments importés et manufacturés de l'ACIA « Deoxynivalenol Limits in Foods » (n° 1637722 dans le SGDDI)



## 11.3 Les résultats doivent être interprétés comme suit :

**Tableau D. Seuils de déclaration et évaluations pour le désoxynivalénol.**

<i>Matrice</i>	<i>Limite</i>	<i>≤ seuil d'évaluation</i>	<i>&gt; seuil d'évaluation</i>
Farine de blé dur	0,75 µg/g	Satisfaisant	Enquête de suivi
Farine de blé tendre non nettoyé pour des denrées autres que les produits alimentaires de base	2 µg/g	Satisfaisant	Enquête de suivi
Farine de blé tendre non nettoyé pour la nourriture pour nourrisson	1 µg/g	Satisfaisant	Enquête de suivi
Inconnue	0,75 µg/g	Satisfaisant	Aucune évaluation

11.4 Pour toutes les marchandises inconnues qui dépassent la limite, entrer « Aucune évaluation » dans le champ réservé aux commentaires. Les résultats peuvent encore faire l'objet d'évaluations et d'examen supplémentaires de la part du personnel des Opérations et des Programmes.

11.5 Pour les épreuves d'agrément, déclarer les résultats conformément aux instructions accompagnant les échantillons utilisés pour les épreuves.

**12.0 Déclaration des résultats pour l'OTA**

12.1 Santé Canada prépare présentement des directives concernant les seuils maximaux d'ochratoxine A dans divers produits alimentaires. Les seuils proposés sont donnés dans le tableau E ci-dessous.

**Tableau E. Seuils maximaux proposés pour l'ochratoxine A dans certains aliments.**

<i>Produit</i>	<i>Seuil proposé</i>
Grains céréaliers bruts	5 ng OTA/g
Grains céréaliers consommés directement	3 ng OTA/g
Produits dérivés de céréales (farine)	3 ng OTA/g
Produits dérivés de céréales (son de blé)	7 ng OTA/g
Jus de raisin et produits connexes	2 ng OTA/g
Préparations pour nourrissons	0,5 ng OTA/g

12.2 Déclarer les concentrations supérieures au seuil de déclaration, en ppb (ng/g), avec une précision d'une décimale. Déclarer les concentrations inférieures au seuil de déclaration comme étant < 0 dans le SIESAL. Les produits correspondants seront déclarés « non détectés au seuil de déclaration » dans le rapport d'analyses.

12.3 Pour les épreuves d'agrément, déclarer les résultats conformément aux instructions accompagnant les échantillons utilisés pour les épreuves.

### **13.0 Déclaration des résultats concernant les aflatoxines**

13.1 Déclarer les résultats obtenus pour chaque aflatoxine ainsi que pour l'ensemble d'entre elles – Total aflatoxines – calculé comme étant la somme des concentrations individuelles.

13.2 Les résultats doivent être interprétés comme suit :

- Si la concentration totale des aflatoxines (Aflatoxines total) est inférieure à la limite de détection, mentionner « non détecté ». Entrer « < 0 » dans le champ résultat pour que le SIESAL insère automatiquement la phrase « non détecté au seuil de déclaration » dans le rapport d'analyse.
- Aflatoxines total inférieur ou égal à 15 ppb : Satisfaisant
- Aflatoxines total entre 15 et 23 ppb - Enquête de suivi
- Aflatoxines total supérieur à 23 ppb : Insatisfaisant, en violation des dispositions du Règlement sur les aliments et drogues B.01.046(1)(n) pour les noix et les produits de noix seulement. Toute autre denrée doit faire de l'objet d'une enquête de suivi.

13.3 Pour les épreuves d'agrément, déclarer les résultats conformément aux instructions accompagnant les échantillons utilisés pour les épreuves.

### **14.0 Déclaration des résultats pour les autres mycotoxines**

14.1 Déclarer les concentrations mesurées supérieures à la limite de déclaration, en ppb (ng/g), avec une précision d'une décimale.  
Déclarer les concentrations inférieures au seuil de déclaration comme étant < 0 dans le SIESAL. Les produits correspondants seront déclarés « non détecté au seuil de déclaration » dans le rapport d'analyses.

14.2 Pour les épreuves d'agrément, déclarer les résultats conformément aux instructions accompagnant les échantillons utilisés pour les épreuves.

**Annexe A : Résumé des LD et des LQ**

<i>Produit</i>	<i>Plage d'étalonnage (ng/g)</i>	<i>LD (ng/g)</i>	<i>LQ (ng/g)</i>
AFB1	2-64	3	9
AFB2		3	9
AFG1		3	9
AFG2		4	12
STE		3	9
OTA		3	9
CPA		2	6
T-2		15	45
HT-2	10-640	17	60
DAS		10	30
NEO		10	30
FB1		15	45
FB2		15	45
FB3		15	45
Ergocistine		15	45
Ergosine		15	45
DON	20-640	50	150
ADON		50	150
FUS-X		20	60
ZEA		20	60
$\alpha$ -ZOL		20	60
$\beta$ -ZOL		20	60
NIV	40-640	60	180

## **Annexe B : Longueurs d'onde d'absorbance maximale ( $\lambda_{max}$ ) et coefficients d'extinction molaire ( $\epsilon$ )**

<i>Mycotoxine</i>	<i>Poids moléculaire (g/mol)</i>	<i>Solvant</i>	$\lambda_{max}$	<i>Coefficient d'extinction molaire (<math>\epsilon</math>)</i>
15-Acétildésoxynivalénol	338,35	Acétonitrile	220	6935
Aflatoxine B1	312,3	Acétonitrile	350	20700
Aflatoxine B2	314,3	Acétonitrile	350	22500
Aflatoxine G1	328,3	Acétonitrile	350	17600
Aflatoxine G2	330,3	Acétonitrile	350	18900
Acide cyclopiazonique	336,4	Méthanol	224	39810
Désoxynivalénol	296,3	Acétonitrile	218	6400
Diacétoxyscirpénol	366,4	Méthanol	202	2487
Toxine HT-2	424,5	Méthanol	201	4001
Néosolaniol	382,4	Méthanol	202	2644
Ochratoxine A	403,8	Toluène + 1 % acide acétique	333	5440
Toxine T-2	466,5	Méthanol	202	4022
Zéaralénone	318,4	Méthanol	236	29200

## **Annexe C : Résumé des conditions pour la SM/SM et des temps de rétention chromatographique**

<i>Mycotoxine</i>	<i>TR (min)</i>	<i>Transition<sup>Note 1</sup></i>	<i>Ion précurseur [M + H]<sup>+</sup></i>	<i>Ion produit [M + H]<sup>+</sup></i>	<i>PD (volt)</i>	<i>EC (volt)</i>	<i>PSCC (volt)</i>
AcDON	2,33	1	339,1	231,1	50	19	40
	2,34	2		279,1	81	13	14
AFB <sub>1</sub>	3,02	1	313	128	100	95	5
	3,02	2		285	100	35	17
AFB <sub>2</sub>	2,94	1	315	259	80	45	14
	2,94	2		287	80	35	16
AFG <sub>1</sub>	2,85	1	329	200	90	58	10
	2,85	2		243	90	40	5
AFG <sub>2</sub>	2,77	1	331	245	70	35	7
	2,77	2		313	70	45	16
$\alpha$ -ZOL	3,65	1	321,2	285,01	51	15	18
	3,65	2		267,1	41	19	16
$\beta$ -ZOL	3,47	1	321,2	285	51	15	18
	3,47	2		267	41	19	16
CPA	3,85	1	337,2	196	96	33	10
	3,85	2		182,1	96	27	8
DAS	2,9	1	384,2 <sup>Note 2</sup>	307	51	17	16
	2,9	2		247,1	51	21	14
DON	0,66	1	297	249,2	36	14	14
	0,66	2		203,1	38	22	10
Ergocristine	3,17	1	610,3	223,1	81	57	14

	3,17	2		268,1	81	35	12
Ergocryptine	3,11	1	576,3	223,1	76	55	10
	3,11	2		268,1	76	37	14
Ergosine	2,95	1	548,3	208,1	61	57	14
	2,95	2		223,1	61	47	12
FB <sub>1</sub>	3,56	1	722,4	352,4	91	55	9.6
	3,56	2		334,4	91	55	9.6
FB <sub>2</sub>	3,84	1	706,5	336,4	96	53	20
	3,84	2		318,4	96	49	22
FB <sub>3</sub>	3,74	1	706,51	336,41	96	53	20
	3,74	2		318,41	96	49	22
FUS-X	2,00	1	355,1	247,3	76	13	12
	2,00	2		228,9	76	21	14
HT-2	3,23	1	442,2 <sup>Note 2</sup>	263,2	46	19	14
	3,23	2		215,1	46	19	14
NEO	2,22	1	400,2 <sup>Note 2</sup>	305,2	51	17	16
	2,22	2		245,1	51	17	12
NIV	0,28	1	313,1	175,1	76	23	8
	0,28	2		137,1	76	19	8
OTA	3,72	1	404,1	238,9	66	33	16
	3,72	2		221,1	66	51	10
STE	3,67	1	325,1	281	91	51	14
	3,67	2		252,9	91	61	12
T-2	3,44	1	484,3	305,2	36	19	6
	3,44	2		244,9	36	19	12
ZEA	3,65	1	319,2	283,1	71	19	14
	3,65	2		187	71	29	10

Note 1 Transition 1 est l'ion quantificateur, transition 2 l'ion qualificateur.

Note 2  $[M + NH_4]^+$

**Annexe D : Estimation de l'incertitude des mesures basée sur les données sur la reproductibilité**

<i>Mycotoxine</i>	<i>Concentration (ng/g)</i>	<i>Incertitude élargie (<math>\pm</math>)</i>
AFB <sub>1</sub>	20	2,1
AFB <sub>2</sub>	20	2,1
AFG <sub>1</sub>	20	3,2
AFG <sub>2</sub>	20	3,5
CPA	20	1,9
OTA	20	2,5
STE	20	2,1
AcDON	200	26
DON	200	21
NIV	200	37
DAS	200	11
FB <sub>1</sub>	200	31
FB <sub>2</sub>	200	22
FB <sub>3</sub>	200	14
FUS-X	200	16
HT-2	200	25
T-2	200	21
NEO	200	17
$\alpha$ -ZOL	200	29
$\beta$ -ZOL	200	47
ZEA	200	36
Ergocristine	250	35
Ergocryptine	250	37
Ergosine	250	34

## Méthode pour le dosage des esters de phtalate dans les aliments par CL-SM/SM et pour la confirmation des résultats

Agence canadienne d'inspection des aliments  
Laboratoire de Saskatoon  
Centre de détection des résidus médicamenteux vétérinaires  
116, route Veterinary  
Saskatoon (Saskatchewan) S7N 2R3

### Références :

*“Taiwanese method” – Analysis of Phthalate Esters in Foods*

*FDA translations of “Taiwanese method”*

CFIA-FDA joint validation, August 2011 Summary (RDIMS 3338366)

1. Portée : Cette méthode d'analyse permet le dosage de l'ester de phtalate de benzyle et de butyle (PBB), de l'ester de phtalate de dibutyle (PDB), de l'ester de phtalate de diéthylhexyle (PDEH), de l'ester de phtalate de di-*n*-octyle (PDNO), de l'ester de phtalate de diisononyle (PDIN) et de l'ester de phtalate de diisodécyle (PDID) dans les préparations pour nourrissons (en poudre, sous forme liquide), les céréales pour nourrissons (sèches), les aliments pour bébés (préparations de fruits et de légumes), l'eau embouteillée, les confitures, les gelées, les jus, les thés et les poudres. Elle permet aussi de confirmer les résultats d'analyse de ces composés. La limite de détection de la méthode est de 0,5 µg/g, en équivalents d'échantillon, et la recommandation de l'ACIA est de 1 µg/g, en équivalents d'échantillon.
2. Principe : On procède à une extraction sur un échantillon de 1 gramme dans 50 mL de méthanol sous ultrasons, puis on effectue une centrifugation. Une aliquote de l'extrait est entreposée à -20 °C pendant une nuit pour favoriser le dégraissage de l'extrait. Le lendemain, l'extrait est centrifugé à -5 °C puis injecté dans un appareil de CL-SM/SM pour analyse.

© Sa Majesté la Reine du chef du Canada, représentée par le ministre de l'Agriculture et de l'Agroalimentaire du Canada, 2012. Tous droits réservés. La reproduction, le stockage dans un

*système de recherche documentaire et la transmission d'un extrait quelconque du présent document, sous quelque forme que ce soit et par quelque procédé que ce soit, tant électronique que mécanique, par photocopie, enregistrement ou tout autre moyen, sont interdits sans l'autorisation écrite préalable du détenteur du droit d'auteur.*



### 3. Matériel

#### 3.1 Remarques

- 3.1.1 Fournisseurs indiqués à titre de référence seulement. Sauf indication contraire, on peut utiliser une autre marque d'appareils et de matériel si leur performance est équivalente.
- 3.1.2 Toute la verrerie jaugée utilisée pour cette méthode est de classe A.
- 3.1.3 **Procédure essentielle : comme les phtalates sont des contaminants courants dans les plastiques, utiliser du matériel en verre seulement, lorsque c'est possible; rincer les articles marqués d'un astérisque (\*) avec du méthanol et les sécher avant usage.**

3.2 Centrifugeuse (capacité de 6 000 xg), centrifugeuse Beckman Avanti, rotor JS-5.3 avec adaptateurs pour tubes de 50 mL. Centrifugeuse Beckman Allegra, rotor GH 3.8 avec porte-tubes de 15 mL.

3.3 Fioles jaugées en verre de 10 mL, 25 mL, 50 mL et 100 mL\* voir remarque en 3.1.3.

3.4 Fioles en verre avec capuchons garnis de téflon ou d'aluminium : 100 à 250mL\* voir remarque en 3.1.3.

3.4.1 Ces fioles sont nécessaires pour le stockage des blancs et pour les échantillons positifs confirmés dont le contenant original ne peut être rescellé après sous-échantillonnage. **Dans la mesure du possible, les échantillons doivent être conservés dans leur emballage original.**

3.5 Cylindres gradués en verre de 100 mL avec bouchons rodés. Les cylindres et les bouchons doivent être placés dans un four à environ 200 °C pendant une nuit avant d'être utilisés.

3.6 Colonne de CL : BEH Phenyl-hexyl ACQUITY ou CSH Phenyl-hexyl Waters, 1,7 µm, diamètre interne de 2,1 mm × 50 mm.

3.7 Appareil de CL-SM/SM : UPLC Waters avec détecteur SM/SM TQD et logiciel Masslynx (ou autre appareil de CL-SM/SM se sensibilité équivalente).

3.8 Fioles de CL avec capuchons garnis de téflon. Les fioles doivent être placées dans un four à environ 200 °C pendant une nuit avant d'être utilisées.

3.9 Pipettes Pasteur

3.10 Tubes coniques en polypropylène de 15 mL et 50 mL, de marque Falcon. Ne pas utiliser une autre marque. Avant d'utiliser des tubes d'une autre marque, évaluer leur contamination par des phtalates, cela en concentrant une aliquote de méthanol utilisée pour rincer un tube et en mesurant les résidus de phtalates dans le concentré.

3.11 Bains à ultrasons

- 3.12 Flacons à scintillation (20 mL) avec capuchons garnis d'aluminium. Placer dans un four à 200 °C (habituellement pendant une nuit) avant usage.
- 3.13 Seringues à cylindre en verre étanche aux gaz de 10, 25, 50, 100 et 2 500 µL.
- 3.14 Agitateur de type vortex.
- 4. Réactifs
  - 4.1 Remarques
    - 4.1.1 Fournisseurs indiqués à titre de référence seulement. On peut utiliser une autre marque de réactifs de qualité équivalente (ou supérieure).
    - 4.1.2 Toute l'eau utilisée pour cette méthode doit avoir été purifiée par osmose inverse puis désionisation, adsorption et filtration.
    - 4.1.3 Les instructions de préparation sont données à titre de référence seulement et, sauf indication contraire, le volume nécessaire peut être ajusté afin de préparer plus ou moins de solution, selon les besoins. La procédure de préparation doit être détaillée dans le registre de préparation des réactifs.
  - 4.2 Acide formique, concentré (EMD Chemicals, Gibbstone, New Jersey, États-Unis).
  - 4.3 Acide formique, en solution à 0,1 % dans l'eau : ajouter 1,0 mL d'acide formique à 800 mL d'eau dans une fiole jaugée de 1 L. Mélanger et compléter le volume avec de l'eau.
  - 4.4 Méthanol, distillé dans du verre (Caledon).
- 5. Solutions étalons
  - 5.1 Remarques
    - 5.1.1 En plus de suivre les consignes de sécurité figurant dans le manuel de sécurité en laboratoire de l'ACIA et les pratiques sécuritaires de travail ainsi que de manipulation, d'entreposage et d'élimination des produits chimiques et des déchets dangereux du laboratoire de Saskatoon, l'analyste doit consulter l'analyse des risques liés aux tâches du CDRMV au sujet de la préparation d'étalons ainsi que les fiches signalétiques (FS) pertinentes. **Éviter tout contact direct avec les étalons analytiques. Porter des gants jetables en nitrile, un sarrau et des lunettes de protection.**

- 5.1.2 La liste des matériaux de référence certifiés nécessaires est donnée ci-dessous. Pour connaître les fournisseurs actuels, veuillez communiquer avec l'unité responsable des tests d'aptitude au Centre.
- 5.1.2.1 On a acheté du phtalate de benzyle et de butyle (PBB, n° CAS 85-68-7), phtalate de dibutyle (PDB, n° CAS 84-74-2), phtalate de di(2-éthylhexyle) (PDEH, n° CAS 117-81-7), phtalate de di-*n*-octyle (PDNO, n° CAS 117-84-0), phtalate de diisononyl (PDIN, n° CAS 68515-48-0) auprès de Sigma Aldrich. On a acheté du phtalate de diisodécyle (PDID, n° CAS 26761-40-0) auprès d'Accustandard, Inc.
- 5.1.2.2 On a acheté du phtalate-d4 de benzyle et de butyle (PBB-d4, n° CAS 93951-88-3), du phtalate-d4 de dibutyle (PDB-d4, n° CAS 93952-11-5), du phtalate-d4 de di(2-éthylhexyle), (PDEH-d4, n° CAS 93951-87-2), du phtalate-d4 de di-*n*-octyle (PDNO-d4, n° CAS 93952-13-7), qui sont des matériaux de référence deutérés, auprès de Cambridge Isotopes. On a acheté du phtalate-d4 de bis(7-méthyl-1-octyle) (PDIN-d4, n° CAS 1332965-90-8), du phtalate-d4 de diisodécyle (PDID-d4, n° CAS 1346604-79-2) auprès de Canadian Isotopes.
- 5.1.3 Les instructions pour la préparation des étalons sont données à titre de référence seulement et, sauf indication contraire, le volume nécessaire peut être ajusté afin de préparer plus ou moins de solution, selon les besoins. La procédure de préparation doit être détaillée dans le registre de préparation des étalons.
- 5.1.4 Pour déterminer le poids d'étalon requis, l'analyste doit savoir sous quelle forme il se trouve (chlorhydrate, sel de sodium, etc.) et déterminer la pureté du matériau de référence analytique, et prendre ces deux facteurs en compte pour établir la quantité à peser pour une concentration donnée.

Exemple :

$$\text{Masse corrigée} = \text{Masse cible} \times \frac{100}{\text{pureté en \%}} \times \frac{\text{Masse moléculaire (forme chimique, sel)}}{\text{Masse moléculaire (base libre)}}$$

- 5.1.5 La concentration *réelle* de la solution étalon mère peut être légèrement différente de la concentration *cible*. Dans ce cas, la quantité requise pour préparer une solution de travail de concentration donnée devra être ajustée en conséquence afin de s'assurer que la concentration de la solution de travail correspond à la concentration cible.
- 5.2 Solutions étalons mères (1 000 µg/mL approximativement)
- 5.2.1 Peser 0,05 g (masse corrigée en fonction de la pureté, etc., selon le cas) de chacun des phtalates et des phtalates de référence deutérés dans des fioles jaugées en verre de 50 mL distinctes, dissoudre et compléter jusqu'au trait

de jauge avec du méthanol. Noter la quantité exacte de matériau de référence utilisée et la concentration corrigée. Entreposer à 4 °C dans des flacons à scintillation préalablement séchés au four. Durée de conservation : 1 an (selon les conditions).

- 5.3 Solutions mixtes, concentrations caractéristiques : préparer selon les besoins. Les facteurs de dilution requis peuvent varier selon la source de solution mère. Noter la procédure exacte de préparation de manière détaillée dans le registre de préparation des étalons.
- 5.3.1 Solution mixte intermédiaire de phtalates à 100 µg/mL : transférer 1 mL de chacune des solutions étalons mères de phtalates non deutérés à 1 000 µg/mL dans une fiole jaugée de 10 mL. Compléter jusqu'au trait de jauge avec du méthanol. Entreposer à 4 °C dans des flacons à scintillation préalablement séchés au four. Durée de conservation : 1 mois.
- 5.3.2 Solution mixte intermédiaire de phtalates à 25 µg/mL : transférer 0,250 mL de chacune des solutions étalons mères de phtalates à 1 000 µg/mL dans une fiole jaugée de 10 mL. Compléter jusqu'au trait de jauge avec du méthanol. On peut aussi préparer une dilution appropriée de la solution mixte intermédiaire à 100 µg/mL. Entreposer à 4 °C dans des flacons à scintillation préalablement séchés au four. Durée de conservation : 1 mois.
- 5.3.3 Solution mixte de travail de phtalates à 2,5 µg/mL – requise seulement pour les phtalates de référence deutérés : transférer 500 µL de la solution intermédiaire de phtalates à 25 µg/mL dans une fiole jaugée de 5 mL. Compléter jusqu'au trait de jauge avec du méthanol. Entreposer à 4 °C dans des flacons à scintillation préalablement séchés au four. Durée de conservation : 1 mois.
- 5.3.4 Solution mixte de travail de phtalates à 1 µg/mL : transférer 100 µL de la solution mixte intermédiaire de phtalates à 100 µg/mL dans une fiole jaugée de 10 mL. Compléter jusqu'au trait de jauge avec du méthanol. Entreposer à 4 °C dans des flacons à scintillation préalablement séchés au four. Durée de conservation : 1 mois.
- 5.3.5 Répéter les étapes 5.3.1 à 5.3.4 pour les matériaux de référence deutérés pour préparer des solutions mixtes de ces derniers à 100 µg/mL, 25 µg/mL, 2,5 µg/mL et 1 µg/mL.
6. Extraction
- 6.1 Remarques
- 6.1.1 En plus de suivre les consignes de sécurité figurant dans le manuel de sécurité en laboratoire de l'ACIA et les pratiques sécuritaires de travail ainsi que de manipulation, d'entreposage et d'élimination des produits chimiques et des déchets dangereux du laboratoire de Saskatoon, l'analyste doit consulter l'analyse des risques liés aux tâches du CDRMV au sujet de la préparation d'étalons ainsi que les fiches signalétiques (FS) pertinentes.

- 6.1.2 **POINT ESSENTIEL : sauf indication contraire, utiliser du matériel de laboratoire en verre pendant l'extraction afin de réduire le plus possible le risque de contamination par des phtalates provenant du matériel.**
- 6.1.3 Lorsqu'on ne dispose pas d'un blanc approprié et/ou que la performance dans la matrice indiquée n'a pas été entièrement déterminée, en plus de l'échantillon inconnu, utiliser ce même échantillon, enrichi jusqu'à la concentration d'intérêt.
- 6.1.4 En général, tous les échantillons subissent d'abord une analyse de dépistage.
- 6.1.5 On procède au dosage des échantillons suspects (concentration > 1,0 µg/g, en équivalents d'échantillon), pour tous les résultats d'analyse positifs suspects de résidus, sauf les résidus de PDB, dont il faut répéter l'analyse si la concentration suspecte est > ½ LD. Pour les échantillons de dosage du PDB, il faut utiliser de la verrerie ayant passé une nuit dans un four à >100 °C.
- 6.1.6 Les échantillons enrichis utilisés pour le dosage (6.3) sont décrits à titre indicatif seulement. Les analyses de dosage requises sont déterminées en consultation avec le chimique responsable du programme, et elles varient en fonction de l'analyte observé et de la matrice concernée.
- 6.2 Échantillons pour les analyses de dépistage
- 6.2.1 Placer (1,0 ± 0,01) g de chacun des échantillons à analyser dans des tubes en polypropylène de 50 mL ou dans des cylindres gradués séchés au four distincts, selon le cas.
- 6.2.1.1 Pour les purées de légumes ou de fruits, les confitures et les gelées, agiter pour mélanger et prélever une aliquote de l'échantillon, en évitant le plus possible de prélever des graines. L'échantillon peut être chauffé jusqu'à 38 °C pour faciliter le prélèvement d'une aliquote si la gelée ou la confiture est difficile à peser (indiquer qu'il a fallu chauffer l'échantillon, si c'est le cas). Noter le poids de l'échantillon refroidi (jusqu'à température ambiante).
- 6.2.1.2 Pour les poudres, prélever un sous-échantillon uniforme. S'il faut mélanger ou s'il faut prélever un échantillon composite pour atteindre le poids requis pour l'analyse, noter la procédure de manière détaillée.
- 6.2.1.3 Pour les liquides (eau embouteillée, boissons, jus, préparations, sirops), s'assurer que l'échantillon est bien mélangé avant de prélever un sous-échantillon.
- 6.2.1.4 Échantillons spéciaux – communiquer avec le superviseur du programme pour connaître les procédures d'échantillonnage précises. Habituellement, en plus de l'échantillon spécial analysé, on analyse un échantillon de la même matière dans une matrice enrichie jusqu'à une concentration de 1,0 µg/g, en équivalents de tissus (ET).

- 6.2.1.5 Réfrigérer le reste de l'échantillon ou de la matière; placer un sous-échantillon dans un contenant en verre (avec capuchon garni de téflon) si le contenant original ne peut être rescellé.
- 6.2.2 Étalons pour le dépistage : préparer des étalons chimiques de 10 ng/mL et de 20 ng/mL, dans des fioles (0,5 et 1,0 µg/g, en équivalents de tissus, en équivalents d'échantillon). Ajouter 5 µL et 10 µL de la solution mixte de phtalates à 1 µg/mL dans des fioles de CL distinctes contenant 500 µL de méthanol.
- 6.2.3 Échantillons pour le contrôle de la qualité : dans des tubes en polypropylène de 50 mL ou dans des cylindres gradués séchés au four distincts, selon le cas, peser 3 aliquotes de  $(1,0 \pm 0,01)$  g de blanc; choisir un type de blanc (confiture, gelée, sirop, etc.) qui est représentatif de la plupart des échantillons qu'on prévoit d'analyser.
- 6.2.3.1 Ajouter 20 et 40 µL de la solution mixte intermédiaire de phtalates à 25 µg/mL à 2 des 3 aliquotes de blanc. Ainsi, on aura des solutions d'étalonnage à matrice fortifiée à 0,5 et 1,0 µg/g, en équivalents d'échantillon. Le troisième blanc servira de témoin négatif, et de source pour l'extrait requis afin de préparer les échantillons surenrichis avec une matrice correspondante qui seront utilisés pour évaluer le taux de récupération (étape 6.11).
- 6.2.4 Pour les analyses de denrées différentes, comme la performance de la méthode varie selon la matrice, inclure au moins un échantillon supplémentaire de contrôle de la qualité à 1,0 µg/g, en équivalents d'échantillon (40 µL de la solution mixte intermédiaire de phtalates à 25 µg/mL), dans les « autres » types de matrices.
- 6.2.5 Inclure un blanc de réactif, non enrichi, à toutes les analyses, afin de surveiller les concentrations de fond de phtalates.

- 6.3 Échantillons pour le dosage (analyses ciblées)
- 6.3.1 Procéder à l'étalonnage pour des concentrations correspondant à celles des étalons à matrice enrichie (voir 6.3.3).
- 6.3.2 Échantillons pour le contrôle de la qualité
- 6.3.2.1 Peser 3 aliquotes de 1,0 g d'un blanc exempt de phtalates. Ajouter 20 µL et 40 µL de la solution mixte intermédiaire de phtalates à 25 µg/mL à 2 des 3 échantillons, qui seront l'échantillon enrichi pour la LD (0,5 µg/g, en équivalents d'échantillon) et le témoin positif (1,0 µg/g, en équivalents d'échantillon). Le troisième blanc servira de témoin négatif, et de source pour préparer les échantillons avec une matrice correspondante qui seront utilisés pour déterminer le taux de récupération.
- 6.3.2.2 Inclure un blanc de réactif, non enrichi, pendant toutes les analyses, afin de surveiller les concentrations de fond de phtalates.
- 6.3.3 Peser 1 aliquote de 1,0 g de l'échantillon suspect dans un tube en polypropylène de 50 mL ou dans un cylindre gradué séché au four, selon le cas. Si la concentration suspecte de phtalates dans un échantillon est particulièrement élevée, on peut peser une quantité moindre et/ou effectuer une dilution post-extraction dans le méthanol afin d'obtenir une concentration entre 10 et 40 ng/mL dans les fioles.
- 6.3.3.1 Pour les purées de légumes ou de fruits, les confitures, les gelées et les liquides, peser un échantillon. Préparer une courbe d'étalonnage externe avec des matrices enrichies en utilisant une matrice comparable à celle de l'échantillon positif suspect, qui couvre une gamme de concentrations comprenant celle de l'analyte suspect (habituellement, 10 à 200 ng/mL dans les fioles).
- 6.3.3.2 Pour les poudres, peser quatre échantillons. Enrichir deux des quatre échantillons jusqu'à une concentration d'environ quatre fois celle de l'analyte suspect. Utiliser la méthode des ajouts dosés pour la quantification.
- 6.3.3.3 Échantillons spéciaux : communiquer avec le superviseur du programme pour connaître les procédures d'analyse de dosage précises.
- 6.4 À chaque échantillon (échantillons d'analyse, échantillons d'étalonnage et témoins positifs de CQ), **à l'exception du témoin négatif**, ajouter 20 µL de la solution étalon mixte deutérée à 100 µg/mL. Mélanger brièvement avec l'agitateur de type vortex, et laisser reposer à température ambiante pendant 15 minutes.
- 6.5 En utilisant des graduations sur les tubes en polypropylène et/ou les cylindres gradués comme repères, ajouter du méthanol jusqu'au trait de 50 mL, boucher les contenants et placer dans le bain à ultrasons pendant 30 minutes. Pour les échantillons placés dans des cylindres gradués, prélever environ 5 mL de

l'échantillon et les transférer dans un tube à centrifuger jetable en verre de 15 mL (préalablement séché au four) (avec capuchon garni d'aluminium).

- 6.6 Centrifuger les échantillons à température ambiante pendant 10 minutes.
  - 6.6.1 Les échantillons dans les tubes Falcon de 50 mL sont centrifugés à 3 300 xg.
  - 6.6.2 Les échantillons dans les tubes à centrifuger en verre de 15 mL sont centrifugés à 1 160 xg.
- 6.7 Prélever un sous-échantillon d'environ 3 mL du surnageant de chacun des échantillons et placer chaque sous-échantillon dans un tube à centrifuger jetable en polypropylène de 15 mL ou dans un tube à centrifuger en verre, selon le cas. Placer tous les tubes au congélateur pour la nuit (à environ -20 °C).

**Remarque : Cette procédure permet de faire précipiter les résidus de graisses qui sont restés après l'extraction. Même si la teneur en graisses n'a pas d'effet sur la performance de la méthode analytique, ces substances réduisent la durée de vie des colonnes analytiques. Cette étape peut être omise si le superviseur du programme l'autorise; dans ce cas, on procède directement au transfert dans les fioles de CL.**

- 6.8 Le matin suivant, centrifuger les échantillons à -5 °C pendant 15 minutes.
  - 6.8.1 Les échantillons dans les tubes Falcon de 50 mL sont centrifugés à 6 000 xg.
  - 6.8.2 Les échantillons dans les tubes à centrifuger en verre de 15 mL sont centrifugés à 1 160 xg.
- 6.9 En gardant ces échantillons aussi froids que possible (sur de la glace, par exemple), prélever approximativement 500 µL du surnageant de chacun des échantillons et les placer dans des fioles de CL en vue de leur analyse par CL-SM/SM.

**Remarque : Réduire autant que possible le temps que les extraits centrifugés passent à température ambiante, sinon, les résidus de graisses se resolubiliseront.**

- 6.10 Pour le témoin négatif et l'échantillon positif suspect (aliquote non enrichie), préparer des échantillons de récupération à matrice correspondante. Transférer 500 µL dans une fiole de CL. Enrichir selon les procédures ci-dessous, en préparant des échantillons à matrice correspondante qui seront utilisés pour déterminer le pourcentage de récupération.
  - 6.10.1 Ajouter, à 500 µL de témoin négatif, 5 µL de la solution mixte de phtalates à 1 µg/mL (10 ng/mL dans la fiole) – à des fins de comparaison avec l'échantillon enrichi pour le contrôle de la qualité à la LD.
  - 6.10.2 Ajouter, à 500 µL de témoin négatif, 10 µL de la solution mixte de phtalates à 1 µg/mL (20 ng/mL dans la fiole) – à des fins de comparaison avec le témoin positif enrichi pour le contrôle de la qualité.



6.10.3 À chacun des mélanges qui précèdent, ajouter 8 µL de la solution de phtalates deutérés à 2,5 µg/mL.

## 7. Analyse instrumentale

### 7.1. Remarques

7.1.1. Les paramètres sont donnés à titre indicatif seulement, et pourraient devoir être optimisés.

7.1.2. Nettoyer et replacer le cône d'échantillonnage de la source d'ionisation du SM si on a constaté une baisse de la performance de l'appareil lors de précédentes analyses.

### 7.2. Paramètres de CL

7.2.1. Les paramètres indiqués sont basés sur un système d'UPLC Waters (UPLC-SM/SM TQD).

**Remarque :** Un faible gradient est nécessaire pour réduire le plus possible l'élution des phtalates inhérents au système de CL tout en permettant une rétention optimale des analytes injectés.

Température de la colonne : 60 °C

Température de la chambre d'injection : 5 °C

Volume d'injection : 3 µL

Durée de l'analyse : 2,95 min

Solvants : A – méthanol; B – solution à 0,1 % d'acide formique dans l'eau

Colonne : BEH Phenyl-hexyl, 2,1 x 50 mm, 1,7 µm

#### Gradient de pompage

Temps (min)	Débit	% A	% B	Courbe
Début	0,858	77	23	
0,12	0,858	77	23	6
0,15	0,700	77	23	6
1,10	0,700	81	19	6
1,27	0,700	84	16	6
1,65	0,700	86,5	13,5	6
1,75	1,000	99	1	6
2,45	1,000	99	1	6
2,50	1,000	77	23	6

### 7.3. Paramètres de SM/SM

7.3.1. Les paramètres proposés sont les paramètres caractéristiques d'un système d'UPLC-SM/SM TQD Waters, et ils peuvent varier en fonction de l'optimisation des réglages.

Tension dans le capillaire : 0,85 kV

Température de la source d'ions : 120 °C

Température de désolvatation : 500 °C

Débit de gaz dans le cône : 60 L/h

Débit de désolvatation : 1 100 L/h

Mode de détection : surveillance de réactions multiples (MRM), ES+

Masse des paires d'ions surveillées (valeurs nominales seulement), tension dans le cône et énergie de collision :

Composé	Réaction surveillée Précurseur > Ion produit	Tension du cône	Énergie de collision
PBB	313 > 149 <sup>(1)</sup>	17	11
	313 > 205*	17	7
	313 > 239	facultatif, surveiller au besoin	
PDB	279 > 149*	20	14
	279 > 205 <sup>(1)</sup>	20	7
PDEH	391 > 149*	19	20
	391 > 167 <sup>(1)</sup>	19	14
	391 > 71	facultatif, surveiller au besoin	
	391 > 113	facultatif, surveiller au besoin	
	391 > 279	facultatif, surveiller au besoin	
PDNO	391 > 149 <sup>(1)</sup>	18	12
	391 > 261*	18	10
	391 > 121	facultatif, surveiller au besoin	
PDIN	419 > 149*	15	26
	419 > 275 <sup>(1)</sup>	15	12
	419 > 71	facultatif, surveiller au besoin	
	419 > 127	facultatif, surveiller au besoin	
	419 > 167	facultatif, surveiller au besoin	
	419 > 293	facultatif, surveiller au besoin	
PDID	447 > 141*	22	11
	447 > 149	22	25
	447 > 289 <sup>(1)</sup>	22	10
	447 > 167	facultatif, surveiller au besoin	
	447 > 307	facultatif, surveiller au besoin	
	447 > 99	facultatif, surveiller au besoin	
PDB-d4	283 > 153*	20	14
PBB-d4	317 > 91*	17	11
PDEH-d4	395 > 153*	30	30
PDNO-d4	395 > 153*	18	12

PDIN-d4

453 &gt; 153

15

22

<sup>(1)</sup>Transitions de confirmation

\*Masse de quantification

Les masses qui se sont pas suivies d'un astérisque (\*) ou d'un (1) sont données à titre de référence seulement. Leur utilisation est laissée à la discrétion de l'analyste, et leur utilisation requiert un examen et une optimisation préalables.

- 7.4.1 Critères d'admissibilité : L'ordre d'élution des analytes est celui qui est indiqué à l'annexe I. Les analytes doivent être détectés et les ions produits qui sont attendus pour les différents analytes doivent être présents; le degré de résolution entre le PDEH et le PDNO doit être d'environ 90 %. Si la résolution entre le PDNO et le PDEH semble mauvaise, cela indique que la colonne doit être examinée et peut-être remplacée. Les rapports de confirmation, pour les échantillons positifs connus (matrice fortifiée/échantillons correspondants), doivent être comparables entre eux dans les limites fixées par les spécifications de la méthode (voir la section 9). Les temps de rétention des analytes respectifs des échantillons fortifiés doivent être égaux à plus ou moins 2,5 %.

7.4.1 Si les critères ne sont pas remplis, consulter le superviseur responsable.  
Déterminer la cause probable du phénomène, et noter cette information pour l'analyse concernée.

## 8. Calculs

- 8.1. Pour les échantillons pour lesquels il a été établi que l'effet de matrice a une incidence minimale sur les résultats, la teneur en ester de phtalate ( $\mu\text{g/g}$ , en équivalents d'échantillon) dans l'échantillon peut être calculée comme suit :

On effectue une régression linéaire à partir des solutions d'étalonnage (étalons chimiques ou matrice fortifiée), cela en utilisant les données sur le rapport de l'aire sous la courbe pour les différents analytes à la réponse de l'étalon interne, les masses de quantification (axe des y), et la concentration des analytes (axe des x).

Teneur en ester de phtalate ( $\text{ng/mL}$ , dans la fiole),  $x = (y-b)/m$

où

y = aire, masse de quantification

b = ordonnée à l'origine

m = pente

Teneur en ester de phtalate ( $\mu\text{g/g}$ , en équivalents d'échantillon) dans l'échantillon =

teneur dans la fiole ( $\text{ng/mL}$ ) x 50 mL x facteur de dilution (le cas échéant) x masse de l'éch.

(théorique) en g x  $\frac{1 \mu\text{g}}{1\,000 \text{ ng}}$   
masse réelle de l'éch.

- 8.2 On peut utiliser la méthode des ajouts dosés pour la quantification de n'importe quel analyte, mais on y a habituellement recours dans le cas des échantillons pour lesquels on soupçonne que l'effet de matrice empêchera de procéder à un étalonnage externe à l'aide d'un étalon chimique ou d'une matrice enrichie (sauf dans le cas du blanc) pour quantifier la réponse de l'analyte. On effectue une régression linéaire en utilisant les données sur le rapport de l'aire sous la courbe pour les différents analytes à la réponse de l'étalon interne propre à chaque analyte, les masses de quantification (axe des y), et la concentration des analytes (axe des x). On suppose que l'échantillon non fortifié aura une valeur de « 0 » sur l'axe des x.

La teneur réelle de l'analyte dans l'échantillon non fortifié est la valeur (absolue) où la droite de régression linéaire coupe l'axe des x. Cette valeur peut aussi être obtenue en divisant l'ordonnée à l'origine (b) par la pente (m),

Teneur en ester de phtalate (unités de concentration, telles qu'elles figurent sur l'axe des x, habituellement la concentration dans les fioles, en ng/mL) = b/m.

Pour corriger la concentration dans les fioles (ng/mL) afin d'obtenir la teneur dans l'échantillon :

Teneur en ester de phtalate ( $\mu\text{g/g}$ , en équivalents d'échantillon) dans l'échantillon =

teneur dans la fiole (ng/mL) x 50 mL x facteur de dilution (le cas échéant) x masse de l'éch.

$$\frac{(\text{théorique}) \text{ en g}}{\text{masse réelle de l'éch.}} \times \frac{1 \mu\text{g}}{1\,000 \text{ ng}}$$

- 8.3. Échantillons pour la détermination du taux de récupération : en utilisant les aires sous la courbe obtenues pour les masses de quantification de chacun des analytes, comparer les résultats obtenus pour la matrice fortifiée (1,0  $\mu\text{g/g}$ , en équivalents d'échantillon) à ceux obtenus pour l'échantillon enrichi de matrice correspondante (20 ng/mL, dans la fiole). Si l'on veut élargir cette étude pour y inclure un examen de l'effet de matrice, comparer la réponse des échantillons enrichis de matrices correspondantes avec celle de l'étalon chimique de concentration comparable.

Le taux de récupération obtenu par l'analyste pour les formulations pour nourrissons liquides, l'eau, les confitures, les gelées, les sirops et les thés enrichis peuvent être calculés soit à partir d'un étalon chimique, soit à partir d'un échantillon de matrice correspondante – c'est-à-dire que l'effet de matrice est minime dans ces types d'échantillons.

Le taux de récupération obtenu par l'analyste pour les poudres (y compris les préparations, les céréales pour bébés et autres) ainsi que pour les aliments pour bébés enrichis doit généralement être calculé par rapport à un blanc de matrice correspondante (surenrichi). Pour ces types de produits, il a été démontré que l'effet de matrice avait une incidence sur certains analytes; cependant, cette incidence variait d'une analyse à l'autre (données préliminaires).

## 9. Confirmation

- 9.1. Les résultats d'analyse positifs pour le PDB, s'ils sont supérieurs  $\frac{1}{2}$  LD du PDB, sont considérés suspects, et ils requièrent une autre analyse avec de la verrerie préalablement séchée au four, si des tubes en polypropylène ont été utilisés auparavant. Pour réduire le plus possible la concentration de fond de PDB, la verrerie doit passer une nuit dans un four à  $\geq 200$  °C puis être refroidie avant usage.
- 9.2. Les résultats d'analyse suspects quant au PDEH, au PDIN et/ou au PDID sont ceux dont la concentration est égale ou supérieure au seuil de déclaration; les échantillons concernés peuvent être réinjectés avec des échantillons d'étalonnage et de contrôle de la qualité appropriés, suivant un profil de confirmation optimisé (spécial).
- 9.3. Il y a confirmation qu'un échantillon suspect contient un analyte donné si les critères ci-dessous sont remplis.
- 9.3.1. Le temps de rétention de l'analyte dans l'échantillon suspect correspond à  $\pm 2,5$  % au temps de rétention pour l'étalon à matrice fortifiée analysé dans les mêmes conditions expérimentales.
- 9.3.2. Toutes les transitions d'ions attendues, y compris de l'ion précurseur, indiquées à la section 7.3 sont présentes et associées à des intensités mesurables.
- 9.3.3. Les rapports d'intensité des ions produits dans l'échantillon suspect concordent, dans les limites indiquées à l'annexe 1 du document NLO-FD003.00, à ceux de l'échantillon témoin à matrice fortifiée à une concentration égale ou comparable à la concentration mesurée dans l'échantillon suspect.

## 10. Présentation des résultats

- 10.1. Les résultats sont examinés par le superviseur du programme avant la préparation du rapport d'analyse ou la répétition de l'analyse d'un échantillon.

### 10.2. Caractéristiques de la méthode<sup>(1)</sup>

Domaine d'analyse	1,0 à 20,0 µg/g, en équivalents d'échantillon
Limite de détection	0,5 µg/g, en équivalents d'échantillon
Seuil de déclaration	1,0 µg/g, en équivalents d'échantillon
Concentration admissible <sup>(2)</sup>	1,0 µg/g, en équivalents d'échantillon

<sup>(1)</sup> L'incertitude sur les mesures doit être recalculée chaque fois qu'un changement affecte l'exactitude de la méthode, sa précision ou sa sensibilité. Ce calcul doit être fait par le chimiste responsable du programme et être transmis au chef de la section à des fins d'examen; de plus, le responsable de la qualité du CDRMV doit en recevoir une copie.

<sup>(2)</sup> La concentration admissible n'est donnée qu'à titre indicatif; il est recommandé de consulter régulièrement le client (ESSA de l'ACIA) afin de s'assurer que le seuil de déclaration répond toujours à leurs besoins. Tous les résultats supérieurs au seuil de déclaration, s'ils sont confirmés, doivent être signalés.

## 11. Plan d'assurance de la qualité

## 11.1. Normes de performance en matière d'analyses quantitatives

**Remarque :** une validation a été effectuée conjointement avec les laboratoires de la FDA (données au dossier, validation, août 2011) pour les confitures, des jus, les gelées, les poudres, le thé et le sirop. D'autres travaux ont été par la suite menés à l'interne pour élargir le spectre de denrées analysées et y inclure l'eau, les préparations pour nourrissons, les céréales pour bébés et les aliments pour bébé (rapport au dossier, juin 2012).

Coefficient de corrélation,  $R$ ,  $> 0,990$

Reproductibilité, ETR en % (entre laboratoires) : non disponible

Pas de faux positif

Pas de faux négatif si  $> 0,5 \mu\text{g/g}$ , en équivalents d'échantillon

% d'exactitude, pas d'erreur systématique et pas d'erreur ponctuelle  $> 30 \%$

Répétabilité dans série d'analyses, où  $n$  (nombre d'échantillons) = 2, DR en %  $\leq 35 \%$ ;  $n > 2$ , ETR en % = 25

Répétabilité d'une série d'analyses à l'autre, où  $n = 2$ , DR en %  $\leq 50 \%$ ;  $n > 2$ , ETR en % = 35

% de récupération, ME/MC (ME/EC),  $(100 \pm 20) \%$

## Liste des abréviations

MF = échantillon extrait à matrice fortifiée, enrichi avant l'extraction

MC = échantillon extrait à matrice correspondante, enrichi après l'extraction

EC = étalon chimique

DR en % = différence relative en %

ETR en % = écart-type relatif en %

Tableau des caractéristiques de performance observées (données sommaires de validation, août 2011)

	Matrice	PBB	PDIN	PDB	PDEH	PDNO	PDID
Reproductibilité dans une série d'analyses <sup>1</sup> , cv en % où $n > 2$ *présentée comme le maximum observé	Céréales <sup>1</sup>	25	24	19	23	21	34 <sup>1</sup>
	Préparation pour nourrissons, poudre <sup>1</sup>	9	19	14	11	16	38 <sup>1</sup>
	Préparation pour nourrissons, liquide *exclut une valeur aberrante	11	16	8	13	19	16
	Aliments pour bébés en pots (fruits et légumes)	11	15	11	29 <sup>1</sup>	8	10
	Eau embouteillée	2	3 <sup>3</sup>	2	3	2	4
	Poudres <sup>1</sup>	16	90 <sup>1</sup>	30 <sup>1</sup>	52 <sup>1</sup>	5	20
	Confiture	16	13	20	8	7	20
	Gelée	7	10	25	23	17	7
	Jus <sup>1</sup>	18	51 <sup>1</sup>	35 <sup>1</sup>	15	50	18

	Matrice	PBB	PDIN	PDB	PDEH	PDNO	PDID
	Sirop	9	7	26	15	5	6
	Thé <sup>1</sup>	4	35 <sup>1</sup>	12	39 <sup>1</sup>	7	8
Répétabilité d'une série d'analyses à l'autre, d'après la compilation des données sur l'exactitude, cv en %, n > 2	Céréales	26	32	22	43	30	27
	Préparation pour nourrissons, poudre <sup>1</sup>	24	45	35	27	35	27
	Préparation pour nourrissons, liquide <sup>3</sup>	11	16	14	15	20	15
	Aliments pour bébés en pots (fruits et légumes)	11	17	23	24	12	15
	Eau embouteillée	14	21	24	8	19	41
	Poudres	30	74	29	39	25	26
	Confiture	10	10	13	12	7	36
	Gelée	11	6	13	11	23	11
	Jus	8	21	22	18	18	9
	Sirop	9	8	13	9	18	9
	Thé	15	28	27	39	28	27
% de récupération, moyenne observée lors de la validation MF/MC <sup>3</sup> (MF/EC) <sup>2</sup>	Céréales	91 (56) <sup>2</sup>	93 (86)	100 (96)	101 (99)	97 (85)	71 (74)
	Préparation pour nourrissons, poudre	95 (83)	82 (83)	92 (80)	82 (87)	85 (84)	63 (60) <sup>2</sup>
	Aliments pour bébés en pots (fruits et légumes)	92 (103)	89 (91)	102 (104)	87 (81)	88 (85)	71 (157) <sup>2</sup>
	Préparation pour nourrissons, liquide	112 (113)	108 (106)	130 (111)	120 (109)	106 (102)	113 (128)
	Eau embouteillée	86 (103)	57 (105)	92 (111)	86 (104)	82 (101)	94 (108)
	Powders <sup>3</sup> , données MF/MC	76 (85)	94 (103)	87 (83)	104 (98)	73 (88)	92 (88)
	Confiture <sup>3</sup> , données MF/MC (confiture et gelée combinées)	86 (87)	84 (95)	95 (99)	86 (90)	68 <sup>2</sup> (101)	87 (75) <sup>2</sup>
	Gelée	(110)	(100)	(94)	(98)	(87)	(106)
	Jus <sup>3</sup> , données MF/MC	103 (99)	99 (89)	102 (97)	98 (94)	57 <sup>2</sup> (91)	94 (96)
	Sirop	(92)	(104)	(95)	(100)	(90)	(104)
	Thé	(86)	(90)	(85)	(112)	(85)	(86)

<sup>1</sup>. Lorsque les critères de répétabilité pour un type de matrice précis dépassent un ETR en % de 25 % (voir le sommaire sur la validation ci-dessous), on recommande d'utiliser la méthode des ajouts dosés pour la quantification de l'analyte en question dans le type de matrice en question. Consulter le superviseur du programme au besoin.

2. Lorsque le % de récupération observé (MF/EC) est différent de  $(100 \pm 30) \%$ , il faut utiliser des solutions d'étalonnage fondées sur la matrice pour l'analyte en question dans le type de matrice en question.
3. Lorsque cela est indiqué, données mises à jour d'après les observations faites en 2011-2012 et les renseignements sur le diagnostic de la performance recueillis en 2012-2013.

## 11.2. Point essentiel

- 11.2.1. Pour éviter la contamination par les phtalates présents dans les plastiques, utiliser autant que possible du matériel de laboratoire en verre. Voir la section 3 sur le matériel et la section 6 sur l'extraction.

## 11.3. Préparation à l'exécution (plan de formation)

Remarque : dans le cadre du processus de qualification de l'analyste, une série d'analyses sous observation doit être effectuée, pour que l'analyste ait l'occasion d'appliquer la procédure sous la supervision d'un analyste expérimenté.

À la discrétion du superviseur du programme, les phases I et II peuvent être combinées, pour chaque série d'analyses : on règle alors les paramètres d'étalonnage et d'admissibilité du système nécessaires pour la phase I en même temps qu'on traite les échantillons enrichis requis pour la phase II.

- 11.3.1. Phase I : la phase I fournit à l'analyste l'occasion de démontrer sa capacité à régler l'appareil et à vérifier les données d'admissibilité du système. Elle doit comprendre :

deux séries d'analyses, réglages et analyses effectués deux jours différents, incluant un ensemble de quatre étalons chimiques qui couvrent la plage d'analyse de la méthode. La plage peut être établie de manière à imiter la plage utilisée pour une analyse de dosage normale.

- 11.3.2. La phase II fournit à l'analyste l'occasion de démontrer sa capacité à appliquer la procédure d'analyse et à évaluer les résultats. Elle doit comprendre :

deux séries d'analyses, effectuées deux jours différents; chaque série comprend des injections visant à vérifier l'admissibilité du système (étalon chimique), un étalonnage à l'aide de matrices fortifiées et six échantillons enrichis (trois concentrations, deux échantillons répétés par concentration).

Les dossiers devant être soumis pour examen et obtention de l'autorisation à passer à la phase III comprennent :

pour chaque série d'analyses, la feuille de travail ou le rapport (revu(e) et approuvé(e) par le superviseur); l'évaluation de l'admissibilité du système (commentaires de l'analyste) du point de vue de l'acceptabilité des résultats fournis par l'instrument; la séquence d'analyses; les analyses par régression; tous les chromatogrammes; le sommaire des taux de



récupération obtenus par l'analyste pour les échantillons enrichis ainsi que de la précision des résultats.

Toutes les séries d'analyses doivent être traitées dans le dossier (même celles pour lesquelles les critères d'acceptabilité de la méthode d'essai n'étaient pas remplis).

- 11.3.3. La phase III permet d'évaluer la capacité de l'analyste à obtenir et à reproduire un résultat d'analyse pour un échantillon inconnu. Elle comprend :

deux séries d'analyses quantitatives, effectuées deux jours différents; chaque série comprend des injections visant à vérifier l'admissibilité du système, une courbe d'étalonnage, des témoins négatifs et positifs pour le contrôle de la qualité, l'échantillon enrichi pour la LD, et au moins six échantillons d'analyse à l'aveugle.

Les dossiers devant être soumis pour examen et approbation comprennent :  
pour chaque série d'analyses, la feuille de travail ou le rapport (revu(e) et approuvé(e) par le superviseur), qui doit contenir l'évaluation de l'admissibilité du système (commentaires de l'analyste) du point de vue de l'acceptabilité des résultats fournis par l'instrument, la séquence d'analyses, les analyses par régression, tous les chromatogrammes ainsi que la présentation des résultats quantitatifs obtenus pour les échantillons d'analyse.

Toutes les séries d'analyses doivent être traitées dans le dossier (même celles pour lesquelles les critères d'acceptabilité de la méthode d'essai n'étaient pas remplis).

- 11.3.4. Le dossier de qualification de l'analyste doit comprendre :

pour la phase I et II, le sommaire des résultats obtenus par l'analyste pour les échantillons enrichis (y compris une évaluation des données sur le taux de récupération et la précision);

pour la phase III, une présentation des résultats quantitatifs obtenus pour les échantillons d'analyse.

Toutes les séries d'analyses doivent être traitées dans le dossier. Les sommaires doivent pouvoir être rattachés aux séries d'analyse dont ils proviennent et à l'instrument utilisé pour l'analyse.

- 11.3.5. Critères d'admissibilité (voir la section 11.1 sur les normes de performance).

#### 11.4. Échantillons pour la validation intralaboratoire

##### 11.4.1. Système : exigences minimales

Échantillons pour réanalyse : échantillons déjà analysés; 1 échantillon par 20 échantillons analysés, dans la même série d'analyses.

Témoins positifs pour le contrôle de la qualité : au moins un témoin positif par série d'analyses. La concentration est indiquée dans la description de la méthode.

Témoins négatifs pour le contrôle de la qualité : au moins un témoin négatif par série d'analyses.

Échantillons enrichis pour l'évaluation du taux de récupération : un échantillon enrichi à matrice correspondante par série d'analyses. La réponse aux analytes est évaluée par comparaison avec les échantillons à matrice fortifiée de concentration similaire (solutions d'étalonnage).

- 11.4.2. Après chaque série d'analyses, l'analyste doit mettre les dossiers à jour et les examiner pour détecter toute tendance. Les dossiers renferment les éléments indiqués ci-dessous.

Tous les résultats obtenus pour les échantillons réanalysés à des fins de validation (1 échantillon tous les 20 échantillons) et les échantillons réanalysés à des fins de quantification.

Tous les résultats obtenus pour les témoins positifs de contrôle de la qualité sont consignés dans un tableau et, lorsque les données sont suffisantes pour établir un intervalle de valeurs de contrôle, les résultats obtenus pour les témoins positifs de CQ sont portés sur des graphiques de contrôle individuels, X, de variation (Moving Range) et de traitement statistique R (R Statistical Process). Les données sur la qualification de l'analyste et les données de validation peuvent être utilisées en complément aux graphiques.

Témoins négatifs de contrôle de la qualité : suivi qualitatif (détection ou non-détection).

Les données sur la récupération sont consignées dans un tableau. Les données peuvent être utilisées pour tracer des graphiques de contrôle individuels, X, de variation (Moving Range) et de traitement statistique R (R Statistical Process).

- 11.4.3. Critères d'admissibilité

Voir la section 11.1 sur les normes de performance.

Lorsqu'ils sont portés sur un graphique de traitement statistique, les résultats obtenus pour les témoins positifs de contrôle de la qualité et sur le taux de récupération doivent être examinés pour détecter toute tendance. Critères

d'examen : les résultats se situent à l'intérieur des limites de contrôle calculées.

Le témoin négatif donne habituellement un résultat de non-détection pour tous les analytes. Une concentration trace de PDB est observée dans les réactifs et les témoins négatifs lorsqu'on se sert de tubes en polypropylène pour préparer les extraits. La réponse de l'échantillon enrichi pour la LD doit être au moins deux fois plus grande que celle de la réponse du blanc de réactif et du témoin négatif en ce qui concerne le PDB.

Lorsque les critères ne sont pas remplis et/ou qu'on observe une certaine tendance, il faut consulter le superviseur responsable. Déterminer la cause probable, noter cette information à propos de la série d'analyses concernée et indiquer les mesures prises sur les graphiques de contrôle ou les tableaux pertinents.

11.5. Échantillons pour la validation interlaboratoires : aucun disponible.

11.5. Uniformité des étalons analytiques

11.6.1. Lorsqu'on prépare une nouvelle solution étalon mère (section 5), il est validé avant d'être utilisé conformément au document CVDR-S-0014, ce qui doit comprendre un examen de la procédure de préparation individuelle pour détecter toute contamination croisée possible, ainsi qu'une vérification de la concentration du stock préparé (préparé en fonction de la concentration de la solution de travail) par rapport à celle de la solution étalon de travail mixte actuelle ou à celle de l'ancienne.

11.6.2. La concentration des nouvelles solutions étalons mères (section 5) est vérifiée par rapport à celle de l'ancienne solution mère à l'aide de la solution de travail mixte à 1 µg/mL. Placer 20 µL de la solution mixte de phtalates à 1 µg/mL dans 500 µL de méthanol (40 ng/mL dans la fiole). Comparer les résultats obtenus pour la nouvelle préparation avec ceux obtenus pour l'ancienne par CL-SM/SM.

11.6.3. Voir la section 7.3 au sujet des critères d'admissibilité relatifs aux paramètres de rétention.

11.6.4. Voir le document CVDR-S-0014 au sujet des critères de répétabilité relatifs à la réponse.

11.6.5. Si les critères de répétabilité entre l'ancienne et la nouvelle préparation ne sont pas remplis, déterminer la source de la variation. Les sources possibles de variabilité comprennent l'instrument (examiner la répétabilité des injections), l'étape de dilution pour la préparation de la solution de travail et/ou une erreur de pesée ou de transfert lors de la préparation du matériau de référence certifié en vue de la préparation de la solution mère. Garder ces sources à l'esprit

lorsque vous tentez de déterminer pourquoi une solution mère ne donne pas les résultats de validation attendus.

11.6.6. Les détails de la préparation, les chromatogrammes provenant des analyses de vérification et les calculs (% de différence entre les temps de rétention et autres données de comparaison entre les réponses) ainsi que les conclusions quant à l'acceptabilité de la nouvelle solution étalon sont conservés dans le registre relatif aux étalons.

#### 11.7. Acceptabilité et stabilité des échantillons

- 11.7.1 Matrices : confiture, gelée, thé, sirop, poudres, eau, préparation pour nourrissons (en poudre ou sous forme liquide), céréales pour nourrissons, aliments pour bébés en pots (fruits, légumes)
- 11.7.2 État à la réception : contenant scellé, non souillé
- 11.7.3 Entreposage des échantillons : garder les contenants non ouverts à température ambiante, sauf si d'autres recommandations figurent sur l'étiquette. Réfrigérer après ouverture et prélèvement de sous-échantillons. Garder l'échantillon dans son emballage original, dans la mesure du possible.

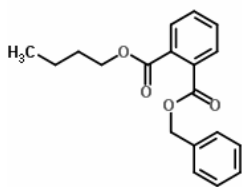
## 12 Suivi des révisions

Remarque : les renseignements donnés ci-dessous rendent compte des modifications apportées dans la présente version, qui constitue une mise à jour.

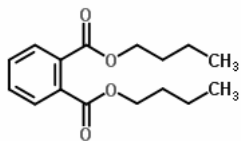
Version précédente	Date de révision de la version précédente	Paragraphe modifié, supprimé ou ajouté	Justification de la mise à jour	Auteur original : auteur des révisions (s'il ne s'agit pas du même)
NOUVEAU	NOUVEAU		Nécessaire vu la contamination des produits taiwanais par le PDEH (2011)	B. Shurmer/C. Neiser
Version 01	2011/12	Section 5, section 10	Mise à jour pour inclure les nouvelles denrées; ajout du no de CAS des matériaux de référence certifiés; ajout de deux matériaux de référence certifiés (nouveaux)	C.Neiser
		Section 3,4, 5	Mise à jour pour indiquer l'utilisation de verrerie préalablement séchée au four, s'il y a lieu. Suppression de l'utilisation de pipettes (source de phtalates trop variable pour les analyses). Ajout des flacons à scintillation.	
		Section 6	Ajout de détails sur la préparation des échantillons pour les analyses de dosage. Ajout de l'étape de congélation pendant une nuit afin de favoriser le dégraissage de l'extrait.	
		Section 7	Paramètres de CL et de SM/SM révisés et mis à jour. Modifications mineures aux conditions de CL; ajout de précisions sur l'acquisition pour les étalons deutérés; ajout de transitions (facultatives) pour la confirmation; révision de la masse de quantification du PDID; ajout de précisions sur l'admissibilité du système	
		Section 8	Précisions sur la méthode des ajouts dosés; information sur le calcul du taux de récupération et la quantification.	
		Section 9	Précisions sur l'évaluation du PDB; indication de paramètres spéciaux de SM/SM pouvant être utilisés à des fins de confirmation.	
		Section 10	Éclaircissements au sujet de la méthode des ajouts dosés et l'étalonnage fondé sur les matrices; modification de la limite supérieure de l'étalonnage.	
		Section 11	Suppression de la référence au responsable de la qualité; mise à jour des exigences en matière de tenue des dossiers et des critères d'admissibilité; mise à jour de la section sur la vérification des étalons (ajout d'une référence à la procédure pertinente); mise à jour de la liste des matrices pouvant être analysées et des conditions d'entreposage des échantillons.	

		Section 12	Mise à jour du tableau des révisions	
		Annexe	Chromatogrammes à mettre à jour	

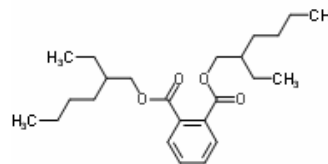
## Annexe I – Structures



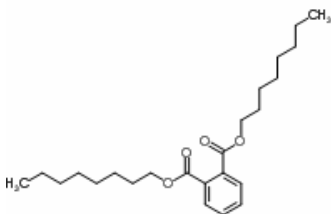
Benzyl butyl phthalate (BBP)



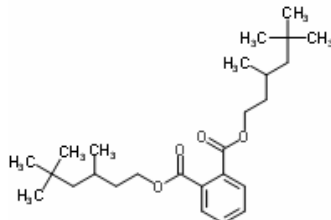
Dibutyl phthalate (DBP)



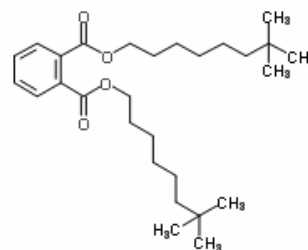
Di-ethyl-hexyl phthalate (DEHP)



Di-n-octyl phthalate (DINP)



Di-iso-nonyl phthalate (DINP)



Di-iso-decyl phthalate (DIDP)

Translator's Note : From top left to bottom right :

Phtalate de benzyle et de butyle (PBB)

Phtalate de dibutyle (PDB)

Phtalate de diéthylhexyle (PDEH)

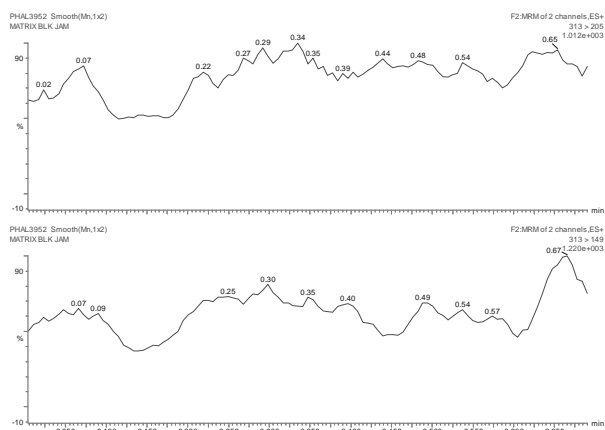
Phtalate de di-*n*-octyle (PDNO)

Phtalate de diisononyle (PDIN)

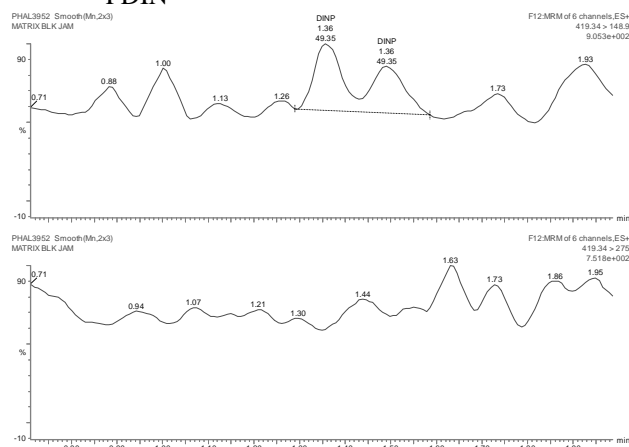
Phtalate de diisodécyle (PDID)

## Annexe II – Chromatogrammes caractéristiques, extrait de confiture, blanc

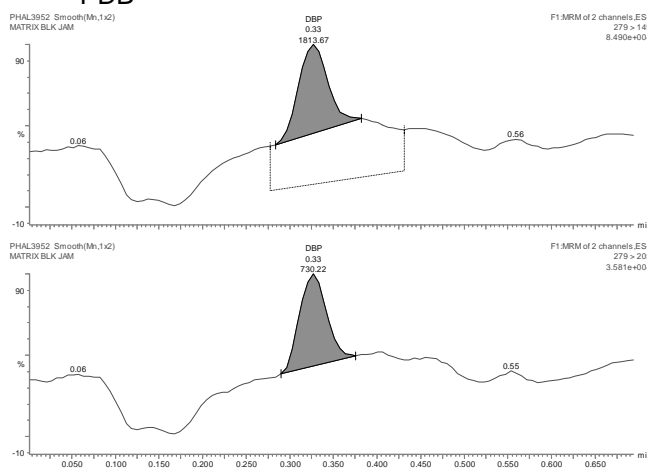
## PBB



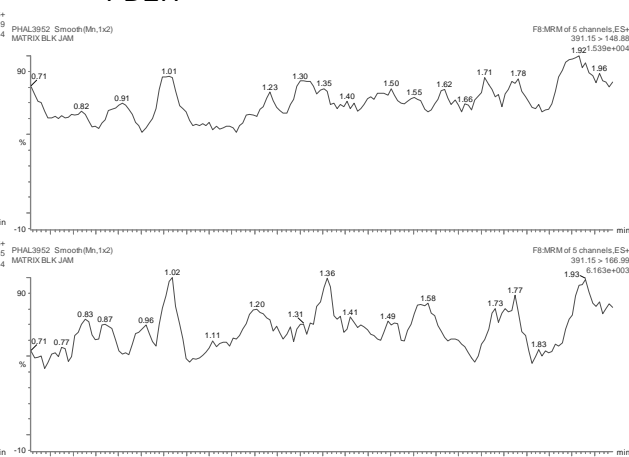
## PDIN



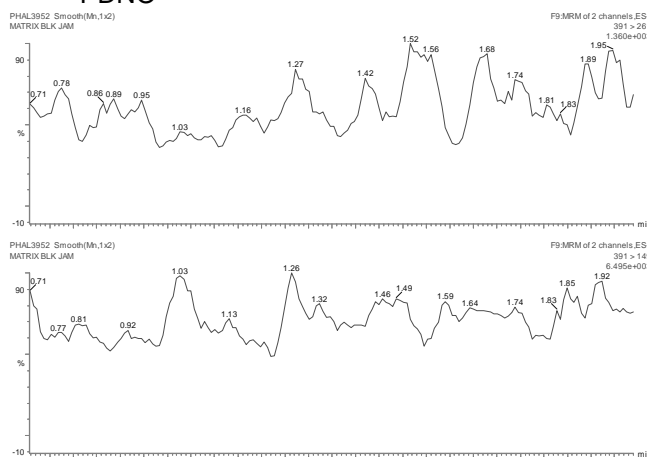
## PDB



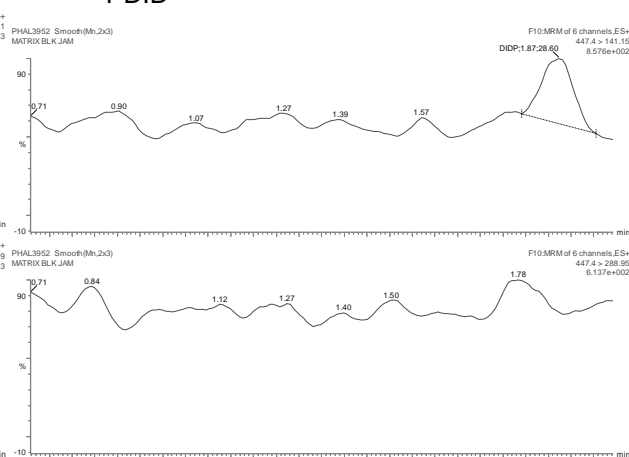
## PDEH



## PDNO



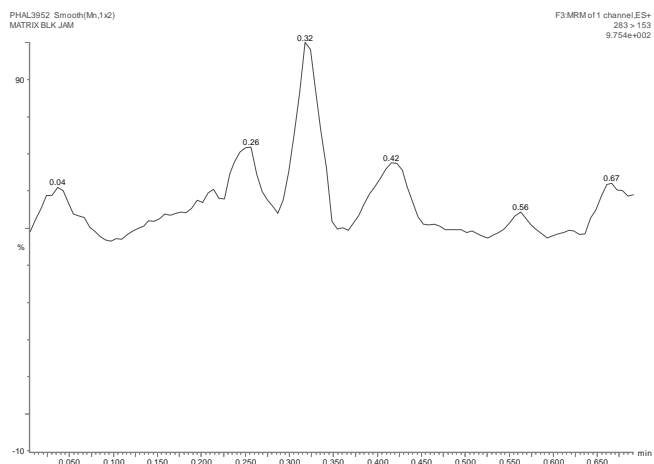
## PDID



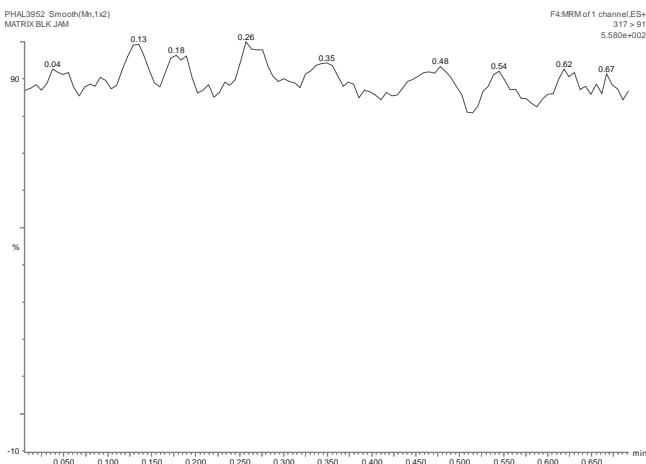


## Annexe II – Chromatogrammes caractéristiques, extrait de confiture, blanc (suite)

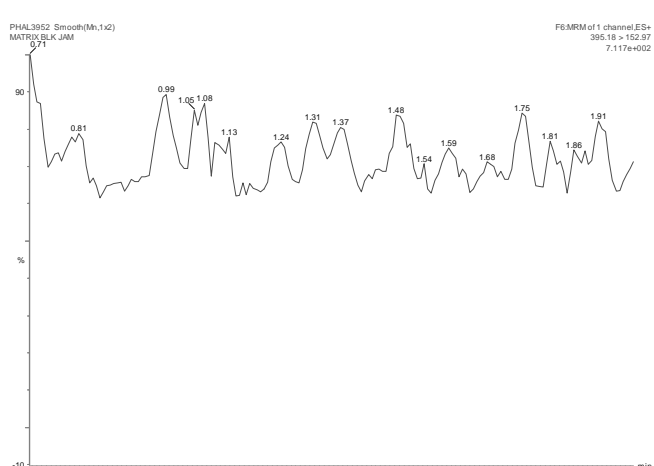
## PDB-d4



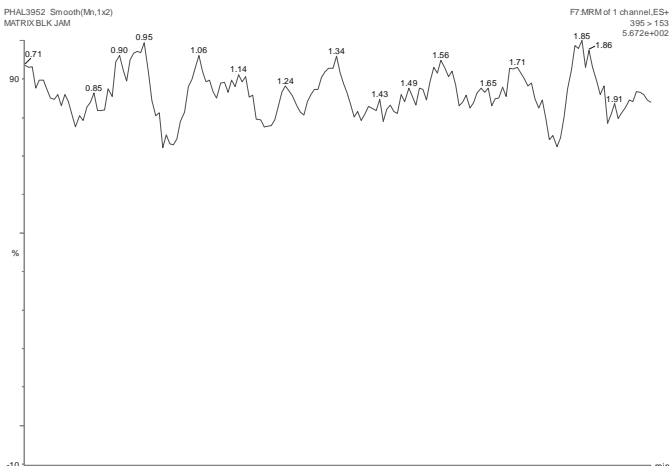
## PBB-d4



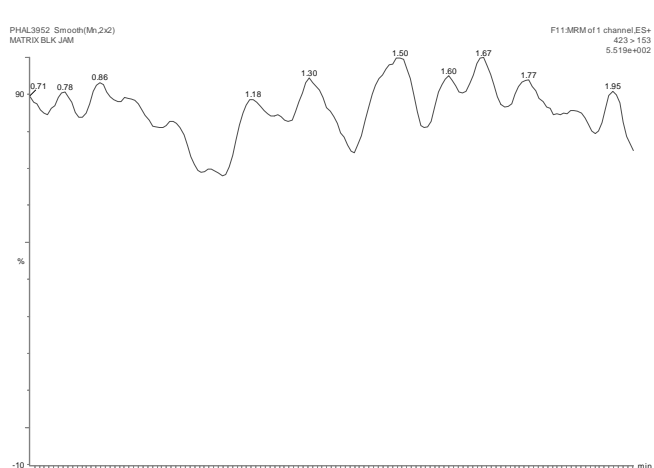
## PDEH-d4



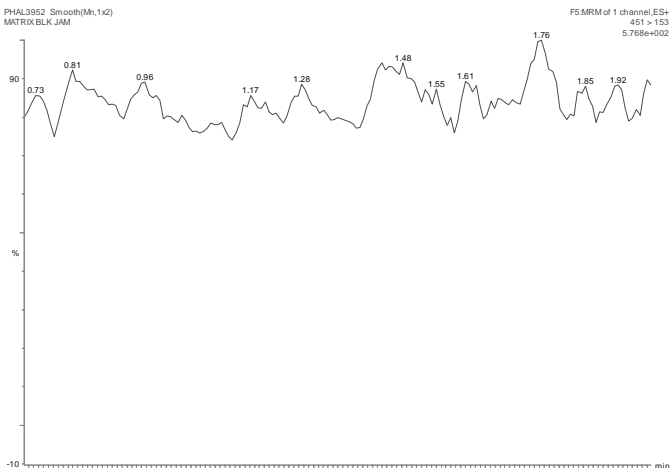
## PDNO-d4



## PDIN-d4

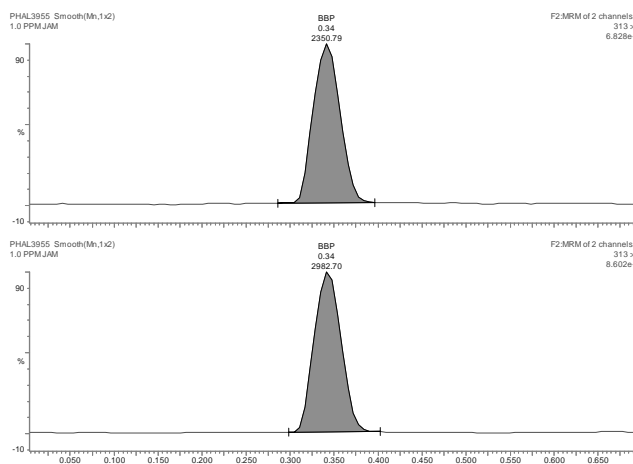


## PDID-d4

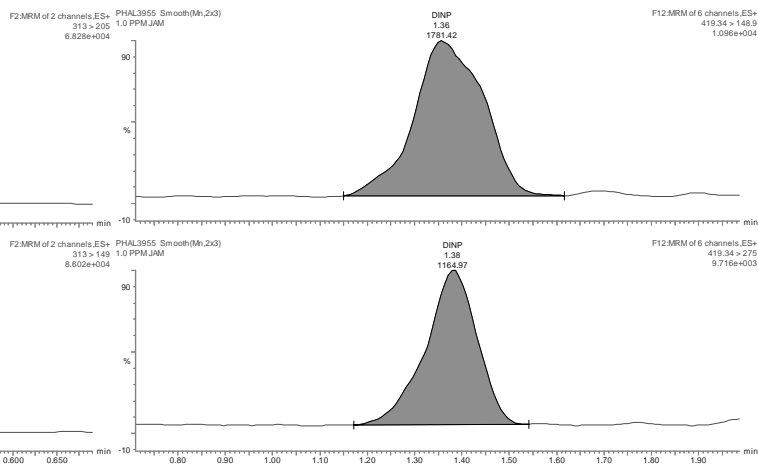


## Annexe II – Chromatogrammes caractéristiques, extrait de confiture, enrichi à 1,0 µg/g, en équivalents de tissus

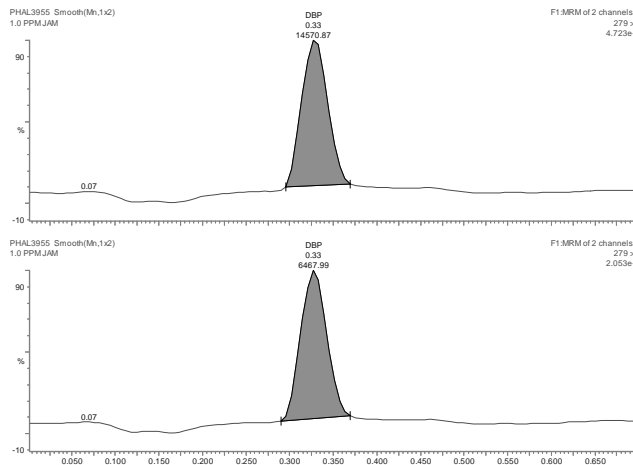
## PBBP



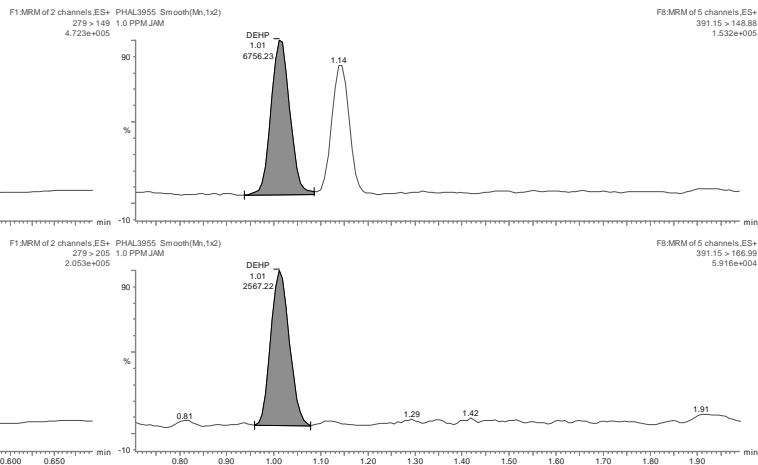
## PDIN



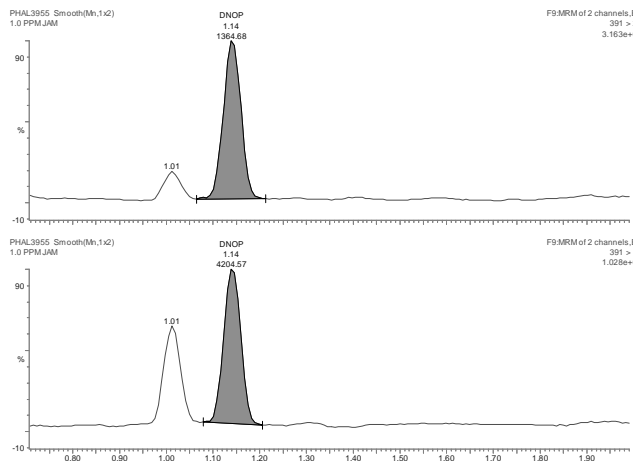
## PDB



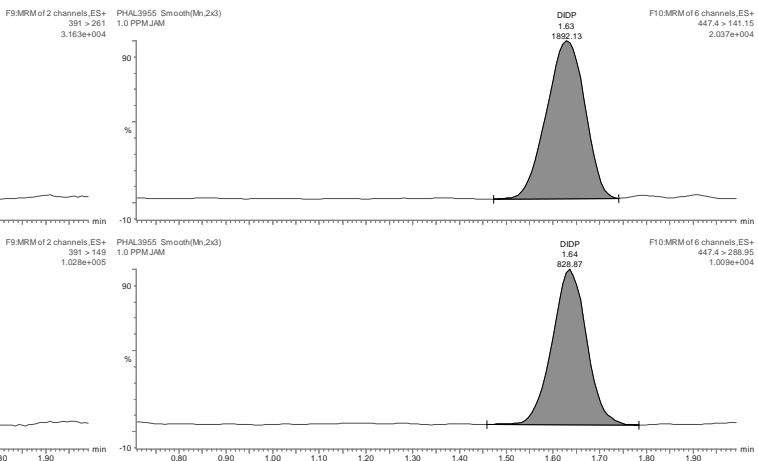
## PDEH



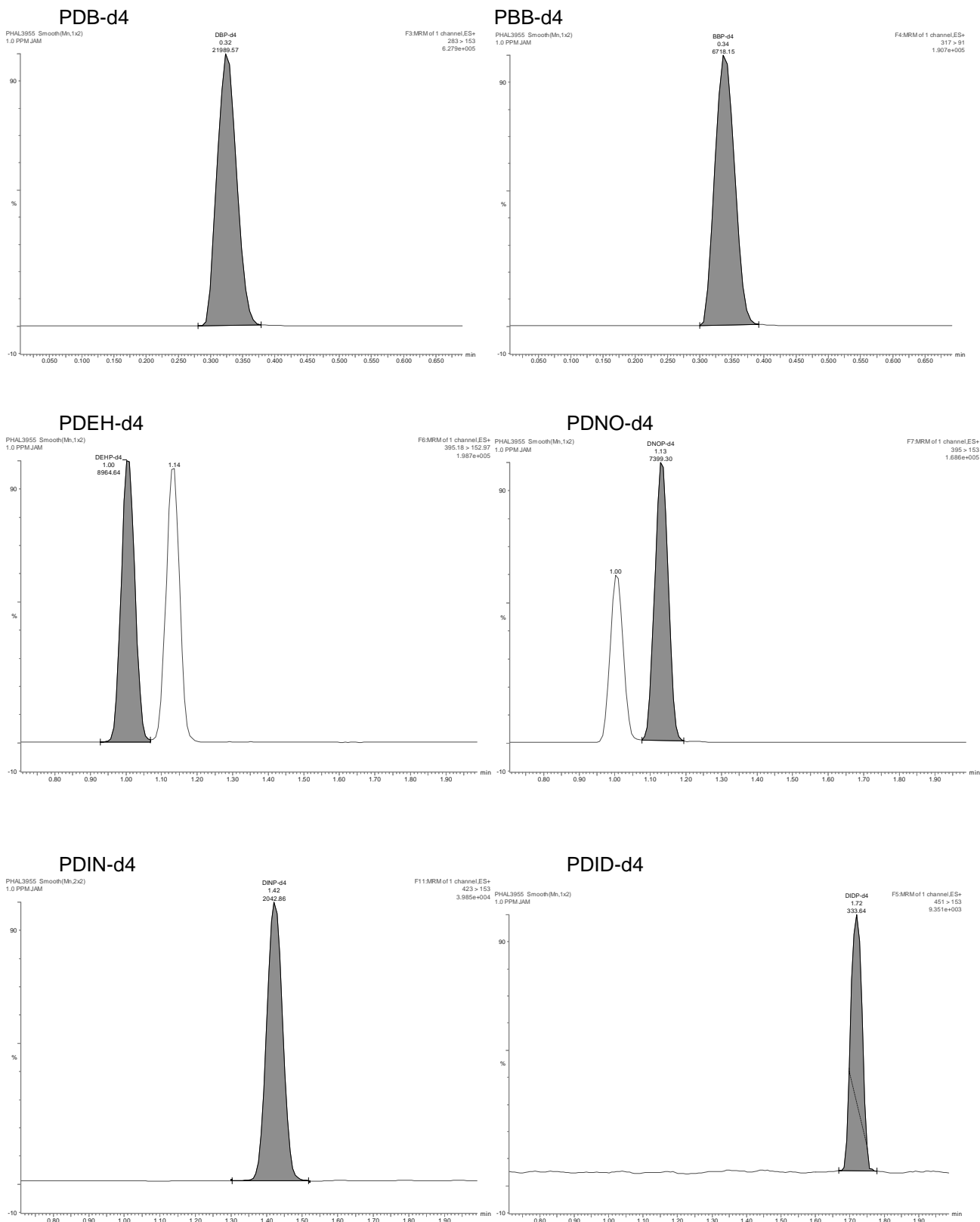
## PDNO



## PDID



## Annexe II - Chromatogrammes caractéristiques, extrait de confiture, enrichi à 1,0 µg/g, en équivalents de tissus (suite)



## ANNEXE B

### BASE DE PAIEMENT

L'entrepreneur sera payé conformément à ce qui suit :

**1. Période du contrat (01-05-2013 au 30-04-2016) :**

**Pour le prélèvement d'échantillons et les essais analytiques des allergènes, des additifs chimiques et des résidus contaminants qui sont décrits aux articles 6, 7, 11.2 et 11.3 et aux tableaux 1 et 2 de l'Énoncé des travaux à l'annexe A :**

Aux prix unitaires fermes par enquête, tout inclus, y compris les coûts associés, mais sans s'y limiter, au prélèvement d'échantillons, à l'expédition et à la manipulation des échantillons, aux essais analytiques, aux produits livrables, aux photos, aux rapports incluant les rapports spéciaux et aux procédures de confirmation, le cas échéant, comme indiqué ci-dessous.

**Coût total estimé pour le prélèvement d'échantillons et les essais analytiques**  
\$ \_\_\_\_\_

	Période du contrat		
	01-05-2013 au 30-04-2014	01-05-2014 au 30-04-2015	01-05-2015 au 30-04-2016
Enquêtes	Prix unitaire ferme tout inclus par Enquête	Prix unitaire ferme tout inclus par Enquête	Prix unitaire ferme tout inclus par Enquête
Acrylamide dans certains aliments			Non requis
Aflatoxines dans certains aliments			
Espèces chimiques d'arsenic dans certains aliments			
Coumarine dans certains aliments			
Colorants pour aliments dans certains aliments			
Fumonisines dans certains aliments			
Furanes (y compris 2- méthylfurane and 3-méthyl furane) dans les aliments traités à la chaleur			
Glycoalcaloïdes dans les pommes de terre			

Mycotoxines multiples dans certains aliments			
PBDE dans certains aliments			
Perchlorate dans certains aliments		Non requis	
PFOS/PFOA dans certains aliments			
Phthalates dans certains aliments			
Allergènes multiples dans des aliments préemballés			
Allergène unique dans des aliments préemballés			

**2. Pour la période d'option 1 (05/01/2016 à 30-04-2017) :**

**Pour le prélèvement d'échantillons et les essais analytiques des allergènes, des additifs chimiques et des résidus contaminants qui sont décrits aux articles 6, 7, 11.2 et 11.3 et aux tableaux 1 et 2 de l'Énoncé des travaux à l'annexe A :**

Aux prix unitaires fermes par enquête, tout inclus, y compris les coûts associés, mais sans s'y limiter, au prélèvement d'échantillons, à l'expédition et à la manipulation des échantillons, aux essais analytiques, aux produits livrables, aux photos, aux rapports incluant les rapports spéciaux et aux procédures de confirmation, le cas échéant, comme indiqué ci-dessous.

**Coût total estimé pour le prélèvement d'échantillons et les essais analytiques**  
\$ \_\_\_\_\_

	Période d'option 1 (01-05-2016 au 30-04-2017)
<b>Enquêtes</b>	<b>Prix unitaire ferme tout inclus par Enquête</b>
Acrylamide dans certaines aliments	Non requis
Aflatoxines dans certains aliments	
Espèces chimiques d'arsenic dans certains aliments	
Coumarine dans certains aliments	
Colorants pour aliments dans certains aliments	
Fumonisines dans certains aliments	
Furanes (y compris 2-méthylfurane and 3-méthyl furane) dans les aliments traités à la chaleur	
Glycoalcaloïdes dans les pommes de terre	Non requis
Mycotoxines multiples dans certains aliments	

PBDE multiples dans certains aliments	
Perchlorate dans certains aliments	Non requis
PFOS/PFOA dans certains aliments	
Phthalates dans certains aliments	
Allergènes multiples dans des aliments préemballés	
Allergène unique dans des aliments préemballés	

**3. Pour la période d'option 2 (05/01/2017 à 30-04-2018) :**  
**Pour le prélèvement d'échantillons et les essais analytiques des allergènes, des additifs chimiques et des résidus contaminants qui sont décrits aux articles 6, 7, 11.2 et 11.3 et aux tableaux 1 et 2 de l'Énoncé des travaux à l'annexe A :**

Aux prix unitaires fermes par enquête, tout inclus, y compris les coûts associés, mais sans s'y limiter, au prélèvement d'échantillons, à l'expédition et à la manipulation des échantillons, aux essais analytiques, aux produits livrables, aux photos, aux rapports incluant les rapports spéciaux et aux procédures de confirmation, le cas échéant, comme indiqué ci-dessous.

**Coût total estimé pour le prélèvement d'échantillons et les essais analytiques**  
**\$ \_\_\_\_\_**

	Période d'option 2 (01-05-2017 au 30-04-2018)
Enquêtes	Prix unitaire ferme tout inclus par Enquête
Acrylamide dans certaines aliments	Non requis
Aflatoxines dans certains aliments	
Espèces chimiques d'arsenic dans certains aliments	
Coumarine dans certains aliments	
Colorants pour aliments dans certains aliments	
Fumonisines dans certains aliments	
Furanes (y compris 2-méthylfurane and 3-méthyl furane) dans les aliments traités à la chaleur	
Glycoalcaloïdes dans les pommes de terre	Non requis
Mycotoxines multiples dans certains aliments	
PBDE multiples dans certains aliments	
Perchlorate dans certains aliments	Non requis
PFOS/PFOA dans certains aliments	
Phthalates dans certains aliments	
Allergènes multiples dans des aliments préemballés	
Allergène unique dans des aliments préemballés	

**Pour la portion des autorisations de tâches :**

**4. Pour les enquêtes optionnelles :**

**Pour le prélèvement d'échantillons additionnels et les essais analytiques supplémentaires pour l'enquête, sur demande, pendant la durée du contrat et les périodes optionnelles qui sont décrits à l'article 14.1.1. 11.2 et 11.3 et au tableau 3 de l'Énoncé des travaux à l'annexe A :**

Aux prix unitaires fermes tout inclus, y compris les coûts associés, mais sans s'y limiter, au prélèvement d'échantillons, à l'expédition et à la manipulation des échantillons, aux essais analytiques, aux produits livrables, aux photos, aux rapports incluant les rapports spéciaux et aux procédures de confirmation, le cas échéant, comme indiqué ci-dessous.

**Coût total estimé pour les enquêtes optionnelles \$\_\_\_\_\_:**

	Durée du contrat			Période d'option 1	Période d'option 2
	01-05-2013 au 30-04-2014	01-05-2014 au 30-04-2015	01-05-2015 au 30-04-2016	01-05-2016 au 30-04-2017	01-05-2017 au 30-04-2018
Nom de l'Enquête	Prix unitaire ferme tout inclus par Enquête	Prix unitaire ferme tout inclus par Enquête	Prix unitaire ferme tout inclus par Enquête	Prix unitaire ferme tout inclus par Enquête	Prix unitaire ferme tout inclus par Enquête
Aflatoxines dans certains aliments					
Espèces chimiques d'arsenic dans certains aliments					
Coumarine dans certains aliments					
Colorants alimentaires dans certains aliments					
Fumonisines dans certains aliments					
Furanes (y compris les 2-méthyle-furane et les 3-méthyle- furane) dans les aliments traités à la chaleur					
Analyse de mycotoxines multiples dans certains aliments					
PBDE dans certains aliments					
PFOS/PFOA dans certains aliments					
Phtalates dans certains aliments					
Allergènes multiples non déclarés dans des aliments préemballés					
Allergène unique non déclaré dans des aliments préemballés					

**5. Pour les services de témoignage d'expert, sur demande, en conformité avec l'article 11.4.2 de l'énoncé des travaux à l'annexe A :**

Àux taux journaliers fermes tout inclus, comme indiqué ci-dessous:

**Coût total estimé pour les services de témoignage d'expert:** \_\_\_\_\_ \$

Durée du contrat			Période d'option 1	Période d'option 2
01-05-2013 au 30-04-2014	01-05-2014 au 30-04-2015	01-05-2015 au 30-04-2016	01-05-2016 au 30-04-2017	01-05-2017 au 30-04-2018
Taux journalier <sup>1</sup> ferme tout inclus	Taux journalier <sup>1</sup> ferme tout inclus	Taux journalier <sup>1</sup> ferme tout inclus	Taux journalier <sup>1</sup> ferme tout inclus	Taux journalier <sup>1</sup> ferme tout inclus

<sup>1</sup> Définition d'un jour / Calcul proportionnel: Une journée est définie à 7,5 heures, à l'exclusion des pauses-repas. Le paiement sera effectué pendant des jours effectivement travaillés sans provision pour les congés annuels, les jours fériés et les congés de maladie. Temps de travail (jours travaillés, dans la formule ci-dessous) qui est moins d'une journée sera calculé au prorata pour tenir compte du temps de travail effectif conformément à la formule suivante:

Jour de travail = heures travaillées  
7,5 heures par jour

**(b) Frais de voyage et de séjour:**

L'entrepreneur sera remboursé pour ses frais de déplacement et de subsistance raisonnablement et convenablement engagés dans l'exécution des travaux liés aux témoignages d'experts, au prix coûtant, sans aucune indemnité pour le profit et / ou les frais administratifs généraux, conformément aux indemnités de repas, des véhicules privés et accessoires énumérées dans les annexes B, C et D de la directive <http://www.njc-cnm.gc.ca/directive/travel-voyage/index-eng.php>, et les autres dispositions de la directive se référant aux «voyageurs» plutôt que celles qui se rapportent aux «employés», sont applicables.

Tout déplacement doit avoir l'autorisation au préalable de l'autorité technique.

Tous les paiements sont assujettis à une vérification gouvernementale.

**Coût total estimé pour les frais de voyage et de subsistance:** \_\_\_\_\_ \$

**6. Pour les services d'enquêtes supplémentaires, sur demande, en conformité avec l'article 11.4.3 et 11.2 et 11.3 de l'énoncé des travaux à l'annexe A :**

Aux taux horaires fermes tout inclus, y compris les coûts associés, mais sans s'y limiter, au prélèvement d'échantillons, à l'expédition et à la manipulation des échantillons, aux essais analytiques, aux produits livrables, aux photos, aux rapports incluant les rapports spéciaux et aux procédures de confirmation, le cas échéant, comme indiqué ci-dessous.



**Coût total estimé pour les services d'enquêtes supplémentaires \$**

Durée du contrat			Période d'option 1	Période d'option 2
01-05-2013 au 30-04-2014	01-05-2014 au 30-04-2015	01-05-2015 au 30-04-2016	01-05-2016 au 30-04-2017	01-05-2016 au 30-04-2017
Taux horaire ferme tout inclus	Taux horaire ferme tout inclus	Taux horaire ferme tout inclus	Taux horaire ferme tout inclus	Taux horaire ferme tout inclus

**7. Pour les services d'essais analytiques supplémentaires, sur demande, en conformité avec l'article 11.4.2, 11.2 et 11.3 de l'énoncé des travaux à l'annexe A :**

Aux taux horaires fermes tout inclus, y compris les coûts associés, mais sans s'y limiter, aux essais analytiques, aux produits livrables, aux photos, aux rapports incluant les rapports spéciaux et aux procédures de confirmation, le cas échéant, comme indiqué ci-dessous.

**Coût total estimé pour les services d'essais analytiques supplémentaires \$**

Durée du contrat			Période d'option 1	Période d'option 2
01-05-2013 au 30-04-2014	01-05-2014 au 30-04-2015	01-05-2015 au 30-04-2016	01-05-2016 au 30-04-2017	01-05-2016 au 30-04-2017
Taux horaire ferme tout inclus	Taux horaire ferme tout inclus	Taux horaire ferme tout inclus	Taux horaire ferme tout inclus	Taux horaire ferme tout inclus

**Coût total prévu à une limitation des dépenses: \_\_\_\_\_**  
**TPS / TVH en sus, le cas échéant**

## ANNEXE C

### EXIGENCES EN MATIÈRE D'ASSURANCES

#### 1. Assurance de responsabilité civile commerciale

- 1.1 L'entrepreneur doit souscrire et maintenir pendant toute la durée du contrat une police d'assurance responsabilité civile commerciale d'un montant équivalant à celui habituellement fixé pour un contrat de cette nature; toutefois, la limite de responsabilité ne doit pas être inférieure à 2 000 000\$ par accident ou par incident et suivant le total annuel.
- 1.2 La police d'assurance responsabilité civile commerciale doit comprendre les éléments suivants
- (a) Assuré additionnel : Le Canada est désigné comme assuré additionnel, mais seulement en ce qui concerne les responsabilités qui peuvent découler de l'exécution du contrat par l'entrepreneur. L'intérêt du Canada devrait se lire comme suit : Le Canada, représenté par Travaux publics et Services gouvernementaux Canada.
  - (b) Blessures corporelles et dommages matériels causés à des tiers découlant des activités de l'entrepreneur.
  - (c) Produits et activités complétées : Couverture pour les blessures corporelles et dommages matériels découlant de biens ou de produits fabriqués, vendus, manipulés ou distribués par l'entrepreneur, ou découlant des activités complétées par l'entrepreneur.
  - (d) Préjudice personnel : Sans s'y limiter, la couverture doit comprendre la violation de la vie privée, la diffamation verbale ou écrite, l'arrestation illégale, la détention ou l'incarcération et la diffamation.
  - (e) Responsabilité réciproque/Séparation des assurés : Sans augmenter la limite de responsabilité, la police doit couvrir toutes les parties assurées dans la pleine mesure de la couverture prévue. De plus, la police doit s'appliquer à chaque assuré de la même manière et dans la même mesure que si une police distincte avait été émise à chacun d'eux.
  - (f) Responsabilité contractuelle générale : La police doit, sur une base générale ou par renvoi explicite au contrat, couvrir les obligations assumées en ce qui concerne les dispositions contractuelles.
  - (g) Les employés et (s'il y a lieu) les bénévoles doivent être désignés comme assurés additionnels.
  - (h) Responsabilité de l'employeur (ou confirmation que tous les employés sont protégés par la Commission de la sécurité professionnelle et de l'assurance contre les accidents du travail (CSPAAT) ou par un programme semblable).
  - (i) Formule étendue d'assurance contre les dommages, comprenant les activités complétées : Couvre les dommages matériels de manière à inclure certains sinistres qui seraient autrement exclus en vertu de la clause d'exclusion usuelle de garde, de contrôle ou de responsabilité faisant partie d'une police d'assurance type.
  - (j) Avis d'annulation : L'assureur s'efforcera de donner à l'autorité contractante un avis écrit de trente (30) jours en cas d'annulation de la police.
  - (k) S'il s'agit d'une police sur la base des réclamations, la couverture doit être valide pour une période minimale de douze (12) mois suivant la fin ou la résiliation du contrat.

- (l) Responsabilité civile indirecte du propriétaire ou de l'entrepreneur : Couvre les dommages découlant des activités d'un sous-traitant que l'entrepreneur est juridiquement responsable de payer.
- (m) Droits de poursuite : Conformément à l'alinéa 5 d) de la Loi sur le ministère de la Justice, L.R.C. 1993, ch. J-2, art. 1, si une poursuite est intentée par ou contre le Canada et que, indépendamment de la présente clause, l'assureur a le droit d'intervenir en poursuite ou en défense au nom du Canada à titre d'assuré additionnel désigné en vertu de la police d'assurance, l'assureur doit communiquer promptement avec le Procureur général du Canada, par lettre recommandée ou par service de messagerie, avec accusé de réception, pour s'entendre sur les stratégies juridiques.

Pour la province de Québec, envoyer à l'adresse suivante :

Directeur  
Direction du droit des affaires  
Bureau régional du Québec (Ottawa)  
Ministère de la Justice  
284, rue Wellington, pièce SAT-6042  
Ottawa (Ontario) K1A 0H8

Pour les autres provinces et territoires, envoyer à l'adresse suivante :

Avocat général principal  
Section du contentieux des affaires civiles  
Ministère de la Justice  
234, rue Wellington, Tour de l'Est  
Ottawa (Ontario) K1A 0H8

Une copie de cette lettre doit être envoyée à l'autorité contractante à titre d'information. Le Canada se réserve le droit d'intervenir en codéfense dans toute poursuite intentée contre le Canada. Le Canada assumera tous les frais liés à cette codéfense. Si le Canada décide de participer à sa défense en cas de poursuite intentée contre lui et qu'il n'est pas d'accord avec un règlement proposé et accepté par l'assureur de l'entrepreneur et les plaignants qui aurait pour effet de donner lieu à un règlement ou au rejet de l'action intentée contre le Canada, ce dernier sera responsable envers l'assureur de l'entrepreneur pour toute différence entre le montant du règlement proposé et la somme adjugée ou payée en fin de compte (coûts et intérêts compris ou en sus) au nom du Canada.

## **2. Assurance responsabilité contre les erreurs et les omissions**

- 2.1 L'entrepreneur doit souscrire et maintenir pendant toute la durée du contrat une assurance responsabilité contre les erreurs et les omissions (également appelée assurance responsabilité civile professionnelle) d'un montant équivalant à celui habituellement fixé pour un contrat de cette nature; toutefois, la limite de responsabilité ne doit en aucun cas être inférieure à 1 000 000 \$ par sinistre et suivant le total annuel, y compris les frais de défense.
- 2.2 S'il s'agit d'une police sur la base des réclamations, la couverture doit être valide pour une période minimale de douze (12) mois suivant la fin ou la résiliation du contrat.
- 2.3 L'avenant suivant doit être compris :

Avis d'annulation : L'assureur s'efforcera de donner à l'autorité contractante un avis écrit de trente (30) jours en cas d'annulation de la police.

ANNEXE D

FORMULAIRE D'AUTORISATION DE TÂCHE

N° DE DOSSIER DE TPSGC: \_\_\_\_\_ N° DE SÉRIE DU CONTRAT: \_\_\_\_\_

N° DE LA TÂCHE : \_\_\_\_\_ N° DE LA MODIFICATION: \_\_\_\_\_

TITRE : \_\_\_\_\_

BUT DE LA MODIFICATION, S'IL Y A LIEU:

\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

1. **DESCRIPTION DES TRAVAUX :** Comme suit \_\_\_\_\_ Voir ci-joint \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

**Produits à livrer :** Comme suit \_\_\_\_\_ Voir ci-joint \_\_\_\_\_

\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

**Date(s) de livraison :**

\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

\*\*\*\*\*

2. **VENTILATION DES COÛTS**

A. **Pour une enquête optionnelle :**

Aux prix unitaires fermes tout inclus pour (*Insérer l'enquête optionnelle*), y compris les coûts associés, mais sans s'y limiter, au prélèvement d'échantillons, à l'expédition et à la manipulation des échantillons, aux essais analytiques, aux produits livrables, aux photos, aux rapports incluant les rapports spéciaux et aux procédures de confirmation, le cas échéant.

Coût total estimé pour l'enquête optionnelle \$ \_\_\_\_\_:

B. **Pour les services de témoignage d'expert :**

(a) **Main-d'œuvre:**

Aux taux journaliers fermes tout inclus de \$ \_\_\_\_\_ pour un nombre de \_\_\_\_\_ jours.

Coût total estimé pour les services de témoignage d'expert: \_\_\_\_\_

**(b) Frais de déplacements et de subsistance** : au prix coûtant, sans aucune indemnité pour le profit et (ou) les frais administratifs généraux, conformément aux indemnités relatives aux repas, à l'utilisation d'un véhicule privé et aux faux frais qui sont précisées aux appendices B, C et D de la Directive sur les voyages du Conseil du Trésor [http://www.tbs-sct.gc.ca/hr-rh/gtla-vgcl/index\\_f.asp](http://www.tbs-sct.gc.ca/hr-rh/gtla-vgcl/index_f.asp), et selon les autres dispositions de la Directive qui se rapportent aux "voyageurs", plutôt que celles qui se rapportent aux "employés". Tout déplacement doit être approuvé au préalable par le responsable technique. Tous les paiements sont assujettis à une vérification par le gouvernement.

Coût total estimatif des frais de déplacement et de subsistance : \_\_\_\_\_ \$

**C. Pour les services d'enquêtes supplémentaires:**

Au taux horaire ferme tout inclus pour un nombre estimatif de \_\_\_\_\_ d'heures.

Coût total estimé pour les services d'enquêtes supplémentaires \$ \_\_\_\_\_

**D. Pour les services d'essais analytiques supplémentaires**

Au taux horaire ferme tout inclus pour un nombre estimatif de \_\_\_\_\_ d'heures.

Coût total estimé pour les services d'essais analytiques supplémentaires \$ \_\_\_\_\_

**COÛT TOTAL ESTIMATIF : \_\_\_\_\_ \$**  
**(TPS/TVH en sus, selon le cas)**

**3. BASE DE PAIEMENT**

\_\_\_\_\_ Limitation des dépenses : \_\_\_\_\_ \$ (TPS/TVH en sus)

**4. MODALITÉS DE PAIEMENT :**

\_\_\_\_\_ Paiement mensuels

\*\*\*\*\*

**5.0 APPROBATIONS**

APPROBATION : \_\_\_\_\_  
Responsable technique Signature Date

APPROBATION : \_\_\_\_\_  
(s'il y a lieu) Finances/administration (client) Signature Date

APPROBATION : \_\_\_\_\_  
Autorité contractante de TPSGC Signature Date