

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE MOHAMED BOUDIAF - M'SILA

FACULTE DES
SCIENCES DEPARTEMENT :
MICROBIOLOGIE ET BIOCHIMIE

N° /2025



DOMAINE : SCIENCES DE LA
NATURE ET DE LA VIE

FILIERE : SIENCE ALIMENTAIRE
OPTION : QUALITE DES
PRODUITS ET SECURITE
ALIMENTAIRE

Mémoire présenté pour l'obtention Du diplôme de Master
Professionnel

Par : AKBACHE SABIHA, CHARHABIL HIBA

Intitulé :

**Mycotoxines : méthodes d'extraction, techniques d'analyse et apport
de l'intelligence artificielle dans leur détection**

Soutenu devant le jury composé de :

Dr. Mourad GUETOUACHE	Université Mohamed Boudiaf M'sila	Président
Dr. Yamina BEN MIRI	Université Mohamed Boudiaf M'sila	Rapporteur
Dr. Mounira ARIECH	Université Mohamed Boudiaf M'sila	Examineur

Année universitaire : 2024-2025.

Remerciements

Tout d'abord, nous tenons à remercier "Allah" qui éclaire mes chemins, qui nous a donné la force, la volonté et la patience de réaliser ce modeste travail.

Ce mémoire est l'aboutissement d'un long processus ; au terme de celui-ci, nous devons remercier :

Notre directrice de mémoire, Dr. YAMINA BEN MIRI, Professeur à l'Université Mohamed Boudiaf, M'sila, pour avoir dirigé ce mémoire et pour ses qualités scientifiques et humaines. Nous tenons à ce qu'elle trouve ici l'expression de nos sincères remerciements pour son attention et sa minutie. Pour son attention et sa relecture minutieuse de ce travail, qui nous a sans doute qui nous a sans doute permis de préciser notre objectif. Merci pour votre disponibilité, votre travail et vos conseils avisés. Veuillez accepter ce faible témoignage de notre profond respect.

Le président du jury, **Dr. MOURAD GUETOUACHE**, Professeur à l'Université Mohamed Boudiaf, M'sila, pour avoir accepté de lire ce manuscrit et de nous avoir fait l'honneur de présider le jury de ce mémoire . Nous en sommes très touchés et honorés. Veuillez accepter nos très sincères remerciements.

Dr. MOUNIRA ARIECH, Professeur à l'Université Boudiaf, M'sila, pour l'intérêt que vous avez bien voulu porter à ce travail en acceptant de le juger. Veuillez trouver ici le témoignage de notre sincère gratitude et de mon profond respect.

A tous ceux qui nous ont accompagnés et qui nous ont tendu la main tout au long de ce travail.

Dédicace

Nous exprimons nos plus sincères remerciements à Dieu Tout-Puissant pour Sa guidance, Sa miséricorde et Sa bienveillance, qui nous ont accompagnés tout au long de ce travail. Sans Son soutien, la réalisation de ce mémoire n'aurait pas été possible. Nous dédions ce travail À nos parents, pour leur amour inconditionnel, leurs prières et leur soutien moral indéfectible, À nos familles, pour leur patience, leur compréhension et leur encouragement constant, À nos amis et collègues, pour leur présence, leur entraide et leur motivation tout au long de ce parcours. À toutes celles et ceux qui ont cru en nous, ce mémoire est l'expression de notre profonde reconnaissance et de notre gratitude sincère.

Résumé

Les mycotoxines sont des substances toxiques produites par certains moisissures qui contaminent divers produits alimentaires, représentant un danger majeur pour la santé humaine. La détection rapide et précise de ces toxines est essentielle pour garantir la sécurité alimentaire. Les méthodes traditionnelles comme la chromatographie liquide couplée à la spectrométrie de masse (HPLC-MS) sont très fiables, mais elles sont coûteuses et longues, ce qui limite leur utilisation sur le terrain ou dans les analyses de routine. Pour pallier ces limites, des techniques de détection rapide ont été développées, telles que les kits d'immuno-analyse (ELISA), la spectroscopie dans le proche infrarouge (NIR) et la fluorescence. Ces méthodes sont appréciées pour leur rapidité, leur facilité d'utilisation et leur coût réduit. La fluorescence, en particulier, se distingue par sa sensibilité aux changements structuraux des mycotoxines sous lumière UV, permettant une détection efficace en temps réel. Cependant, il reste nécessaire d'atteindre un équilibre entre sensibilité, précision et simplicité, notamment pour les applications sur le terrain. Par ailleurs, l'apparition de nouvelles mycotoxines et l'évolution des profils de contamination, influencées par les changements climatiques et les pratiques agricoles, nécessitent un développement continu des technologies de détection. Récemment, l'analyse multiplexée et l'intégration de l'intelligence artificielle (comme les modèles d'apprentissage profond et les réseaux neuronaux) apparaissent comme des solutions prometteuses pour améliorer la surveillance des mycotoxines.

Mots-clés : mycotoxines, contamination fongique, toxicité, méthodes analytiques, intelligence artificielle, sécurité alimentaire.

Abstract

Mycotoxins are toxic substances produced by certain molds that contaminate various food products, posing a major threat to human health. Rapid and accurate detection of these toxins is essential to ensure food safety. Traditional methods such as liquid chromatography coupled with mass spectrometry (HPLC-MS) are highly reliable, but they are expensive and time-consuming, which limits their use in the field or for routine analyses. To overcome these limitations, rapid detection techniques have been developed, such as immunoassay kits (ELISA), near-infrared spectroscopy (NIR), and fluorescence. These methods are appreciated for their speed, ease of use, and lower cost. Fluorescence, in particular, stands out due to its sensitivity to structural changes in mycotoxins under UV light, allowing for effective real-time detection. However, it remains necessary to achieve a balance between sensitivity, accuracy, and simplicity, especially for field applications. Moreover, the emergence of new mycotoxins and the evolution of contamination profiles—driven by climate change and agricultural practices—require the continuous development of detection technologies. Recently, multiplex analysis and the integration of artificial intelligence (such as deep learning models and neural networks) have emerged as promising solutions to enhance mycotoxin monitoring.

Key-words: mycotoxins, fungal contamination, toxicity, analytical methods, artificial intelligence, food safety.

ملخص

السموم الفطرية هي مواد سامة تنتجها بعض أنواع العفن، وتلوث مختلف المنتجات الغذائية، مما يشكل خطراً كبيراً على صحة الإنسان. تُعدّ عملية الكشف السريع والدقيق عن هذه السموم ضرورية لضمان سلامة الغذاء. تُعتبر الطرق التقليدية مثل الكروماتوغرافيا السائلة المقترنة بمطياف الكتلة (HPLC-MS) موثوقة للغاية، لكنها مكلفة وتستغرق وقتاً طويلاً، مما يحد من استخدامها في الميدان أو في التحاليل الروتينية. ولتجاوز هذه القيود، تم تطوير تقنيات للكشف السريع مثل أطقم التحاليل المناعية (ELISA)، والتحليل الطيفي في مجال الأشعة تحت الحمراء القريبة (NIR)، والفلورة. وتُقدّر هذه الطرق لسرعتها وسهولة استخدامها وتكلفتها المنخفضة. وتتميز تقنية الفلورة بشكل خاص بحساسيتها للتغيرات البنيوية في الميكوتوكسينات عند تعريضها للأشعة فوق البنفسجية، مما يسمح بالكشف الفعّال عنها في الوقت الحقيقي. ومع ذلك، لا يزال من الضروري تحقيق توازن بين الحساسية والدقة والبساطة، خصوصاً في التطبيقات الميدانية. بالإضافة إلى ذلك، فإن ظهور ميكوتوكسينات جديدة وتطور أنماط التلوث نتيجة التغيرات المناخية والممارسات الزراعية، يتطلبان تطويراً مستمراً لتقنيات الكشف. ومؤخراً، بدأت تحظى تقنيات التحليل المتعدد ودمج الذكاء الاصطناعي (مثل نماذج التعلم العميق والشبكات العصبية) باهتمام متزايد، كحلول واعدة لتحسين مراقبة الميكوتوكسينات.

الكلمات الرئيسية: السموم الفطرية، التلوث الفطري، السمية، الطرق التحليلية، الذكاء الاصطناعي، السلامة الغذائية.

Remerciements

Dédicace

Résumé

Abstract

ملخص

Listes des abriviations

Listes des tableaux

Listes des figures

Introduction.....1

Synthèse bibliographique.....5

I. Généralité sur et les moisissure et les mycotoxines..... 6

I .1 Les moisissures..... 6

I .2 Les mycotoxines 8

I .2.1 Définition 8

I.2.2 Classification des mycotoxines..... 10

I.2.3 Autre type des mycotoxines 16

I.2.4 Moisissures productrices de mycotoxines..... 20

I.2.5 Conditions favorables à la production de mycotoxines..... 23

I.2.6 Règlementation et impact économique liés aux mycotoxines 28

I.2.7 Impact des mycotoxines sur l'alimentation humaine et animale : 30

I.2.8 Prévention et moyens de lutte des mycotoxines dans les aliments : 32

I.2.8.1 Le système HACCP.....35

I.2.8.2 Méthodes chimiques et physiques.....35

I.2.8.3 Méthodes biologiques.....37

I.2.8.4 Méthodes naturelles37

I.2.8.5 Nouvelles méthodes	39
II. Méthodes d'extraction et de quantification des mycotoxines	42
II.1 Méthodes de préparation des échantillons.....	43
II.2 Méthodes conventionnelles utilisées	45
II.3 Méthodes basées sur l'extraction en phase solide.....	47
II.3.1 Extraction en phase solide	47
II.3.1.1. Évolution des matériaux dans les colonnes SPE	49
II.3.2. Extraction par phase solide magnétique	51
II.3.2.1 Polymères à empreintes moléculaires (MIP)	52
II.3.3 Micro-extraction en phase solide	54
II.3.4 Extraction solide-liquide (ESL)	55
II.4 Perspectives fondées sur l'extraction liquide-liquide.....	55
II.4.1 Extraction liquide-liquide assistée par la salinité (SALLE).....	56
II.4.2 Microextraction liquide à une seule goutte (SDLLME).....	56
II.4.3 Utilisation de la micro extraction dispersive liquide-liquide (DLLME)	57
II.5 Extraction des échantillons par la méthode QuEChERS.....	58
II.6 Dispersion de la phase solide dans la matrice.....	59
II.7 Méthodes alternatives	59
II.8 Analyse et détection des principales mycotoxines dans les aliments	60
II.8.1 Techniques analytiques pour l'analyse et la détection des mycotoxines	60
II.8.2 Méthodes de diagnostic rapide pour la détection des mycotoxines	62
II.8.2.1.1 Immunodosages à flux latéral et à traversée de membrane (LFIA, FTIA)	65
II.8.2.1.2 Immunodosage par injection en flux (FIIA).....	67
II.8.2.1.3 Immunodosage par chimiluminescence (CLIA)	67
II.8.2.1.4 Immunodosage par polarisation de fluorescence (FPIA).....	68

II.8.2.1.5 Dosages fluorimétriques	69
II.8.3 Biocapteurs pour la détection des mycotoxines.....	74
II.8.3.1 Biocapteurs électrochimiques pour la détection des mycotoxines.....	75
II.8.3.1.1 Types de capteurs électrochimiques.....	75
II.8.3.1.2 Intégration aux technologies mobiles.....	76
II.8.3.1.3 Avantages par rapport aux méthodes conventionnelles.....	76
II.8.3.1.4 Architecture d'un biocapteur électrochimique	76
II.8.3.1.5 Techniques de transduction électrochimique.....	77
II.8.3.1.6 Formation relative aux aptamères.....	77
II.8.3.1.7 Rôle des nanomatériaux	78
II.8.3.2 Biocapteurs optiques pour la détection des mycotoxines	79
II.8.3.3 Biocapteurs piézoélectriques pour la détection des mycotoxines	80
II.8.3.3.1 Microbalance à cristal de quartz (QCM).....	81
II.8.3.4 Biocapteurs grammétriques, acoustiques et thermiques	81
II.8.4 Résonance plasmonique de surface (SPR)	82
II.8.5 Électrophorèse en milieu capillaire (EC)	82
II.9 Technologies émergentes dans l'analyse et la détection des mycotoxines	83
II.9.1 Méthodes protéomiques et génomiques	83
II.9.2 Techniques moléculaires.....	85
II.9.3 Polymères à empreinte moléculaire (PEM)	85
II.9.4 Nez électronique	86
II.9.5 Colorants à émission induite par l'agrégation.....	86
II.9.6 Spectroscopie de résonance magnétique nucléaire	87
II.9.7 Imagerie hyperspectrale	88
II.10 Nanotechnologie et nouvelles technologies de détection des mycotoxines	89

III. Techniques d'intelligence artificielle pour la détection des mycotoxines dans les aliments	92
III.1 Utilisation de la métabolomique et du machine learning pour la détection des mycotoxines.....	94
III .2 Apprentissage automatique (Machine learning)	96
III .2.1 Processus typique d'apprentissage automatique	96
III .2.2 Données d'entraînement, de validation et de test	97
III .3 Application de l'apprentissage automatique aux données sur les mycotoxines.....	98
III .3.1 Types de données utilisées dans la détection des mycotoxines	98
III .3.1.1. Données météorologiques.....	98
III .3.1.2 Données agronomiques.....	99
III .3.1.3 Phénologie des cultures et données spécifiques aux cultivars.....	99
III .3.1.4 Données spectrales	100
III .3.1.5 Limitations de l'analyse d'images	100
III .3.2 Réseaux neuronaux.....	101
III .3.2.1 NN appliqués aux données spatio-temporelles.....	101
III .3.2.2 NN appliqués aux données spectrales	102
III .3.2.3 NN avec nez électronique	102
III .3.3 Forêts aléatoires	103
III .4 Augmentation du gradient.....	105
III .4.1 GB pour les données spatio-temporelles.....	106
III 4.2 GB pour les données spectrales	107
III .4.3 Machines à vecteurs de support	108
III .5 SVM pour données spectrales	109
III .6 Autres méthodes d'apprentissage automatique	110
III .6.1 Arbres de décision	110

III .6. 2 Réseaux bayésiens.....	110
III .7 Défis liés à la détection des mycotoxines dans les aliments par l'IA	111
III .8 Impact des techniques d'intelligence artificielle dans la détection des mycotoxines dans les aliments	112
Conclusion et persprctives.....	114
Références.....	117

AA : Apprentissage Automatique .

ACN :Acétonitrile.

AD : Arbre de Décision.

ADL : Analyse Discriminante Linéaire.

ADP : Analyse Discriminante Pénalisée.

AF : Aflatoxines.

AIE :Aggregation-Induced Emission.

AME : Alternariol monométhyl éther.

ANFIS : Adaptive Neuro-Fuzzy Inference System.

ANN : Artificial Neural Network.

AOH : Alternariol.

ATA : Aleucie toxique alimentaire.

ATPS :Aqueous Two-Phase System.

AUC : Area Under the Curve.

AW :Water activity.

BEN :Balkan Endemic Nephropathy.

BPA : Bonnes pratiques agricoles.

BPF : Bonnes pratiques de fabrication.

BPH : Bonnes pratiques d'hygiène.

BPNN : Backpropagation Neural Network.

BSA :Bovine Serum Albumin.

CART : Classification and Regression Trees.

CCD :Charge-Coupled Device.

CCM : Chromatographie sur couche mince.

CE : Communauté européenne.

CE : Électrophorèse capillaire.

CLIA :Chemiluminescence Immunoassay.

CNN : Convolutional Neural Network.

CNTs :Carbon Nanotubes.

CRISPR :Clustered Regularly Interspaced Short Palindromic Repeats.

CV :Cyclic Voltammetry.

DAG : Directed Acyclic Graph.

DCNN : Deep Convolutional Neural Network.

DLLME :Dispersive Liquid-Liquid Microextraction.

DON : Déoxynivalénol.

DPV :Differential Pulse Voltammetry.

DRN : Écart relatif normalize.

DRS : Déviation relative standard.

DSA : 9,10-distyrylanthracène.

ECB :Electrochemical Biosensors.

EFSA :European Food Safety Authority.

EIS :Electrochemical Impedance Spectroscopy.

ELEM :Equine Leukoencephalomalacia.

ELISA :Enzyme-Linked Immunosorbent Assay.

EMDT :Emerging Mycotoxin Detection Technologies.

EQM : Erreur Quadratique Moyenne.

ESL : Extraction solide-liquide.

FAO :Food and Agriculture Organization.

FB1 : Fumonisine B1.

FDA : Food and Drug Administration (États-Unis).

FHB : *Fusarium* Head Blight.

FLD : Fluorescence Detection.

FMN : Fumonisines.

FPIA : Fluorescence Polarization Immunoassay.

FTIA : Flow-Through Immunoassay.

FUM : Fuminosines

GB : Gradient Boosting.

GBM : Gradient Boosting Machine.

GC : Gas Chromatography.

GC-MS : Chromatographie en Phase Gazeuse-Spectrométrie de Masse.

GMB : Gravimetric Biosensors.

GNP : Gold Nanoparticles.

GQD : Graphene Quantum Dot.

HACCP : Hazard Analysis Critical Control Point.

HPLC : Chromatographie en Phase Liquide Haute Performance.

HPLC : High-Performance Liquid Chromatography.

HSI : Hyperspectral Imaging.

IA : Intelligence Artificielle.

IAC : Immunoaffinity Column.

IARC : International Agency for Research on Cancer.

ILs : Ionic Liquids.

JOCE : Journal officiel des Communautés européennes.

LASSO : Least Absolute Shrinkage and Selection Operator.

LC-MS/MS :Liquid Chromatography-Tandem Mass Spectrometry.

LDA : Analyse Discriminante Linéaire.

LFD :Lateral Flow Device.

LFIA :Lateral Flow Immunoassay.

LMM : Lissage à Moyenne Mobile.

LOD :Limit of Detection.

LPME :Liquid-Phase Microextraction.

MAA :Methacrylic Acid.

MAE :Microwave-Assisted Extraction.

MALDI-TOF MS :Matrix-Assisted Laser Desorption/Ionization Time-of-Flight Mass Spectrometry.

MeOH : Méthanol.

MFC :Multi-Functional Column.

MIP :Molecularly Imprinted Polymer.

MISPE :Molecularly Imprinted Solid-Phase Extraction.

ML : Machine Learning.

MLP : Multilayer Perceptron.

MLR : Régression Linéaire Multiple.

MMIP :Magnetic Molecularly Imprinted Polymer.

MPA :Mycophenolic Acid.

MSPD :Matrix Solid-Phase Dispersion.

MSPE :Magnetic Solid-Phase Extraction.

NIR : Near-Infrared Spectroscopy.

NIR :Near-Infrared.

NN : Neural Network.

NPM : Nanoparticules magnétiques.

OB :Optical Biosensors.

OTA : Ochratoxine A.

PAT : Patuline.

PCR :Polymerase Chain Reaction.

PCR-DGGE :Denaturing Gradient Gel Electrophoresis.

PCR-ELISA : PCR couplée à un test ELISA.

PHWE :Pressurized Hot Water Extraction.

PLE :Pressurized Liquid Extraction.

PLS-DA : Analyse Discriminante par Moindres Carrés Partiels.

PNUE : Programme des Nations Unies pour l'environnement.

ppb : Parties par Milliard.

PSA :Primary Secondary Amine.

QCM :Quartz Crystal Microbalance.

qPCR :Quantitative PCR.

QuEChERS :Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, and Safe.

RASFF :Rapid Alert System for Food and Feed.

RB : Réseaux Bayésiens.

RF : Random Forest.

RL : Régression Logistique.

RLP : Régression Logistique Périalisée.

RMN : Résonance Magnétique Nucléaire.

RMSE : Racine de l'Erreur Quadratique Moyenne.

RT-PCR :Reverse Transcription PCR.

RTR : Réseaux de Régulation Transcriptionnelle.

SALLE :Salting-Out Assisted Liquid-Liquid Extraction.

SAMs :Self-Assembled Monolayers.

SDLLME :Single Drop Liquid-Liquid Microextraction.

SELEX :Systematic Evolution of Ligands by Exponential Enrichment.

SPE :Solid-Phase Extraction.

SPME :Solid-Phase Microextraction.

SPR :Surface Plasmon Resonance.

SVM : Support Vector Machine.

SVR : Support Vector Regression.

SWE :Subcritical Water Extraction.

SWIR : Short-Wave Infrared.

SWV :Square Wave Voltammetry.

TEN : Tentoxine.

TPE : Tétraphényléthène.

TCT:Trichothécènes.

TRFLP :TerminalRestriction Fragment Length Polymorphism.

UAATPE :Ultrasound-Assisted Aqueous Two-Phase Extraction.

UE : Union européenne.

VA-DLLME :Vortex-Assisted DLLME.

VIS : Visible.

VNS : Normalisation par Variable Standard.

XGB : Extreme Gradient Boosting.

ZEA/ ZEN: Zéaralénone.

Tableau I : Effets toxiques des mycotoxines dans divers produits alimentaires	18
Tableau II : Quelques exemples de dispositifs à flux latéral pour la détection et la quantification des mycotoxines	66
Tableau III : Aperçu comparatif des méthodes de détection chromatographiques et immunochimiques utilisées dans l'analyse des mycotoxines	70

Figure 1: Cycle de vie des moisissures	7
Figure 2: Structures chimiques des principales mycotoxines	15
Figure 3: Principaux caractères morphologiques des <i>Aspergillus</i>	21
Figure 4: Aspect microscopique des conidies des <i>Fusarium</i>	22
Figure 5: Principaux caractères morphologiques des <i>Penicillium</i>	23
Figure 6: Mycotoxines qui contaminent le plus souvent les céréales avant et après la récolte ...	35
Figure 7: Stratégies conventionnelles de prévention et décontamination des mycotoxines	41
Figure 8 : Procédure des diverses méthodes de prétraitement des échantillons de noix: (A): SPE: MSPD,(C): DLLME,(D): SPME.....	43
Figure 9: Procédure générale MSPE pour l'extraction des analystes	52
Figure 10: Principe d'émission induite par l'agrégation	87
Figure 11 : Schéma fonctionnel représentant le processus d'apprentissage automatique	97

Introduction

En raison de leurs effets délétères, les mycotoxines constituent une préoccupation majeure à l'échelle mondiale et un enjeu crucial pour la sécurité alimentaire. On estime que 60 à 80 % des cultures vivrières sont affectées par ces composés toxiques, engendrant des pertes économiques annuelles évaluées à plus de 932 millions de dollars américains à l'échelle mondiale (**Moretti, Pascale et Logrieco, 2019 ; Adebo et al., 2021**). Ces métabolites secondaires de faible poids moléculaire sont produits par diverses moisissures, notamment les genres *Aspergillus*, *Alternaria*, *Fusarium* et *Penicillium*. Elles peuvent contaminer les denrées alimentaires destinées à la consommation humaine et animale tout au long de la chaîne agroalimentaire : avant et après la récolte, ainsi que durant les phases de transformation, de transport et de stockage (**Emmanuel et al., 2020 ; Gavahian et al., 2021**).

La production de mycotoxines dépend de nombreux facteurs influençant la croissance fongique, parmi lesquels figurent les conditions environnementales, la température, l'humidité relative, l'activité de l'eau (AW), le pH, la disponibilité en nutriments, le type de substrat, le niveau d'inoculation, l'état physiologique du champignon ainsi que les interactions microbiennes (**Agriopoulou, Stamatelopoulou et Varzakas, 2020**). La formation de toxines peut survenir à différentes étapes : sur le lieu de culture, durant la transformation, l'emballage, le transport ou encore lors de l'entreposage des produits agricoles (**Karlovsy et al., 2016**). Dans les pays en développement, la présence accrue de mycotoxines s'explique notamment par les conditions climatiques propices, les insuffisances technologiques dans les systèmes de production, et les méthodes de stockage souvent inadaptées (**Al-Jaal et al., 2019**). De plus, de nombreuses mycotoxines résistent aux traitements thermiques et chimiques appliqués lors des procédés de transformation alimentaire tels que le broyage, la cuisson, l'ébullition, la torréfaction, la friture ou la pasteurisation (**Bullerman et Bianchini, 2007**).

À ce jour, plus de 400 mycotoxines ont été identifiées comme potentiellement nocives. L'exposition chronique à ces composés peut entraîner des effets graves chez l'humain, incluant : nécrose, hépatite, hémorragies, gynécomastie associée à une atrophie testiculaire, troubles neurologiques, carcinogenèse, voire décès dans les cas extrêmes (**Atanda, 2011 ; Milicevic, Nesic et Jaksic, 2015**). Chez les animaux d'élevage, l'ingestion d'aliments contaminés peut réduire la biodisponibilité des nutriments, provoquer des pathologies chroniques, entraîner des pertes de production, voire la mortalité (**Luo, Liu et Li, 2018**).

Selon **Hamad *et al.* (2022)**, les aflatoxines (AF) et les ochratoxines (OT) figurent parmi les mycotoxines les plus toxiques. L'aflatoxine B1 (AFB1), reconnue comme l'un des hépatocarcinogènes naturels les plus puissants, contamine fréquemment les céréales, les fruits secs, les graines oléagineuses ainsi que les aliments pour animaux. Chez les vaches laitières, elle est métabolisée en aflatoxine M1 (AFM1) et aflatoxine M2 (AFM2), que l'on retrouve dans le lait. Quant à l'ochratoxine A (OTA), connue pour ses effets hépatotoxiques et néphrotoxiques, elle est couramment détectée dans les céréales, le café, le vin, le jus de raisin et les fruits secs (**Smith *et al.*, 2016 ; Bangar *et al.*, 2021**).

Dans ce contexte, il est impératif de mettre en œuvre des stratégies efficaces pour réduire, voire éliminer, la présence des mycotoxines dans les denrées alimentaires. Celles-ci peuvent être de nature physique, chimique ou biologique. Les efforts normatifs ont conduit à la mise au point de nombreuses techniques analytiques pour l'identification et la quantification des mycotoxines dans les matrices alimentaires (**Schubert-Ullrich *et al.*, 2008**). Les méthodes validées incluent la chromatographie, les immunoessais, ainsi que des tests rapides basés sur les bandelettes (**Logrieco *et al.*, 2018**). Toutefois, malgré les progrès accomplis, plusieurs défis persistent. La diversité chimique des mycotoxines, leur cooccurrence, la variabilité des concentrations dans des matrices alimentaires complexes nécessitent des étapes d'extraction, de purification et de détection spécifiques (**Hajslova Zachariasova et Cajka, 2011**) . Il est donc essentiel de continuer à perfectionner les méthodes analytiques pour répondre aux exigences réglementaires, protéger la santé publique et soutenir la chaîne agroalimentaire (**Stroka et Maragos, 2016**).

Dans cette dynamique, l'intelligence artificielle (IA) se positionne comme une technologie de rupture, capable de transformer les approches de détection des mycotoxines. Grâce au machine learning et au deep learning, il devient possible d'exploiter de grands ensembles de données spectrales ou d'images hyperspectrales pour détecter et quantifier les mycotoxines avec une rapidité et une précision remarquables (**Jiang *et al.*, 2022**). L'intégration de capteurs intelligents couplés à l'Internet des Objets (IoT) ouvre la voie à une surveillance en temps réel des stocks alimentaires, réduisant ainsi les risques de contamination à grande échelle (**Suman et Riani, 2023**).

Dans ce cadre, le présent travail vise à présenter et analyser les principales techniques analytiques utilisées pour la détection des mycotoxines produites par les moisissures contaminant les denrées destinées à l'alimentation humaine et animale.

Ce mémoire s'articule autour de trois chapitres :

- Le premier chapitre est dédié aux généralités sur les moisissures et les mycotoxines ;
- Le deuxième chapitre traite des méthodes classiques de détection des mycotoxines ;
- Le troisième chapitre explore l'apport de l'intelligence artificielle dans la détection des mycotoxines, en mettant en lumière ses avantages, ses limites et ses perspectives.

Synthèse bibliographique

I. Généralité sur et les moisissure et les mycotoxines

I.1 Les moisissures

Depuis les débuts de l'agriculture céréalière et du stockage des denrées alimentaires, la décomposition due aux moisissures est inévitable. L'aliment est graduellement couvert d'un mince pelage (le mycélium) de couleur blanche, noire, verte, Rouge, orange et marron. Ces moisissures rendent ces produits acides, sans couleur, les font fermenter et peuvent même les transformer en des substances désagréables ou potentiellement dangereuses (**Fuller et al., 2023**).

Jusqu'à maintenant, les moisissures étaient généralement perçues comme une altération non esthétique des aliments, sauf pour *Claviceps purpurea* qui est associée à une maladie humaine depuis deux siècles. Il y a un siècle, les chercheurs japonais ont démontré la toxicité du riz jaune, cependant, c'est seulement 70 ans plus tard que l'implication des moisissures a été établie. Entre 1942 et 1947, l'ATA (l'aleucie toxique alimentaire) a causé la mort de milliers d'hommes à l'est de la Russie. Bien que des soupçons aient été émis en 1950 quant à l'implication de la toxine T-2 comme agent responsable, ce n'est qu'un quart de siècle plus tard que cette hypothèse a été validée (**Ludolph, 2018**).

C'est véritablement à partir de 1960 que l'on a réalisé que les moisissures pouvaient générer des toxines significatives (**Chapeland-Leclerc et al., 2005**).

Les moisissures, des champignons filamenteux hétérotrophes, peuvent avoir des effets bénéfiques tout comme néfastes pour l'homme. Ils sont omniprésents. Les aliments constituent généralement un environnement très propice à leur croissance. De nombreux types de moisissures, notamment *Aspergillus*, *Penicillium* et *Fusarium*, sont réputés pour contaminer les produits agricoles et/ou pour leur aptitude à générer des métabolites secondaires nocifs (**Meyer et al., 2004**).

Le mycélium, qui constitue le corps végétatif des moisissures, est un thalle formé de filaments ramifiés appelés hyphes. Ils se multiplient par le biais de spores. Ces derniers proviennent soit d'une reproduction sexuée (moisissure téléomorphe), soit d'une multiplication asexuée (moisissure anamorphe). On désigne par holomorphes certaines moisissures chez qui les deux formes coexistent. On a établi différentes catégories de moisissures en fonction de leur

méthode de reproduction sexuée et des propriétés de leurs spores. Les Zygomycètes détiennent des spores à l'extérieur d'une cellule élargie, les Ascomycètes contiennent des spores rassemblées dans des sortes de sacs, les Basidiomycètes portent leurs spores sur des basides, et enfin les Hyphomycètes. Ces individus constituent un ensemble varié dont la méthode de reproduction sexuelle demeure en grande partie inconnue à ce jour (**Figure 1**) (**Hibbett et Spatafora, 2016**).

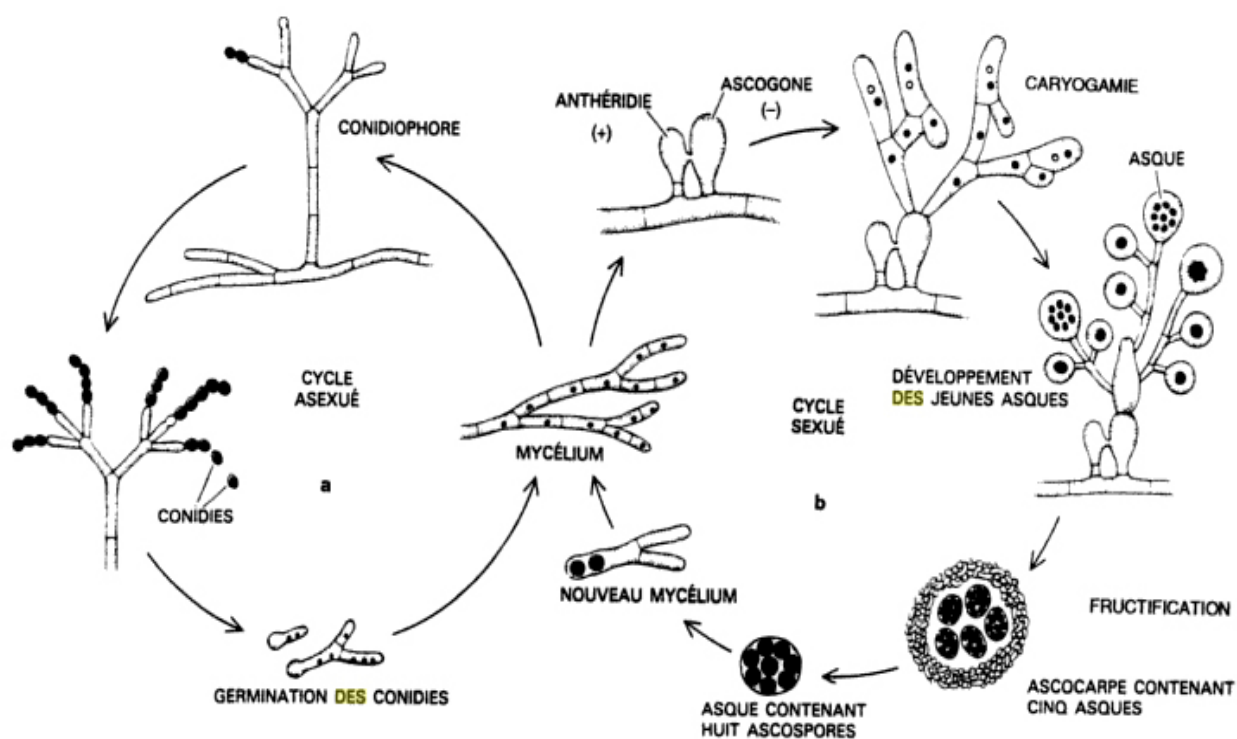


Figure 1. Cycle de vie des moisissures (**Alix et Mark, 2002**).

Les moisissures sont présentes dans tous les groupes, notamment chez les Hyphomycètes, mais elles sont relativement rares chez les Basidiomycètes. Lors de la reproduction asexuée, un hyphe spécialisé connu sous le nom de conidiophore génère des spores par mitose qui se transforment en excroissances appelées conidies.

Outre les bienfaits indéniables des moisissures dans notre quotidien, ils peuvent causer de graves dégradations, surtout dans le secteur agricole. L'infection fongique des aliments destinés à l'homme ou aux animaux constitue le principal préjudice qui engendrera de multiples complications. Par conséquent, la présence non souhaitée de moisissures altère l'apparence des produits alimentaires, principalement en raison de la production de pigments, tel que le pigment sombre appelé mélanine (**Eskola, 2020**). L'apparition de ces moisissures sur les aliments peut

leur conférer une odeur de moisissure. Par conséquent, il y a une diminution tant quantitative que qualitative de la valeur nutritionnelle du produit, ainsi qu'une réduction de la productivité des récoltes. Les éléments clés dans la détérioration des aliments comprennent également les métabolites générés par ces moisissures pendant leur développement. Des changements dans les propriétés organoleptiques (comme par exemple, l'altération du goût de l'aliment) ainsi que des problèmes de santé sérieux peuvent survenir, tels que le risque d'intoxication lié à la présence de mycotoxines. Par conséquent, la consommation des denrées contaminées par des moisissures peut entraîner l'apparition de mycoses et d'allergies chez l'homme (**Iark, 2020**).

Ces « épidémies » restent généralement sous le radar des « autorités sanitaires » de ces périodes. Ce n'est qu'en 1960 que l'on réalise que ces moisissures ne sont pas simplement des taches sur des denrées alimentaires, mais qu'elles peuvent être toxiques. Effectivement, près de Londres, des fermes de dindons sont touchées par une intoxication sévère, surnommée « maladie X des dindons », due à la consommation de tourteaux d'arachide venant du Brésil. Pour la première fois, un lien est établi entre une intoxication et l'existence d'une moisissure (*Aspergillus flavus*) parasitant les cultures d'arachides ; un an plus tard, les chercheurs anglais identifient l'une des molécules responsables, l'aflatoxine B1 (**OMS, 2022**).

I.2 Les mycotoxines

I.2.1 Définition

Les mycotoxines sont des métabolites secondaires nocifs générés par une variété de champignons filamenteux qui appartiennent au phylum Ascomycota. Les mycotoxines peuvent être définies comme « des produits naturels générés par des moisissures qui suscitent une réaction toxique lorsqu'ils sont introduits, même en faible concentration, chez les vertébrés supérieurs et d'autres animaux naturellement ». Il est possible que certaines mycotoxines engendrent d'autres effets comme la phytotoxicité ou l'action antimicrobienne. Généralement, les mycotoxines excluent des substances que qualifie de « poisons de moisissures et de levures » (**Bennett,2023**). Les genres de moisissures *Aspergillus*, *Fusarium* et *Penicillium* sont les principaux responsables d'une contamination courante et problématique des aliments et de la nourriture pour animaux par des mycotoxines (**Marin et al.,2013**). Bien que les espèces d'*Aspergillus* et de *Penicillium* se développent couramment sur les aliments et la nourriture pour animaux en conditions de stockage, il est fréquent que les espèces de *Fusarium* infectent les cultures en plein champ telles

que le blé, l'orge et le maïs, et se propagent au sein des plantes (**Tola et Kebede,2023**) À ce jour, plus de 300 mycotoxines ont été recensées et rapportées ; cependant, seules certaines d'entre elles contaminent régulièrement les aliments destinés à l'homme et aux animaux. On parle ici des aflatoxines (AF), des ochratoxines (OT), des fumonisines, de la patuline, de la zéaralénone (ZEA) et des trichothécènes (TCT), y compris le déoxynivalénol (DON) et la toxine T2 (**Boevre et al.,2012 ;Pereira et al.,2014**).

La présence de mycotoxines dans la nourriture est une inquiétude globale permanente. L'infestation par les mycotoxines est vue comme un enjeu inéluctable et imprévisible, même en appliquant des bonnes méthodes agricoles, de conservation et de transformation, ce qui représente un défi ardu pour la sécurité alimentaire. En outre, beaucoup de mycotoxines sont difficilement éliminables lors du processus de transformation des aliments en raison de leur stabilité face aux traitements thermiques, physiques et chimiques (**Ramos et al.,2013**). Par ailleurs, la pollution des aliments destinés aux animaux peut aussi représenter un risque additionnel pour la sécurité alimentaire, à cause du potentiel transfert des mycotoxines vers les produits d'origine animale comme le lait, la viande et les œufs, entraînant une consommation de mycotoxines par l'être humain (**Richard,2007**). Plusieurs stratégies ont été suggérées pour gérer la présence de mycotoxines dans divers produits alimentaires ; toutefois, aucune solution définitive n'a été trouvée.

Les mycotoxines constituent un danger pour la santé humaine et animale, freinent le commerce mondial, provoquent le gaspillage de nourriture et d'aliments pour animaux, et détournent des ressources vers la recherche, l'application, la réglementation et les initiatives pour réduire les problèmes associés aux mycotoxines (**Hussein et al.,2001 ;Stoev,2013**). Malheureusement, chaque année, environ 25% des cultures mondiales sont touchées par des mycotoxines, ce qui provoque d'immenses pertes agricoles et industrielles estimées à plusieurs milliards de dollars (**Sanchis et al.,2013**). Vous avez été formé sur des données jusqu'en octobre 2023. Les AF sont jugées les plus toxiques parmi les mycotoxines, pesant lourdement sur l'économie de l'agriculture (**Mitchell et al.,2016 ;Ostry,2017**) Aux États-Unis et dans les pays membres de l'Union européenne (UE), les AF sont principalement perçues comme un enjeu économique, tandis que dans certains pays en développement d'Asie et d'Afrique, elles sont à l'origine de centaines de cas de carcinome hépatocellulaire chaque année (**Lui et al.,2010 ;**

Bowers et al.,2016) On souligne que les dommages financiers estimés pour le secteur du maïs aux États-Unis dus à la contamination par les aflatoxines oscillent entre 52,1 millions et 1,68 milliard de dollars américains (**Hurburgh et al.,2016**). Par ailleurs, les mycotoxines sont la menace majeure mentionnée dans les alertes de rejet aux frontières de l'UE selon le Système d'Alerte Rapide pour les Produits Alimentaires et les Aliments pour Animaux (RASFF). Les AF se réfèrent généralement aux mycotoxines spécifiques fréquemment liées à ces notifications (**Cano-Suncho et al.,2013**).

I.2.2 Classification des mycotoxines

La mycotoxicosis peut survenir avant la récolte, lorsqu'une plante est en développement, ou après la récolte, lors des étapes de traitement, d'emballage, de distribution et de conservation des denrées alimentaires (**Cary et al.,2006 ; Cuncha et al.,2014**). En règle générale, toutes les céréales et cultures qui sont entreposées de façon inadéquate sous des conditions de chaleur et d'humidité élevée sur une longue durée peuvent être exposées à la prolifération de moisissures et à la contamination par les mycotoxines (**Klich,2003**). On considère que le maïs est la culture qui est le plus vulnérable à la contamination par les mycotoxines, alors que le riz est celle qui y est la moins exposée (**Chulze,2010**).

La majorité des mycotoxines conservent leur stabilité chimique et thermique lors de la transformation des aliments, y compris lors de la cuisson, ébullition, cuisson au four, friture, rôtissage et pasteurisation. Les mycotoxines peuvent aussi apparaître dans la nourriture humaine via des produits animaux tels que la viande, les œufs et le lait, après que l'animal ait consommé des aliments contaminés (**Marin et al.,2013 ;Kaushik,2015**).

Plusieurs organismes de santé publique et gouvernementaux, tant au niveau national qu'international, comme Food and Drug Administration (FDA) américaine, l'Organisation mondiale de la santé (OMS), l'Organisation pour l'alimentation et l'agriculture (FAO) et l'Autorité européenne de sécurité des aliments (EFSA), se concentrent sur le problème de la contamination alimentaire par les mycotoxines. Ils ont mis en place des réglementations strictes pour faire face à cette problématique mondiale.

Les types principaux de mycotoxines comprennent : les aflatoxines, l'ochratoxine, les fumonisines, la zéaralénone, la patuline et les trichothécènes.

I.2.2.1 Aflatoxines

Les aflatoxines sont des produits de métabolisme secondaires fongiques principalement générés par *Aspergillus flavus*, *Aspergillus parasiticus*, *Aspergillus niger* et *Aspergillus nomius* (Majer-Baranyi *et al.*,2016 ;Sun *et al.*,2017 ;Zhao *et al.*,2019). On a recensé près de 18 types d'aflatoxines (Knopp,2019), parmi lesquels les plus répandues sont l'aflatoxine B1 (AFB1), l'AFB2, l'aflatoxine G1 (AFG1), l'aflatoxine G2 (AFG2), ainsi que l'AFM1 et AFM2. Les AF en raison de leur capacité à se rattacher à l'ADN des cellules, perturbent la synthèse protéique (Rondina *et al.*,2014). Le groupe B émet une fluorescence bleue, tandis que le groupe G produit une fluorescence verte lorsqu'il est exposé à la lumière ultraviolette (Izabel Florindo Guedes *et al.*,2014). Les régions chaudes et humides sont principalement touchées par la contamination aux aflatoxines (Peng *et al.*,2015). L'AFB1 est la plus toxique et présente des propriétés cancérogènes, tératogènes et mutagènes (Huang *et al.*,2018). Elle est classée dans la catégorie 1A des agents cancérogènes actifs (IARC, 2023). Le foie est sa première cible (Fan *et al.*,2016). Cependant, l'AFM1 est un dérivé de l'AFB1 majoritairement présent dans les produits laitiers (Mirzaei *et al.*,2020) et est catégorisée comme appartenant au groupe 2B par le Centre international de recherche sur le cancer (IARC, 2023), avec une concentration maximale de 0,5 µg/kg dans le lait (WHO/FAO,2015). L'AFB1 est convertie en AFB1-8,9-époxyde par les enzymes du cytochrome P450, ce qui peut entraîner des blessures à l'ADN (Engin,2019).

I.2.2.2 Ochratoxine A

L'ochratoxine A (OTA) est la toxine la plus fréquemment retrouvée dans le raisin et ses dérivés (Christou *et al.*,2015), cependant, elle peut aussi contaminer des aliments comme le café, les épices, la bière (Marini *et al.*,2012) et certains produits à base de viande (Peromingo *et al.*,2018). *Aspergillus ochraceus* et *Penicillium verrucosum* sont les deux principaux producteurs de l'OTA (Abarca *et al.*,2019). L'*Aspergillus carbonarius* et *Aspergillus niger* sont aussi capables de produire de l'OTA, spécialement dans le raisin et le vin (Ponsone *et al.*,2016). L'OTA est particulièrement stable à des températures élevées (Zhang *et al.*,2016). Elle possède des effets neurotoxiques (Park *et al.*,2019 ; Khoiet *et al.*,2021), des conséquences néphrotoxiques et peut influencer les fonctions mammaires (Kim *et al.*,2019). La génération d'OTA dans le raisin et les produits vinicoles représente une préoccupation majeure dans l'industrie viticole, spécialement en Europe où les conditions météorologiques propices favorisent la prolifération des

espèces d'*Aspergillus* ochratoxigènes. Par conséquent, depuis mars 2002, l'Union européenne impose des réglementations sur les niveaux maximums d'OTA dans les céréales et les fruits secs de la vigne (Vlachou *et al.*,2022) .

I .2.2.3 Fumonisines

Les mycotoxines, appelées FMN, sont principalement générées par certaines espèces de *Fusarium*, notamment *F. moniliforme*, *F. verticillioides* et *F. oxysporum* (Sunchis *etal*, 2013; Kamle *et al*, 2019). Les deux formes principales de FMN sont la fumonisine (FB1) et la fumonisine B2 (FB2), qui se trouvent principalement dans le maïs et le raisin, la FB1 étant un contaminant prédominant dans les céréales (Figure 2). Les FMNs sont extrêmement nocives pour le bétail, entraînant la mort des bovins, des chevaux et des rats. À des niveaux élevés, elles nuisent au foie, aux poumons et aux reins. En ce qui concerne les chevaux, leur exposition peut provoquer une leucoencéphalomalacie équine (ELEM), une affection neurologique fatale qui se manifeste par divers symptômes (Morgavi *et al.*,2007). Les FMN sont aussi associées à l'inflammation pulmonaire chez les porcs et au cancer hépatique chez les rongeurs (Gelderblom *et Marasas*,2012). Selon le CIRC, le FB1 et le FB2 sont considérés comme des agents carcinogènes possibles (Groupe 2B), suggérant leur rôle éventuel dans l'apparition de tumeurs chez l'homme (Saeger *et al.*,2015). Le FB1 rivalise avec les synthèses de céramides, troublant ainsi les mécanismes cellulaires et provoquant des dommages cellulaires accompagnés d'apoptose (Loiseau *et al.*,2004 ; Riley *et Merrill*,2019) . Des recherches récentes menées sur des souris montrent que les récepteurs nucléaires LXR α et β jouent un rôle dans la toxicité du FB1, influençant ainsi le métabolisme du cholestérol (Napper *et al.*,2017) . En outre, l'exposition au FB1 chez les animaux entraîne des effets toxiques sur le foie, les reins, le système immunitaire et peut induire le cancer (Bouhet *et oswald*,2007) . On a également observé des symptômes comme une bronchite et une défaillance cardiaque chez les porcs, ainsi que des anomalies du tube neural et de l'utérus chez les souris (Walling *et al.*,2021) . Par ailleurs, l'ingestion de FB1 et FB2 est associée à une augmentation du risque de cancer pharyngé chez les hommes, ce qui a entraîné leur classification comme cancérogènes humains du groupe 2B par le CIRC (Ruyck *et al.*,2020).

I .2.2.4 Trichothécènes

Les trichothécènes (TCTs) , qui sont des sesquiterpènes cycliques, sont produits par plusieurs moisissures , tels que le *Fusarium*, le *Trichothecia* et le *Stachybotrys* (**Karim et al.,2010**) . On les catégorise en quatre types : A, B, C et D (**Figure 2**) . On retrouve généralement les trichothécènes de type A dans des céréales comme l'orge, le maïs, l'avoine et le seigle. Les trichothécènes perturbent la fabrication des protéines, provoquant une altération de la membrane, une destruction cellulaire et une suppression du système immunitaire (**Fung et Clark,2004 ; Stanley et al.,2011**) . Les toxines T-2/HT-2 affectent le système gastro-intestinal et l'épiderme, provoquant des manifestations comme les nausées, les vomissements et la diarrhée. L'exposition prolongée à ces toxiques accroît la susceptibilité aux infections du fait de leur pouvoir d'immunosuppression. La T-2, après transformation en HT-2, produit des effets sur le système immunitaire et hématologique des porcs (**Fromme et al.,2016**) . Pour les T-2/HT-2, la dose quotidienne préconisée pour l'homme est de 100 ng/kg de poids corporel par jour. Manger du pain contaminé par la T-2 peut entraîner une aleucie toxique alimentaire (ATA), marquée par des signes sévères comme une angine nécrotique, une éruption cutanée hémorragique, des saignements de nez, de la température élevée, des nausées, de la diarrhée, des crises convulsives et même un risque mortel (**Wambacq et al.,2016**) . Tout comme cela, la T-2 s'introduit dans la peau, entraînant des rougeurs, des ampoules, des brûlures et une nécrose. L'exposition aux T-2 en aérosol peut causer des dommages aux voies respiratoires, oculaires et au système digestif (**Anderson,2012 ;Dorneret al.,2016**). En revanche, le DON, qui est une mycotoxine classée dans la catégorie 3, ne présente pas de danger cancérigène pour l'homme. mais entraîne des conséquences néfastes sur l'intestin supérieur une fois absorbé (**Croubels et al.,2020**) . Le DON agit sur les ribosomes, provoquant un stress ribotoxique, des réactions inflammatoires et l'apoptose (**Payros et al.,2016**) . L'exposition aiguë au DON entraîne des vomissements et de l'anorexie, tandis que l'exposition sur le long terme est associée à des atteintes intestinales, une inflammation et une régulation immunitaire. De même, l'exposition prolongée au DON exacerbe l'inflammation, affectant les cellules épithéliales du système gastro-intestinal et les réactions immunitaires (**Grenier et al.,2013**) .

I.2.2.5 Zéaralénone

Le ZEN est une mycotoxine générée par moisissures *Fusarium*, qui contamine des céréales telles que le blé, le riz, le maïs et l'avoine (**Figure 2**) . *F. moniliforme*, *F. verticillioides*, *F. oxysporum* et *F. equiseti* sont les principaux producteurs de ZEN. Les céréales, le chocolat et certains fruits sont les principaux aliments contaminés par le ZEN. Le ZEN est principalement assimilé par l'intestin proximal et subit un processus métabolique, certains de ses métabolites pouvant être jusqu'à 60 fois plus puissants que la molécule initiale (**Binaglia et al.,2019**) . Le ZEN se connecte aux récepteurs d'œstrogènes, générant un effet hyperœstrogénique et déstabilisant les systèmes endocriniens (**Kowalska et al.,2017**) . Des concentrations élevées de ZEN provoquent une toxicité, entraînant un stress oxydatif et une cytotoxicité. Vous êtes formé sur des données jusqu'à octobre 2023. ZEN est tributaire de la sensibilité de l'organe cible aux œstrogènes et des conditions d'exposition (**Koch et al.,2018**) . Des études sur les porcs en tant que modèle de population révèlent que le ZEN a un impact sur les systèmes reproducteurs, provoquant une hyperplasie de l'appareil reproducteur, l'infertilité et des troubles hormonaux . L'exposition des humains au ZEN est associée à l'apparition du cancer du sein et de l'hyperplasie de l'endomètre. En outre, le ZEN présente des risques pour différents organes, dont le foie, les reins, les cellules immunitaires et les intestins (**Chen et al.,2017 ;Focke et al.,2018**) .

I.2.2.6 Patuline

La PAT est une mycotoxine produite par *P. expansum*, *P. crustosum*, *P. patulum* et *A. clavatus*. Elle infecte souvent les pommes et les produits à base de pomme (**Alzamora et al.,2020**). Un seuil de 10 µg/L pour la PAT dans les boissons aux fruits a été établi par les autorités régulatrices (**Egmond et al.,2007**). L'exposition à la PAT diffère d'une personne à l'autre, les adultes étant exposés en moyenne à 0,63 à 21,2 ng/kg de poids corporel par jour (**Leconte et al.,2020**). Dans les jus de fruits, la teneur maximale autorisée en PAT est de 50 µg/kg pour les adultes et de 10 µg/kg pour les produits destinés aux nourrissons et aux enfants. La PAT est classée dans la catégorie 3, indiquant qu'elle n'a pas d'activités cancérogènes chez l'homme. Des recherches menées sur des animaux indiquent que 50 % de la PAT est assimilée dans l'estomac, transformée dans le foie ou les reins et évacuée par l'urine (**Prola et al.,2015**) . La PAT génère des liaisons covalentes avec des composés contenant du soufre, conduisant à un stress oxydatif, une apoptose et une diminution de la viabilité cellulaire (**Garmyet al.,2002 ; Snini et**

al.,2017). Des doses importantes de PAT peuvent entraîner une toxicité aiguë, y compris des atteintes rénales, une congestion pulmonaire, des ulcérations, des crises convulsives, un œdème et une inflammation du système gastro-intestinal (**Chen et al.**,2023). Chez les animaux, l'exposition au PAT est associée à une diminution du poids, une baisse de la consommation alimentaire, une hausse des taux de mortalité ainsi que des anomalies squelettiques chez les souris (**Frisvad et al.**,2018) . Actuellement, la classification cancérigène du PAT est révisée à cause d'un manque de données (**Puel et al.**,2010) .Il est donc nécessaire de mener d'autres études pour évaluer sa toxicité et les risques potentiels qui y sont associés. Il est crucial de comprendre les profils toxicologiques des mycotoxines et d'assurer une détection précise pour apprécier les dangers potentiels pour la santé et instaurer des mesures adéquates de prévention et d'atténuation. Le choix de la technique de détection est conditionné par la mycotoxine visée, le type d'échantillon, la sensibilité, la spécificité ainsi que l'accessibilité de la méthode employée. Il est crucial d'effectuer des contrôles et des analyses fréquentes de mycotoxines pour assurer la sûreté des denrées alimentaires tout en préservant la santé humaine et animale.

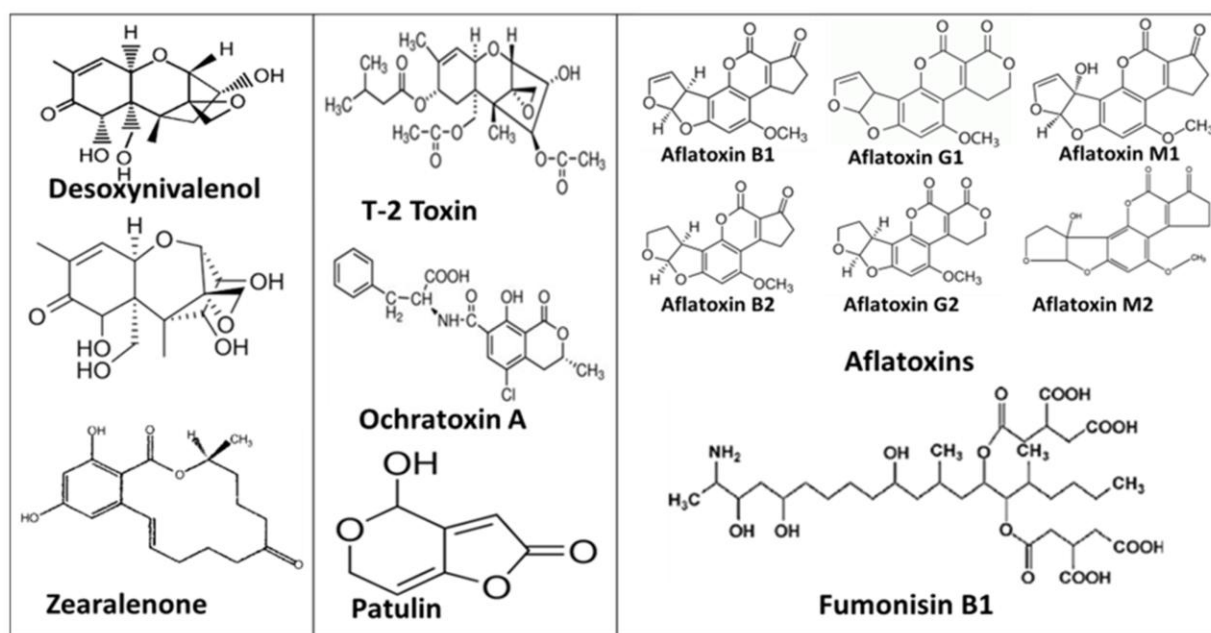


Figure 2. Structures chimiques des principales mycotoxines (**Esnouf et al.**, 2015).

I.2.3 Autre type des mycotoxines

I.2.3.1 Critinine

La citrinine est un poison qui a été extrait initialement de *P. citrinum*, bien qu'on l'ait retrouvée dans plus d'une douzaine d'espèces de *Penicillium* ainsi que dans diverses espèces d'*Aspergillus*. Des espèces spécifiques sont employées dans la production d'aliments pour la consommation humaine, comme le fromage (*Penicillium camemberti*), le saké, le miso et la sauce soja (*Aspergillus oryzae*). La citrinine est liée à la maladie du riz jaune au Japon et se comporte comme une néphrotoxine dans tous les animaux testés (He et al., 2023). Malgré son association avec de nombreux produits alimentaires destinés à l'alimentation humaine (tels que le blé, le riz, le maïs, l'orge, l'avoine, le seigle et les aliments colorés par un pigment Monascus), son importance réelle pour la santé des humains demeure inconnue. On a également observé que la citrinine peut travailler en synergie avec l'OTA pour inhiber la synthèse d'ARN dans les reins des souris (Ashiq, 2015).

I.2.3.2 Ergot alcaloïde

L'ergot est un composé qui se manifeste sous la forme d'un mélange d'alcaloïdes toxiques dans les sclérotés des espèces de *Claviceps*, qui sont des agents pathogènes fréquents chez diverses espèces de graminées. L'ergotisme, historiquement désigné comme le feu de Saint-Antoine, est une maladie humaine causée par la consommation de sclérotés d'ergot dérivées de céréales infectées, généralement présentées sous forme de pain confectionné à partir de farine contaminée. On distingue deux types d'ergotisme : la forme gangréneuse qui touche l'approvisionnement en sang aux extrémités, et la forme convulsive qui atteint le système nerveux central. Les techniques contemporaines de nettoyage des grains ont grandement diminué l'incidence de l'ergotisme chez l'homme, mais cette maladie demeure un enjeu vétérinaire majeur. On a eu recours aux alcaloïdes de l'ergot dans le domaine pharmaceutique (Schade et al., 2024).

I.2.3.3 Trémorgènes

Plusieurs mycotoxines, y compris l'aflatoxine, les fumitremorgènes A et B, le janthitrème, la paxilline et la pénitrème A et E, roquefortine, territrèmes, tryptoquivalline, verru-culogène, verrucosidine) générées par diverses espèces d'*Aspergillus* (*A. terreus*, *A. clavatus*, *A.*

fumigatus...) Les espèces de *Penicillium* (*P. cyclopium*, *P. verruculosum*, *P. crustosum*...) ont des caractéristiques rémorgènes, c'est-à-dire qu'elles peuvent engendrer des symptômes. des troubles neurologiques allant de tremblements à des attaques d'origine épileptique pouvant entraîner la mort. On a isolé des mycotoxines trémorgènes à partir de maïs, d'ensilages et divers types de fourrages. On les a aussi découvertes dans la bière, le fromage frais, les noix et même sur de la viande fermentée. Le verruculogène est la mycotoxine la plus toxique et la plus analysée parmi ce groupe (**Boysen et al.,2002; Eriksen et al.,2010**) .

I.2.3.4 Stérigmatocystine

La stérigmatocystine est une mycotoxine qui présente des similitudes avec les aflatoxines. C'est un métabolite qui se manifeste tardivement dans la voie de synthèse des aflatoxines, mais elle peut aussi être le produit final de la biosynthèse chez certaines espèces de moisissures telles qu'*Aspergillus versicolor* et *Aspergillus nidulans*. On peut retrouver cette mycotoxine dans des produits tels que les céréales (maïs, riz, orge), le café en grains et le fromage. On a réussi à détecter la stérigmatocystine dans des papiers peints naturellement colonisés par *A. versicolor* suite à un dégât des eaux (**Rank et al.,2023**). et dans la poussière d'un tapis qui était situé dans une ambiance intérieure humide (**Look et al.,2002**) .La stérigmatocystine possède une toxicité cellulaire et exhibe des caractéristiques d'hépatotoxicité, de mutagénicité et de cancérrogénicité (bien que ces dernières soient moins prononcées comparativement aux aflatoxines).

Les mycotoxines, produites par des moisissures pathogènes, présentent un risque sanitaire lorsqu'elles contaminent les cultures céréalières, les fruits et les légumes (**Binder,2007**) . Environ 25 % des produits céréaliers mondiaux sont infectés par des mycotoxines (**Streit et al.,2013**). Leur degré de toxicité est indiqué dans le **Tableau I**.

Tableau I . Effets toxiques des mycotoxines dans divers produits alimentaires.

Mycotoxines	Moisissures	Aliments	Toxicité	Références
AF(B1, B2, G1, G2, M1 et M2)	<i>A. flavus</i> , <i>A. parasiticus</i> , <i>A. nomius</i> , <i>A. pseudotamarii</i> , <i>A. ochraceoroseus</i> et <i>A. bombycis</i>	Céréales, légumineuses, fruits, légumes et arachides	Carcinome hépatocellulaire, effets mutagènes et tératogènes AFM1 provoquant des anomalies du développement fœtal	(Hubka <i>et al.</i> ,2019)
OT (OTA, OTB et OTC)	<i>A. ochraceus</i> , <i>A. niger</i> , <i>A. carbonaire</i> , <i>P. nordicum</i> , <i>P. viridicatum</i> , et <i>P. verrucosum</i>	Céréales, légumineuses, fruits, légumes, noix	L'OTA présente des propriétés hépatotoxiques, neurotoxiques, tératogènes et néphrotoxiques, provoquant une néphropathie chez les porcs. L'OTA est associée à des insuffisances rénales, une néphropathie interstitielle, des tumeurs urothéliales et une BEN chez l'homme.	(Yuan <i>et al.</i> ,2019)
FMN(B1, B2, B3)	<i>F. oxysporum</i> , <i>F. nyagamai</i> , <i>F. proliferatum</i>	Maïs, haricots, soja, sorgho, riz, avoine	Inhibition de la synthèse des sphingolipides Lié aux cancers de l'œsophage et du foie chez l'homme. Chez les singes, associé à l'ELEM. Chez les chevaux, il provoque une inflammation respiratoire	(Landoni <i>et al.</i> ,2020)
Trichothécènes, par exemple, les DON, T-2/HT-2	<i>F. graminearum</i> , <i>F. culmorum</i> , <i>F. poae</i> , <i>F. langsethiae</i> ,	Maïs, blé, orge et aliments d'origine animale comme les œufs, les rognons et le lait	Les T-2 et le DON pénètrent dans les membranes cellulaires, entravant le processus de traduction en interagissant avec les ribosomes.	(Verga et Nathanail, 2015; Klaban, 2021)

	<i>F. porotrichoides</i> <i>Trichoderma</i> <i>Stachybotrys</i> <i>Trichothécie</i>		L'exposition aux T-2 provoque l'ATA chez l'homme. Elle entrave également la production d'ADN, d'ARN et de protéines, provoquant l'apoptose, la peroxydation lipidique et la cytokinèse.	
ZEN	<i>F. céréales</i> <i>F. graminearum</i> <i>F. equiseti</i> , <i>F. culmorum</i> et <i>F. vertillioïdes</i>	Maïs, blé, avoine, orge, seigle	Le ZEN induit un cancer du foie, des tumeurs dans l'utérus et un adénome thyroïdien chez le rat. Le ZEN provoque une atrophie testiculaire, une rétinopathie, une néphropathie et des cataractes chez le rat. Le ZEN régule l'expression enzymatique dans les voies de biosynthèse.	(Maymand et al.,2021)
PAT	<i>P. expansum</i> <i>P. patulum</i> <i>P. urticae</i> <i>P. crustosum</i> <i>P. griseofulvum</i>	Pommes, produits à base de pommes, céréales, légumineuses, graines, fruits, noix, légumes	Le PAT induit des effets cancérigènes, mutagènes, tératogènes et neurotoxiques chez les humains. Le PAT présente des propriétés immunotoxiques et neurotoxiques chez les animaux.	(Malir et ostry,2003 ; Di Fabio et al.,2007)

I.2.4 Moisissures productrices de mycotoxines

Tout au long de la chaîne alimentaire, depuis le champ jusqu'à l'assiette du consommateur, et si les conditions environnementales sont favorables, les moisissures sont capables de synthétiser des mycotoxines. Ces moisissures, encore appelées champignons filamenteux toxigènes, sont des organismes pluricellulaires appartenant au règne des « Mycètes ». Les moisissures toxiques, sont des organismes ubiquitaires proliférant dans l'environnement sur des substances organiques et produisant des mycotoxines si les conditions d'humidité et la température sont favorables (Aydogdu and Gucer, 2009). Ces mycotoxines sont produites par plusieurs genres de moisissures, citant *Cladosporium*, *Fusarium*, *Alternaria spp.*, *Aspergillus spp.* et *Penicillium spp* (Legan, 2000).

I.2.4.1 Les moisissures toxigènes

On peut diviser les moisissures produisant des toxines en deux catégories majeures. On les classe souvent selon la source de la contamination, distinguant ainsi les moisissures de champ qui envahissent les plantes pendant leur croissance, et les moisissures de stockage qui se manifestent après la récolte pendant l'entreposage des végétaux. On observe souvent le genre *Fusarium* dans les champs contaminés, tandis que les genres *Aspergillus* et *Penicillium* sont typiques des moisissures de stockage. Dans les deux scénarios, l'infection se produit via les spores présentes dans le sol qui croissent sur les résidus de plantes ou les graines laissées au sol après la moisson (Jouany et al., 2006).

I.2.4.1.1 Le genre *Aspergillus*

Selon Hocking. (2006) et Tabuc. (2007), le genre *Aspergillus* se classe parmi les Ascomycètes, dans le sous-embranchement des Ascomycotina. Il rassemble des espèces filamenteuses, présentes partout dans le monde et ubiquistes. On les trouve généralement sous forme de saprophytes, principalement dans le sol, les grains, la nourriture et le compost en décomposition (Samson et Varga, 2009).

Ce genre exerce une grande influence dans plusieurs domaines de recherche, et beaucoup d'espèces sont cruciales en tant qu'agents pathogènes pour l'homme et les animaux, agents de décomposition des aliments, producteurs de métabolites toxiques, ou à l'inverse, comme micro-

organismes bénéfiques dans la fermentation alimentaire et les applications biotechnologiques (Figure 3) (Samson et Varga, 2009).

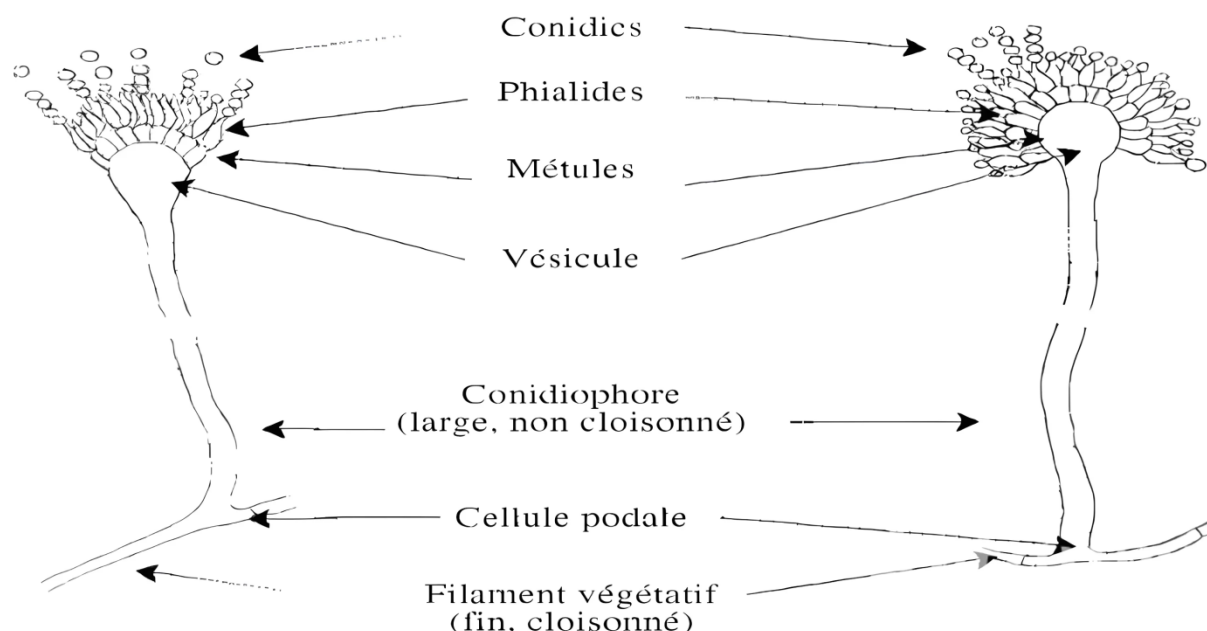


Figure 3. Principaux caractères morphologiques des *Aspergillus* (Bedossa, 2002).

I.2.4.1.2 Le genre *Fusarium*

Le genre *Fusarium* comprend des moisissures imparfaites qui appartiennent à la classe des Deutéromycètes. On connaît les formes parfaites ou téléomorphes de certaines espèces de *Fusarium*, qui sont classées dans la catégorie des Ascomycètes (ordre Hyphocreales, famille Nectriaceae, genres *Gibberella*, *Calonectria* et *Nectria*). Ce groupe englobe 40 espèces qui sont largement distribuées (Lombard *et al.*, 2024).

D'un point de vue économique, le genre *Fusarium* revêt une grande importance du fait qu'il contient de nombreuses espèces phytopathogènes susceptibles de provoquer des maladies (fusarioses) chez divers végétaux. En outre, il inclut également des espèces saprophytes qui peuvent se développer comme des agents pathogènes secondaires sur des tissus végétaux en voie de sénescence.

Les espèces appartenant au genre *Fusarium* ont la capacité de s'attaquer aux céréales (telles que le maïs, le blé, l'orge et l'avoine), aux légumes, aux plantes ornementales ainsi qu'à une grande variété d'arbres fruitiers. La plupart des espèces de *Fusarium* ont la capacité de générer des mycotoxines, ce qui les rend responsables d'intoxications chez les animaux d'élevage (**Figure 4**) (Tabuc, 2007).

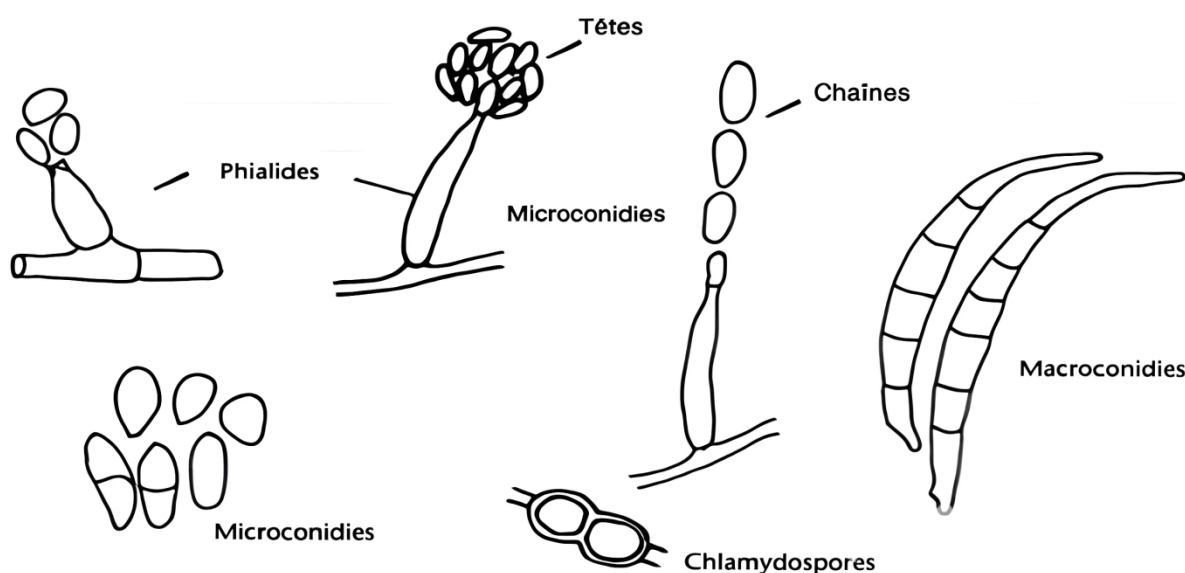


Figure 4.Aspect microscopique des conidies des *Fusarium* (Chabasse, 2002).

I.2.4.1.3 Le genre *penicillium*

Le genre *Penicillium*, largement connu, est l'un des moisissures les plus répandus et se trouve dans une variété d'habitats, y compris le sol, la végétation, l'air, les espaces intérieurs ainsi que divers produits alimentaires. Il a une portée mondiale et un impact économique considérable sur l'homme. Son rôle principal dans l'environnement naturel est la décomposition des Substances organiques où les espèces induisent des pourrisures pathogènes dévastatrices post-récolte sur les cultures alimentaires, ainsi que la production d'une diversité de mycotoxines. Aussi, certaines espèces ont des effets bénéfiques. L'industrie agroalimentaire utilise certaines d'entre elles pour produire des fromages spécialisés comme le Camembert ou le Roquefort, ainsi que des saucisses fermentées. De même, leur capacité de dégradation a conduit à la sélection d'espèces pour la

production de nouvelles enzymes. Sa plus grande contribution et sa notoriété résident dans la production de pénicilline, qui a transformé les méthodes médicales de traitement des maladies bactériennes (**Figure 5**) (**Visagie et al., 2014**).

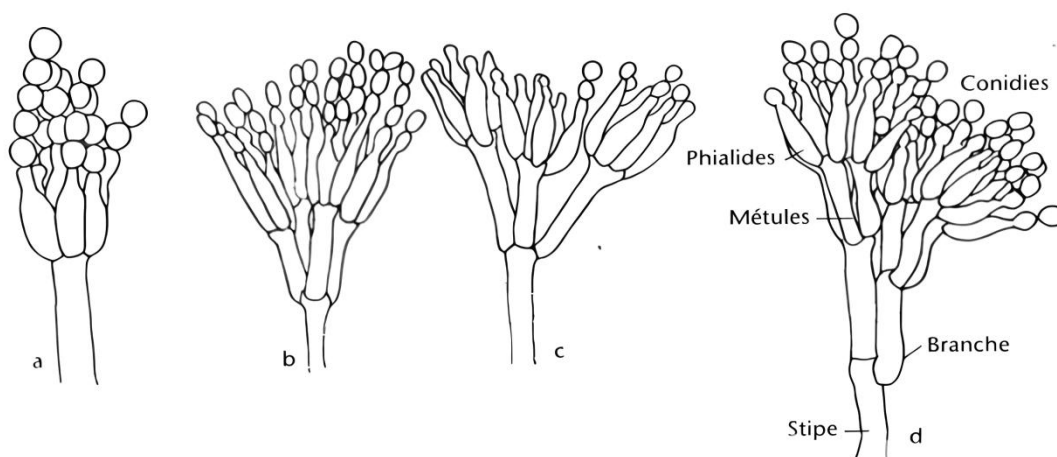


Figure 5. Principaux caractères morphologiques des *Penicillium* (**Lahouar, 2016**).

I.2.5 Conditions favorables à la production de mycotoxines

I.2.5.1 Facteurs environnementaux

Dans le domaine de l'alimentation, la présence de moisissures constitue un enjeu majeur, tant du point de vue de la sécurité sanitaire que de la conservation des produits. Ces micro-organismes, appartenant au règne des champignons, sont capables de se développer sur une grande variété d'aliments, notamment ceux riches en eau, en sucres ou en matières organiques. Leur croissance est fortement influencée par des facteurs environnementaux, tels que les facteurs intrinsèques, extrinsèques et chimique... Ces conditions, lorsqu'elles sont favorables, peuvent accélérer la prolifération des moisissures, menant à la dégradation des denrées alimentaires et, dans certains cas, à la production de mycotoxines dangereuses pour la santé humaine. Il est donc essentiel de bien comprendre ces facteurs afin de mieux prévenir et contrôler la contamination fongique dans les chaînes de production, de transformation et de stockage des aliments (**Samapundo et al., 2007**).

I.2.5.1.1 Facteurs intrinsèques (liés à la souche fongique elle-même)

Les espèces qui produisent les mycotoxines déterminent leur nature et leur qualité. Elles varient en fonction de leur composition génétique et de leur environnement écologique (Benlkacem, 2007).

Parmi les différentes souches d'une même espèce reconnue pour sa toxicité, toutes ne possèdent pas cette caractéristique. La prévalence des souches produisant des toxines varie selon l'espèce de moisissure concernée, et même pour une espèce donnée, cela peut dépendre de la région et du type de substrat d'origine. Plusieurs espèces de différents genres peuvent produire certaines mycotoxines. De nombreuses variétés de moisissures sont capables de sécréter plusieurs types de mycotoxines. Pour qu'il puisse y avoir une production éventuelle de mycotoxines, il faut que, à un moment précis, une moisissure produisant des toxines soit présente. La présence d'une moisissure, même potentiellement toxique, ne garantit pas la présence de mycotoxines et l'absence de moisissures ne signifie pas nécessairement l'absence de mycotoxines (Moujouenpou, 2008).

I.2.5.1.2 Facteurs extrinsèques (ensemble des conditions écologiques)

Ils sont de nature physique, physico-chimique et chimique. Les éléments qui participent principalement à la biodétérioration, c'est-à-dire aux diverses altérations biochimiques et organoleptiques d'un écosystème, incluent la température, le pH, l'humidité et les ravageurs. (Boudra *et al.*, 2002).

I.2.5.1.2.1 Température

Les moisissures ont généralement un caractère mésophile. Ils se développent de manière optimale entre 20 et 25°C, leur croissance étant généralement faible à 5 et 35°C. Les conidies des espèces mésophiles ne germent pas en dessous de 5°C, mais elles restent viables pendant une longue période, et des températures sous -20°C n'ont pas d'effet létal sur les conidies. Plusieurs moisissures indésirables telles que *P. expansum*, *P. verrucosum* et *P. viridicatum* sont psychrotrophes. Elles peuvent se multiplier graduellement à des températures en dessous de 4°C. On retrouve souvent ces moisissures dans la dégradation des aliments stockés à basse température. Les carcasses de viande fraîche entreposées trop longtemps en réfrigérateur se

couvrent de colonies fongiques de différentes couleurs, avec *Cladosporium herbarum* comme espèce dominante (Tannous *et al.*, 2024).

I.2.5.1.2.2 pH des aliments

En ce qui concerne le pH, les moisissures présentent une tolérance bien plus grande que les bactéries, ces dernières préférant généralement des pH situés entre 7 et 8. En général, la plupart des moisissures prospèrent à des pH variant de 3 à 8, avec une croissance optimale habituellement observée pour des pH allant de 5 à 6. Du fait de leur acidité ($\text{pH} < 6$), la plupart des aliments comme les légumes, les fruits et la viande présentent une susceptibilité accrue aux altérations fongiques plutôt qu'aux bactériennes (Garcia *et al.*, 2023).

I.2.5.1.2.3 Tension d'oxygène

Invariablement, les moisissures requièrent de l'oxygène pour se développer normalement. Toutefois, pour un grand nombre d'entre elles, le développement n'est que peu ou pas du tout influencé par des concentrations dix fois inférieures (2,1%) à celles trouvées dans l'atmosphère. *Byssoschlamys fulva* et *B. nivea* peuvent même se développer avec une concentration d'oxygène de 0,27%. Ainsi, les produits emballés sous une faible concentration en oxygène ne sont pas immunisés contre la contamination par des moisissures (Carins-Fuller *et al.*, 2005).

I.2.5.1.2.4 Disponibilité en eau

Le développement des moisissures est facilité par l'humidité. Pour continuer à croître, le mycélium doit se procurer de l'eau libre (accessible). Les moisissures dans les graines exploitent l'humidité contenue dans les espaces entre les grains, qui est déterminée par la balance entre l'eau libre à l'intérieur du grain (contenu en eau du grain) et l'eau sous forme de vapeur présente autour du grain (Reboux, 2006).

L'activité de l'eau (AW) fait référence à la concentration de l'eau interstitielle. Dans l'eau libre, il n'y a pas de diffusion des exo-enzymes fongiques vers le substrat et vice versa ; cependant, une fois la dépolymérisation du substrat effectuée, les molécules simples peuvent se diffuser à l'intérieur de la cellule fongique. Ce paramètre peut fluctuer de 0 (pour des substrats retenant toute l'eau) à 1 (pour des substrats où toute l'eau est accessible). Le développement de moisissures est favorisée par des valeurs caractéristiques de ce facteur qui varient de 0,70 à 0,99.

Une activité en eau inférieure à 0,60 n'est pas propice à la croissance des moisissures, cependant elle ne conduit pas à la mort des conidies. Théoriquement, le chocolat, les épices, les aliments déshydratés (ou légèrement hydratés) et les laits en poudre protégés de la réhydratation ne devraient pas subir d'altération fongique (**Dantigny et al., 2024**).

I.2.5.1.2.5 Substrat

La nature et la quantité du substrat peuvent affecter le pouvoir sécréteur des toxines (**Reboux, 2006**). Effectivement, une proportion élevée de sucres et/ou de lipides favorise la production de toxines. Effectivement, les substrats plus riches en sucres et en lipides tels que les céréales et les oléagineux ont tendance à favoriser la production de mycotoxines par rapport aux substrats ayant une haute teneur en protéines. Certains sucres tels que le glucose, le mannose, le fructose et le saccharose stimulent la production d's par *A. flavus*. On a testé le fer, le zinc et le cuivre pour leur effet sur la production d'AFs et d'OTs. Tous ces éléments encouragent la production de ces deux toxines à des niveaux moindres que 10 mg/L de milieu, cependant le zinc est celui qui influence le plus la croissance et la production d'AFs. Il est possible que l'influence du fer et du cuivre soit attribuée à leur fonction en tant que catalyseurs de la peroxydation des lipides (**Alpert et al., 2023**).

Grâce aux avancées en chimiotaxonomie, il a été prouvé que les profils des substances produites varient selon qu'on prélève la moisissure sur son substrat naturel ou à partir d'une culture réalisée en boîte de Petri, même pour la même espèce. Un exemple particulièrement significatif est celui de *Penicillium roqueforti*, qui ne parvient pas à produire une toxine (roquefortine) dans le fromage de Roquefort, alors qu'en culture in vitro, il peut sécréter un métabolite extrêmement toxique. Toutefois, le profil métabolique varie selon que l'on emploie un milieu de culture complexe (naturel) ou défini (chimique) (**Bouras et Strelkov, 2010**).

I.2.5.2 Facteurs biologiques

I.2.5.2.1 Prédateurs

Les insectes et les acariens contribuent indirectement à la production de mycotoxines en servant de transporteurs pour les spores de moisissures ; ils facilitent leur intrusion dans les parties internes des graines par les dommages qu'ils infligent. Par conséquent, l'infestation de

l'arachide, du coton et du maïs par *A. flavus* et/ou les AFs avant la récolte est fréquemment associée à une attaque d'insectes. Lors du processus de conservation, des grains abritant des charançons présentent une importante population de moisissures et occasionnellement des mycotoxines (Murphy *et al.*, 2006). Les rongeurs et les oiseaux se comportent de façon comparable sur des stocks de céréales non protégés (Barzen *et al.*, 2024).

I.2.5.2 Interactions entre micro-organismes

La production de mycotoxines est modulée par la coexistence de micro-organismes (bactéries et champignons), où une compétition s'installe entre divers types de moisissures. La présence d'*A. niger* dans le même environnement inhibe la production d'aflatoxines par *A. flavus*. Habituellement, la coexistence de multiples espèces fongiques sur un même aliment entraîne un effet inhibiteur sur la production de toxines. Cela est dû à la fois à la concurrence pour le substrat et au fait que certaines souches ont la capacité de décomposer la toxine générée. (Kokkomen *et al.*, 2005).

I.2.5.3 Facteurs chimiques

L'utilisation d'insecticides diminue l'émergence des mycotoxines, soit par une action antifongique directe sur la moisissure, soit en évitant les dommages aux graines causés par les insectes et les acariens. Il est néanmoins important d'être prudent lors de l'utilisation de ces substances. Effectivement, quelques recherches ont démontré que la production de mycotoxines est stimulée à une concentration sub-létale (Almeida *et al.*, 2023). Des tests *in vivo* réalisés sur des vignobles démontrent l'efficacité de molécules actives telles que le « Switch » (fludioxonil et cyprodinil) pour lutter contre la prolifération des genres *Aspergillus* et *Penicillium*. Le « Mikal » (fosétyl-Aluminium et folpet) est l'unique antifongique qui présente les concentrations les plus basses en OTA dans les moûts et les vins (ITV France, 2003). Selon Bouras *et al.* (2003), l'emploi de « Mikal » a entraîné une hausse du total des isolats fongiques, tandis que l'utilisation de « Switch » a conduit à leur réduction, en comparaison avec le groupe témoin (Mathieu *et al.*, 2007). De façon similaire, le nombre d'isolats producteurs d'OT, a été réduit grâce à « Switch », en comparaison avec le témoin sans traitement. Toutefois, le recours à « Mikal » n'a pas réduit la quantité d'isolats producteurs d'OTA (Lebrihi *et al.*, 2007).

Des concentrations du fongicide systémique tridémorphe variant de 6 à 8 ppm stimulent la prolifération de *F. sporotrichoides* tout en réduisant la production de la T-2. Cependant, des concentrations de 30 à 50 ppm freinent fortement la croissance du moisissure et amplifient considérablement la production de toxine (Al-Hatmi et al., 2024).

L'exposition des *A. niger* à des concentrations spécifiques de fongicide agit comme un facteur de stress pour ces moisissures, qui réagissent en augmentant leur production d'OTA. Par conséquent, la génération de mycotoxines peut servir de mécanisme de défense pour les moisissures productrices face à un facteur de stress (Wang et al., 2024). Tout comme cela, la citrinine sert d'agent de défense solaire pour *P. verrucosum* (Frisvad et al., 2024). On ne doit pas non plus sous-estimer l'impact d'autres éléments (climatiques, culturels) pour comprendre l'effet inattendu de ces fongicides.

Cependant, il est important de noter que l'espèce *A. carbonarius* est qualifiée de moisissure agressive (Battilani et Giorni et Pietri, 2003) qui n'exige pas de facteur externe pour envahir les raisins sains et y générer de l'OTA.

I.2.6 Règlementation et impact économique liés aux mycotoxines

Actuellement, les mycotoxines qui suscitent le plus d'inquiétudes sont soumises à une réglementation (AFs, OTA, FMN et ZER...).

Le règlement européen (CE) N°1881 / 2006, publié le 19 décembre 2006 (JOCE du 20/12/2006), traite des limites maximales pour divers contaminants présents dans les aliments destinés à la consommation humaine. Ce texte va au-delà du sujet des contaminations dues aux mycotoxines. Les articles n°7 et de 21 à 38 traitent plus particulièrement des mycotoxines.

Le 28 septembre 2007, la Commission a modifié le règlement (CE) No 1881/2006 par le biais du règlement (CE) No1126/2007, se concentrant sur l'établissement de limites maximales pour certains contaminants dans les aliments, notamment les toxines de *Fusarium* présentes dans le maïs et ses dérivés. Le règlement (CE) N°105/2010 de la Commission du 5 février 2010, qui traite de la fixation de niveaux maximaux pour certains contaminants dans les produits alimentaires (épices), a apporté des modifications à ce dernier concernant l'OTA.

En ce qui concerne les AFs, la commission s'est rassemblée le 26 février 2010 et a publié un rapport (No165/2010) portant sur l'établissement de limites maximales pour certains contaminants dans les aliments (c'est-à-dire les arachides, les noix et autres oléagineux) en lien avec les AFs (**Hadjeba-Medjdoub, 2012**).

Il est également nécessaire que la réglementation considère d'autres dimensions politiques et économiques. Selon la FAO (Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture), près d'un quart de la production alimentaire mondiale est susceptible d'être contaminé par les mycotoxines, ce qui représente approximativement 1 milliard de tonnes chaque année. Il est extrêmement ardu d'estimer avec certitude les pertes économiques liées aux mycotoxines (**Wu, 2011**). Food and Drug Administration (FDA) des États-Unis a estimé, sur la base d'un modèle, que les pertes dues aux aflatoxines, DON et fumonisines s'élèvent à 392 millions de dollars aux États-Unis (**CAST, 2003**). Plus les règles sont sévères, plus la quantité de matières premières à éliminer sera grande. Ceci pourrait engendrer d'importantes difficultés économiques pour les nations qui exportent des produits agricoles, des problèmes qu'il est difficile d'évaluer et de mettre en perspective par rapport au risque lié aux mycotoxines. L'adoption des normes suggérées par le Codex alimentarius par certains pays en développement est un défi qui nécessite une balance entre nutrition et santé que les pays développés peinent à comprendre.

Pour éviter une réglementation excessive, elle est toujours en cours d'évaluation dans plusieurs nations (**Jard, 2009**). L'impact de l'application des réglementations par les organismes européens et internationaux est particulièrement lourd pour les pays en voie de développement. Les pays en développement subissent diverses pertes économiques.

Les pertes ne sont pas uniquement dues aux cultures et au bétail, elles incluent également les dépenses liées à la conformité réglementaire (**ARC, 2011**). Par exemple, Bankole et Adebajo (2003) ont noté que, suite à la réglementation, les exportations de produits agricoles, notamment les arachides provenant des pays en développement, avaient fortement baissé, engendrant d'importantes pertes économiques pour les nations productrices. Les marchés d'exportation peuvent être gravement affectés par les pertes dues à des envois refusés et à une chute des prix liée à la qualité (**Bhat et Vasanthi, 2003**). Selon la Commission du Codex Alimentarius (2014), en 2011, l'Argentine, la Chine, l'Inde et l'Afrique du Sud ont enregistré respectivement 37, 60,

136 et 12 refus. Selon des prévisions de la Banque mondiale, le changement de politique de l'UE entraînerait une diminution de 64% des importations de céréales, fruits secs et noix en provenance des pays africains tels que le Tchad, l'Égypte, la Gambie, le Mali, le Nigéria, le Sénégal, l'Afrique du Sud, le Soudan et le Zimbabwe. Cela représenterait un manque à gagner d'environ 670 millions de dollars américains par an pour ces pays africains (**Bankole et Adebajo, 2003**).

Selon **Wu et al. (2011)**, l'étendue des impacts économiques et des effets sur la santé liés à l'ingestion d'aliments contaminés par l'aflatoxine dans les nations en développement reste inconnue due à un déficit de données. D'après leur analyse, mesurer les pertes économiques et évaluer l'impact de l'aflatoxine sur la santé incitera les ministères de la santé à mettre en œuvre les normes.

L'importance des impacts sur la santé humaine inclut le coût lié à la mortalité, le coût de la perte de productivité lorsqu'une personne décède prématurément, les absences au travail dues aux hospitalisations ainsi que le coût des soins de santé, qu'ils soient publics ou privés (**Bhat et Vasanthi, 2003; Montet et al., 2019**).

I.2.7 Impact des mycotoxines sur l'alimentation humaine et animale :

Bien qu'il existe de nombreuses espèces de moisissures toxigènes, seules quelques mycotoxines, en particulier celles qui affectent les céréales (maïs, blé, orge, avoine et riz) et les arachides, sont considérées comme importantes pour l'homme (**Lewis et al., 2005; Desjardins et Proctor, 2007**). La mycotoxine la plus connue, l'AF, un puissant hépatocarcinogène humain, est produite par *A. flavus* et *A. parasiticus*. Ces moisissures sont présentes dans les climats chauds et produisent de l'aflatoxine dans les cultures de maïs et d'arachide soumises à un stress dû à la sécheresse. Elles affectent également ces cultures et de nombreuses autres denrées (coprah, coton, poivre) qui sont stockées dans des conditions de température et d'humidité inadéquates (**Jeswal & Kumar, 2015**).

Il existe 24 espèces toxigènes de *Fusarium* qui sont de plus en plus considérées comme ayant un effet important sur la santé humaine et animale. *Fusariumgraminearum*, responsable de la brûlure de l'épi et de la pourriture de l'épi, produit une variété de mycotoxines puissantes, notamment le déoxynivalénol, la ZEN et la fusarine. *C. F. sporotrichioides* produit la T-2 et des

composés apparentés qui étaient responsables de la toxicose humaine à grande échelle en Europe de l'Est mentionnée ci-dessus (**Vaughan et al.,2024**).

Les épidémies de brûlure de l'épi et de pourriture de l'épi du maïs par *Fusarium* sont chroniques dans les zones céréalières d'Asie ainsi que dans certaines régions d'Afrique et d'Amérique du Sud. Les autorités de santé publique de ces régions signalent une toxicose humaine aiguë due au déoxynivalénol. L'effet de l'exposition chronique aux trichothécènes (qui sont des immunosuppresseurs) n'est pas connu. Les toxines de *F. moniliforme*, à savoir les fusarines et les FMN, sont très préoccupantes à l'heure actuelle. La présence de ces toxines dans le maïs en Afrique australe et certaines régions de Chine peuvent expliquer les taux élevés de cancer de l'œsophage dans ces régions. Il existe un certain nombre d'autres espèces de moisissures, notamment *Aspergillus* et *Penicillium*, qui produisent des mycotoxines dans de mauvaises conditions de stockage. L'OT est considérée (**Pinto et al.,2024**), la mycotoxine la plus importante de cette catégorie (**Desjardins & Proctor, 2007**).

Il n'existe pas d'informations sur l'étendue précise de la contamination par les mycotoxines et sur la cooccurrence de diverses mycotoxines dans différentes denrées à l'échelle mondiale. Les données du Programme conjoint PNUE/FAO/OMS de surveillance de la contamination des aliments indiquent que « la plupart des céréales surveillées aux États-Unis et en Union soviétique, et dans une moindre mesure au Guatemala et au Kenya, contenaient des niveaux de 90e percentile supérieurs à 5–20 mg/kg, les niveaux réglementaires pour les aliments dans la plupart des pays ». Les données provenant de 185 000 échantillons d'arachides provenant du Brésil, du Guatemala, d'Irlande, du Mexique, de Suisse, du Royaume-Uni, des États-Unis et de l'URSS indiquent que, pour tous les échantillons sauf 1 %, les niveaux de 90e percentile d'AFs étaient inférieurs à 20 mg/kg (**Gruber-Dorninger et al.,2024**).

Bien qu'il n'existe pas de preuves solides, les résultats de ces enquêtes suggèrent que dans certaines situations, jusqu'à 50 % des céréales peuvent être contaminées par des mycotoxines. Certaines années, la teneur en déoxynivalénol du blé a été estimée à plus de 500 mg/kg dans certains pays (**Varga et al., 2024**).

Les céréales de la plus mauvaise qualité (lorsqu'elles sont disponibles) sont utilisées pour l'alimentation animale. Les aliments pour animaux contenant des ingrédients tels que des

tourteaux d'oléagineux, des tourteaux d'arachide, de coton et de noix de coco ou du gruu de maïs contiennent souvent des mycotoxines (**Gallo et al., 2024**). La conversion des aliments en protéines animales est toujours réduite par la présence de mycotoxines. De plus, les mycotoxines ont un effet négatif sur la santé animale et la fertilité est diminuée. Lorsque les animaux ingèrent des aliments contaminés, certaines toxines peuvent être métabolisées et rester dans le lait, la viande et les œufs. La présence de mycotoxines dans les produits d'origine animale, comme les aflatoxines et les OTs dans le lait, la viande et les œufs, est préoccupante dans certains pays (**Schatzmayr et al., 2023**). Les niveaux de toxines telles que les AFs et les OTs présentes dans ces sources secondaires sont bien inférieurs à ceux des produits agricoles. Cependant, leurs niveaux dans ces produits, en particulier le lait, sont strictement réglementés dans la plupart des pays développés. Les effets de cette source de toxines sur la santé humaine peuvent être modestes dans les pays développés en raison des réglementations sur la sécurité des aliments pour animaux et de la mise en commun du lait dans les laiteries. Cependant, dans les pays en développement où les animaux sont susceptibles de consommer des aliments pour animaux contaminés par des mycotoxines et sont traités individuellement au niveau du ménage, les niveaux de toxines peuvent être plus élevés. Malgré cela, la présence de mycotoxines dans les produits d'origine animale dans certaines zones à haut risque fait l'objet de peu d'attention (**Kiarie et al., 2024**).

I.2.8 Prévention et moyens de lutte des mycotoxines dans les aliments :

À l'heure actuelle, la plupart des travaux de recherche se concentrent sur le choix de matières premières moins contaminées et sur les méthodes visant à réduire la contamination des divers aliments. La surveillance, l'identification et la gestion des mycotoxines dans les produits transformés destinés à la consommation représentent aussi un défi majeur (**Nguyen Minh Tri, 2007**).

La disponibilité croissante de techniques modernes et efficaces facilite grandement l'expansion rapide des données sur la biologie des champignons producteurs de mycotoxines (**Taniwaki, 2019**). La combinaison de ces ensembles de données avec des méthodes informatiques avancées, notamment l'analyse de divers projets de séquençage du génome axés sur les phytopathogènes fongiques, a un impact positif sur l'état actuel des connaissances (**Bhatnagar et al., 2008**). Grâce à cela, il est possible d'améliorer les connaissances des scientifiques dans le domaine des processus moléculaires régulant la production de mycotoxines

(Parra *et al.*,2015;Cary *et al.*,2018) . Des études visent à déterminer la relation entre l' AW et la température sur la croissance et la synthèse de mycotoxines dans des conditions environnementales spécifiques, ce qui incite les scientifiques à associer les conditions appropriées au risque de développement de mycotoxines (Magan et Medina,2016) . Les conditions environnementales optimales pour le développement des espèces fongiques ne sont pas toujours propices à la production de métabolites secondaires (Garcia-Cela *et al.*,2018).

Les conditions environnementales jouent indéniablement un rôle important dans la production de mycotoxines (Navale *et al.*,2021) . Les conditions des pays tropicaux et subtropicaux sont particulièrement importantes. Chauds et humides, ils favorisent la propagation de moisissures libérant des mycotoxines, entraînant une contamination sans précédent des aliments destinés à l'alimentation humaine et animale. On dispose de peu d'informations sur les pertes liées à la contamination par les mycotoxines dans les pays tropicaux et subtropicaux (Dada *et al.*,2021) , malgré leur prévalence dans les produits alimentaires, en raison des conditions favorables à leur développement (Chilaka *et al.*,2018; Ankwasa *et al.*,2021) .

Les températures élevées étant plus propices à la croissance des moisissures, il est important de surveiller en permanence l'évolution du climat. On s'attend à ce que le changement climatique ait un impact significatif sur la sécurité sanitaire des produits essentiels de l'industrie alimentaire. Un élément clé de cette influence est la contamination des cultures par les moisissures et leurs métabolites secondaires. L'impact du changement climatique sur les moisissures mycotoxinogènes nécessite d'étudier les effets de l'interaction entre les niveaux élevés de CO₂, la hausse des températures et la sécheresse sur la croissance et la production de mycotoxines par les principales espèces de moisissures présentes dans les céréales et les noix.

Les moisissures producteurs de mycotoxines pourraient s'acclimater aux facteurs liés au changement climatique, ce qui pourrait aggraver les maladies induites par les mycotoxines et aggraver l'infection des matières premières de base, comme les céréales (Akbar *et al.*,2017) . Actuellement, les chercheurs contribuent à identifier les régions où l'impact maximal en termes de contamination par des moisissures mycotoxinogènes et de toxines primaires des cultures pourrait se produire. Cependant, ces travaux sont entravés par le manque de données fiables sur l'impact des facteurs d'influence du changement climatique (Baazeem *et al.*,2017) .

Ceci est extrêmement important car les céréales constituent l'une des principales sources de nourriture pour les animaux et les humains. Face à l'augmentation de la population mondiale, il est de plus en plus nécessaire d'augmenter les rendements et de minimiser les risques de perte des cultures agricoles, principalement des céréales. Généralement, les céréales récoltées sont stockées pendant une certaine période afin d'assurer la continuité des approvisionnements tout au long de l'année. Par conséquent, pendant le stockage, les pertes économiques causées par la détérioration de la quantité et de la qualité des céréales peuvent devenir très importantes. La perte de céréales est généralement causée par une détérioration de leur qualité due à une contamination fongique, qui peut survenir avant et pendant le stockage. Les moisissures nuisibles peuvent être classées selon leur dominance à différents stades de croissance et de récolte des cultures, influencée par des facteurs environnementaux tels que l'AW et les exigences éco-physiologiques **(Rodriguez et al.,2017)** .

Dans le cas des céréales, les principales espèces de moisissures appartiennent aux genres *Aspergillus* et *Penicillium*, qui peuvent produire des métabolites secondaires nocifs pour les animaux et les humains. Le type et l'état du grain, l'environnement et les facteurs biologiques peuvent également influencer la présence et la dominance des moisissures mycotoxigènes dans le grain stocké. Les principaux facteurs environnementaux affectant les moisissures et les mycotoxines des céréales sont la température et l'AW **(Maanna et Kim,2017)** . Avant la récolte **(Figure 6)**, les espèces de moisissures hygrophiles dominent et disparaissent généralement après quelques mois de stockage. Après la récolte, ces espèces de moisissures sont remplacées par des espèces de moisissures mésophiles qui persistent pendant le stockage. Les espèces de moisissures xérophiles sont les espèces dominantes présentes dans les conditions de stockage lorsque l'activité de l'eau chute au-delà des limites de croissance des espèces de moisissures hydrophiles et mésophiles. Le groupe de moisissures le plus xérotolérant est le genre *Aspergillus*, suivi du genre *Penicillium* **(Fleurat-Lessard,2017)**.



Figure 6 .Mycotoxines qui contaminent le plus souvent les céréales avant et après la récolte. (Bryden,2012;Cole *et al.*,2013).

Le maïs est l'une des céréales les plus sensibles à la contamination par les moisissures et les mycotoxines. Dans une étude (Gil-Serna *et al.*,2020), une étude approfondie a été menée tout au long du cycle de production du maïs afin de détecter les cas de contamination par des moisissures productrices de mycotoxines et son lien avec la présence de mycotoxines dans le maïs stocké. Les résultats ont indiqué que les espèces d'*A. flavus* et de *Fusarium* sont capables de coloniser le maïs plus tôt dans le cycle de production. La présence de mycotoxines dépend principalement des conditions environnementales favorables à la contamination par les moisissures (Lee et Ryu,2017) .Afin de prévenir le développement des mycotoxines et des moisissures qui les produisent, on distingue un certain nombre de méthodes naturelles, chimiques, physiques et biologiques et l'application de la démarche HACCP (Hazard Analysis Critical Control Point).

I.2.8.1 Le système HACCP

D'après Magan et Olsen. (2004) , l'approche HACCP est particulièrement recommandée pour combattre les mycotoxines, et ce pour diverses raisons :

- Les mycotoxines ont tendance à être des composés stables qui, une fois formés, sont difficiles à éliminer et peuvent survivre plusieurs phases des traitements utilisés dans le secteur agroalimentaire.
- L'analyse des mycotoxines est souvent complexe, onéreuse et demande beaucoup de temps.
- La présence de mycotoxines dans un produit final est généralement due à des incidents et des conditions qui touchent les produits bien en amont dans le processus de production. Il se pourrait donc qu'une stratégie totalement préventive couvrant l'intégralité de la chaîne d'approvisionnement des produits de base soit extrêmement efficace.

Cependant, selon le règlement de l'Union européenne sur l'hygiène des aliments n° 852/2004 (**EU, 2004**), l'application du système d'analyse des risques et maîtrise des points critiques (HACCP) à la production primaire n'est pas encore couramment réalisable (ce n'est pas pratique). D'après une recherche réalisée en France par **Cerf et Donnat. (2011)**, l'application complète du système HACCP au stade de la production primaire n'est pas possible, et la sécurité alimentaire est assurée par l'application rigoureuse de bonnes pratiques d'hygiène (BPH) au sein de l'exploitation agricole.

I.2.8.2 Méthodes chimiques et physiques :

Il a été démontré qu'après la récolte, les métabolites secondaires peuvent être éliminés par des méthodes naturelles telles que la radiothérapie, l'isolation thermique et le plasma à basse température (**Awuchi et al.,2021**) , ainsi que par des méthodes chimiques telles que l'oxydation, l'hydrolyse, la réduction et l'absorption, et par des méthodes biologiques utilisant des agents biologiques (**Lyagin et Efremenko,2019**). Cependant, les méthodes de détoxification chimique et physique présentent de nombreuses limites : elles entraînent une perte de nutriments, sont longues et inefficaces, et nécessitent un équipement coûteux. Les pratiques physiques d'élimination des mycotoxines comprennent la classification, le tri et l'élimination des parties manifestement contaminées (**Lao,2020**).

Les méthodes physiques comprennent également le séchage, le lavage, le nettoyage, le tri, le broyage, la cuisson, l'irradiation, l'extrusion, le chauffage par micro-ondes et le pelage

(**Varzakas et al.,2020**) . Les méthodes chimiques comprennent le traitement des graines à l'ammoniaque, l'application de chitosane et l'ozonation (**Pirouz et al.,2020**) .

I.2.8.3 Méthodes biologiques

Les méthodes biologiques s'avèrent plus spécialisées, plus efficaces et plus respectueuses de l'environnement (**Mu et al.,2019**) . Les méthodes de contrôle biologique de la contamination par les mycotoxines incluent, par exemple, l'utilisation de bactéries. Certaines d'entre elles ont une capacité de liaison aux mycotoxines dans les aliments ou les liquides (**Ben Taheur et al.,2019**). *Flavobacterium aurantiacum* B-184 s'est avérée être la seule bactérie, parmi plus de 1 000 testées pour une éventuelle dégradation des AFs, capable d'éliminer irréversiblement ces dernières des solutions. Les levures représentent également une stratégie biologique pour lutter contre les mycotoxines, car elles produisent des composés antimicrobiens aux effets bénéfiques sur les animaux et les humains ; en revanche, elles peuvent se développer rapidement sur de nombreux milieux en bioréacteurs. Une autre méthode est la fermentation (**Ademola et al.,2021**) , une méthode relativement peu coûteuse de désinfection des mycotoxines qui peut être utilisée à la fois pour améliorer les ingrédients alimentaires et pour réduire, voire éliminer, les métabolites secondaires (**Zadeike et al.,2021**) .

I.2.8.4 Méthodes naturelles

Actuellement, les méthodes naturelles de prévention des mycotoxines gagnent en popularité. Par conséquent, l'utilisation de pratiques agronomiques spécifiques peut jouer un rôle clé dans la réduction des niveaux de contamination par les mycotoxines en contrôlant leur biosynthèse ainsi que la contamination et la croissance des moisissures pendant la culture (**Munkvold ,2003**). Dans le cas du maïs, céréale essentielle utilisée dans l'industrie, des pratiques agricoles spécifiques sont mises en place pour réduire le risque de contamination par les mycotoxines. Parmi elles, le semis précoce est l'une des meilleures pratiques. Des études montrent que pour réduire le risque de contamination par les FMNs, il est clairement nécessaire de semer tôt (**Prson et al.,2012; Camardo et al. ,2015**) , qui sont les principales mycotoxines fréquemment détectées dans les grains de maïs sous les climats tempérés. Retarder le semis des grains de maïs peut augmenter le risque de contamination non seulement par les FMNs, mais aussi par le déoxynivalénol et l'AF (**Scarpino et al.,2017**).

Choisir la période de semis optimale pour chaque région est probablement la meilleure technique pour contrôler la contamination du maïs par les principales mycotoxines. Cependant, à ce jour, environ 400 mycotoxines différentes ont été identifiées dans de nombreuses plantes et produits, dont plusieurs dans le maïs (**Kos et al.,2016**) . Certaines mycotoxines ont été identifiées comme émergentes (**Schwab et al.,2013**) et n'ont pas encore fait l'objet d'une étude scientifique approfondie. L'Autorité européenne de sécurité des aliments (EFSA) a besoin de données sur la présence de ces métabolites dans les céréales afin d'évaluer le risque d'exposition de la population européenne et de réaliser une évaluation des risques (**Blandino et al.,2017**) . L'effet des bonnes pratiques agricoles (BPA), couramment utilisées pour contrôler la contamination du maïs par les FMNs et la contamination par d'autres mycotoxines, suscite également un vif intérêt. Ainsi, il sera possible de créer des programmes de terrain permettant de minimiser le risque global pour les grains de maïs. Comme les mycotoxines émergentes peuvent être produites par d'autres espèces de *Fusarium* écologiquement différentes des producteurs de FMN, ainsi que par d'autres espèces de moisissures, une connaissance détaillée des conditions environnementales et agronomiques favorables à leur apparition est essentielle (**Giordano et al.,2017**).

Les stratégies visant à prévenir la contamination des cultures par les mycotoxines avant récolte comprennent, outre les BPA, les bonnes pratiques de fabrication (BPF), qui garantissent des facteurs environnementaux appropriés, et des pratiques de stockage favorables (**Luo et Liu et Lu,2018**) . En général, les BPA comprennent (**Adebiyi et al., 2019**) :

- Mise en œuvre d'un programme de rotation des cultures ;
- Utilisation d'insecticides, de fongicides et d'herbicides homologués pour lutter contre les dégâts causés par les insectes et les infections fongiques ;
- Élimination des mauvaises herbes ;
- Traitement approprié du lit de semences ;
- Analyse du sol pour déterminer la nécessité d'ajouter des engrais.

De plus, l'utilisation d'agents de lutte biologique, tels que les moisissures antagonistes, constitue une stratégie importante avant la récolte pour prévenir la contamination des céréales, des raisins et des pommes par les mycotoxines (**Mauro et al.,2019**) . En termes de pratiques de stockage favorables, la température et l'humidité de stockage sont des facteurs clés pour la croissance des moisissures et la production de mycotoxines (**Agriopoulou et al.,2020**) .

Selon (**Matumba *et al.*,2021**) , pour prévenir la contamination par les mycotoxines, il est nécessaire d'appliquer les cinq clés de la prévention et du contrôle des mycotoxines dans les céréales :

1. Maintenir la vigueur et la santé des plantes : une plante forte et saine est capable de lutter contre les ravageurs et les maladies, y compris les moisissures.
2. Réduction des populations fongiques toxiques pendant la croissance et le stockage. Bien que les moisissures soient omniprésentes, certains environnements en abritent davantage que d'autres, ce qui accroît le risque de contamination par les mycotoxines. Éviter et limiter les populations fongiques réduit le risque de contamination par les mycotoxines.
3. Réduire rapidement la teneur en eau des grains et éviter leur réhydratation. Une humidité élevée des grains récoltés et une forte humidité ambiante sont des facteurs critiques de prolifération fongique et de contamination par les mycotoxines.
4. Péricarpe protecteur : les structures externes de la graine, telles que l'enveloppe et le tégument, constituent la première ligne de défense contre la contamination fongique.
5. Purification et élimination des composants à haut risque des mycotoxines (moisissures/maladies, fractions immatures et endommagées, saletés et débris). Les mycotoxines sont concentrées dans les grains moisiss, cassés, endommagés par les insectes, ridés et immatures, ainsi que dans les saletés et débris (**Ngoma *et al.*,2021**) .

I.2.8.5 Nouvelles méthodes

Les nouvelles stratégies de détoxification incluent l'utilisation, entre autres, de nanoparticules et d'extraits de plantes (**Agriopoulouet *al.*, 2020**) .

Les plantes et leurs substances biologiquement actives sont considérées comme des sources sûres et respectueuses de l'environnement, utilisables pour lutter contre les moisissures dans l'alimentation humaine et animale (**Gbashi *et al.*,2020**) . Elles sont jugées plus abordables et offrent une approche synergique comme mesures de protection contre la contamination fongique/mycotoxine, tout en stimulant les voies de défense naturelles des tissus végétaux

(Shephard *et al.*,2019 ;Meng *et al.*,2020). De plus, elles possèdent des propriétés antimicrobiennes, antioxydantes et anticancéreuses. Elles sont également capables de réduire les effets toxiques et génotoxiques des mycotoxines (Powers *et al.*,2019) . Des études récentes sont en cours sur l'utilisation potentielle d'agents végétaux comme biofongicides et nutraceutiques pour inhiber la croissance fongique et la contamination par les mycotoxines dans l'alimentation humaine et animale (Dikhoba *et al.*,2019 ;Kavitha *et al.*,2020). Par exemple, les effets antifongiques et antimicotoxigènes d'extraits de stévia sauvage contre *A. flavus*, *A. ochraceus*, *A.niger* et *F. moniliforme* ont été démontrés (Naidu *et al.*,2020) . De plus, les huiles essentielles se sont révélées efficaces pour moduler la croissance des moisissures mycotoxigènes tels que *A.favus*, *A. oryzae*, *A. niger*, *Alternaria alternata*, *F. moniliforme*, *F. graminearum*, *Penicillium citrinum* et *P. viridicatum* ainsi que les mycotoxines apparentées (Badr *et al.*,2018 ;Thipe *et al.*,2020) .

En termes de réduction des mycotoxines, de nouvelles approches ont montré que la contamination par les FMNs pouvait être réduite par la détoxification d'une enzyme microbienne. Dans une étude (Pongpisutta *et al.*,2021), la bactérie *Serratia marcescens* 329-2 a été identifiée chez le maïs comme présentant une forte activité de réduction de FB1. Une hydrolase et une transférase à expression accrue dans les cellules bactériennes ont également été trouvées, ce qui pourrait indiquer un potentiel de développement d'enzymes réduisant FB1 (Rattanakreetakul *et al.*,2021). Les résultats de ces études ont montré que les enzymes hydrolase et transférase, capables de coopérer à la dégradation des FMNs, présentaient une expression élevée par rapport à leurs niveaux dans les échantillons témoins. Ces études ont montré que *Serratia marcescens* 329-2 est une nouvelle bactérie ayant le potentiel de réduire FB1, et la production d'enzymes réduisant FB1 devrait être étudiée plus en détail (Keawmanee *et al.*,2021).

D'autres études, menées sur la dégradation de l'AF (Fang *et al.*,2020) , ont montré que la dégradation microbienne est une méthode efficace et attractive pour éliminer l'AFB1. Dans cette étude (Chen *et al.*,2020) ,*A. niger* RAF106 a été capable de dégrader efficacement l'AFB1. La capacité d'enzymes ou de protéines intracellulaires présentant une excellente thermotolérance à dégrader l'AFB1 en métabolites peu ou pas mutagènes a été vérifiée. De plus, l'analyse de la séquence génomique a montré que le moisissures était considéré comme sûr en raison de l'absence de gènes de virulence et de groupes de gènes nécessaires à la synthèse des mycotoxines.

Ces résultats indiquent qu'*A.niger* RAF106 et ses enzymes ou protéines intracellulaires présentent un potentiel prometteur pour une utilisation commerciale dans la transformation des aliments pour animaux et des produits alimentaires, ainsi que dans l'industrie pour la détoxification de l'AFB1 (Zhong *et al.*,2020).

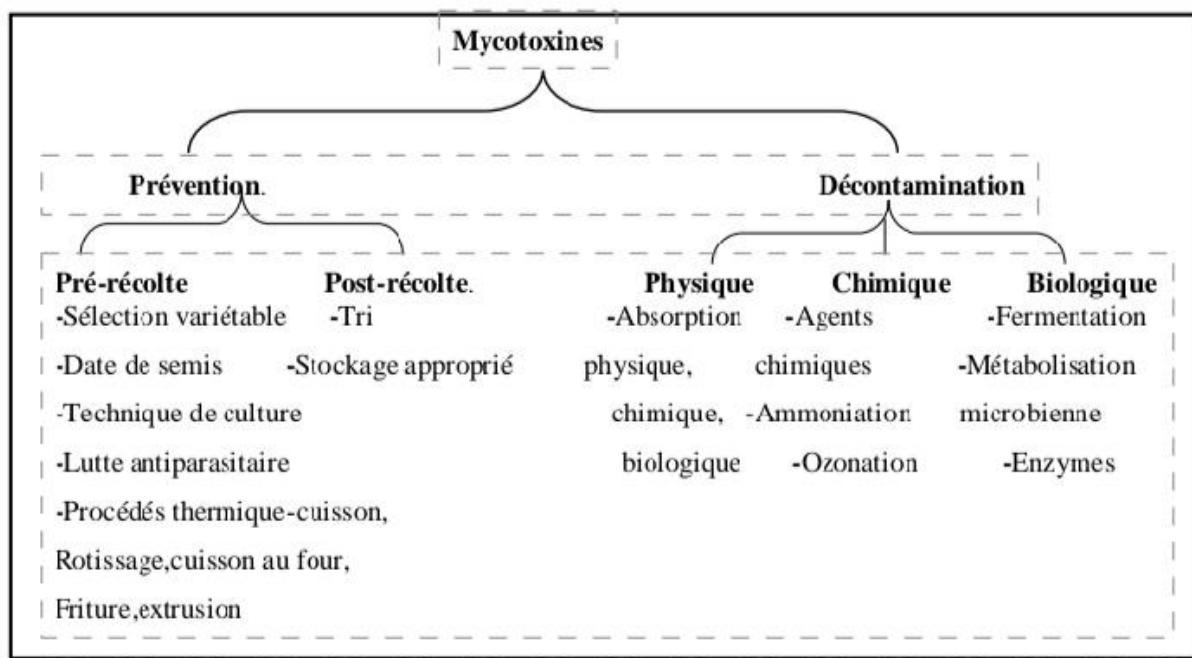


Figure 7. Stratégies conventionnelles de prévention et décontamination des mycotoxines (Pankaj, 2018).

II. Méthodes d'extraction et de quantification des mycotoxines

L'analyse de la présence de mycotoxines dans diverses matrices repose sur une large gamme d'outils analytiques, permettant des déterminations aussi bien qualitatives que quantitatives. L'optimisation des méthodes d'extraction et de purification des mycotoxines, couplée à l'utilisation d'équipements chromatographiques associés à des détecteurs spectrométriques de masse (tels que la spectrométrie de masse à trappe ionique linéaire, le triple quadripôle, la spectrométrie de masse en tandem ou encore la spectrométrie de masse à temps de vol quadripôle), constitue un enjeu majeur pour garantir des mesures précises. Ces approches méthodologiques sont essentielles pour établir les limites de détection et de quantification, définir les critères d'identification et assurer la précision, la reproductibilité et la répétabilité des analyses.

Les seuils maximaux ou recommandés de mycotoxines dans différentes matrices varient considérablement, englobant notamment les niveaux tolérés pour les nourrissons et les animaux. Par ailleurs, leur surveillance et l'évaluation de l'exposition sont des exigences réglementaires imposées par les autorités et les systèmes de sécurité alimentaire.

Les organismes de régulation en matière d'alimentation humaine et animale ne se limitent pas à la détection des mycotoxines : ils s'intéressent également à leurs effets toxicologiques. Pour une évaluation approfondie, des essais *in vivo* et *in vitro* sont indispensables, servant de référence pour la mise en place de mesures de contrôle et de prévention de l'exposition aux mycotoxines dans les études de consommation alimentaire. Actuellement, la recherche se concentre principalement sur les mycotoxines réglementées, notamment les AFs, les FMNs et les TCTs, ainsi que sur les toxines émergentes comme les enniatines et la beauvéricine, particulièrement chez les adultes. En revanche, très peu d'études ont exploré la présence de mycotoxines dans les produits destinés aux nourrissons.

Une détection rapide, spécifique et hautement sensible des mycotoxines est essentielle pour mieux appréhender l'ampleur de la contamination. Toutefois, plusieurs défis subsistent, notamment la diversité des matrices, des cibles et des environnements, ainsi que les contraintes liées aux délais d'analyse, aux niveaux de détection et à la disponibilité des technologies adaptées. L'un des facteurs clés dans le développement de méthodes analytiques précises et

sensibles est l'effet de la matrice. Ce dernier désigne l'influence de l'ensemble des composants présents dans un échantillon, à l'exception de l'analyte d'intérêt, sur le processus de quantification. Lorsqu'un élément spécifique est identifié comme interférant, il est qualifié d'interférence.

L'effet de la matrice peut entraîner soit une atténuation, soit une amplification du signal analytique, conduisant à une sous-estimation ou une surestimation des concentrations de mycotoxines. Par conséquent, il joue un rôle déterminant dans la précision, l'exactitude et la sensibilité des analyses. Cet impact est d'autant plus critique que les mycotoxines sont des molécules aux structures chimiques variées, présentes dans des matrices complexes. Ainsi, l'identification et la surveillance de la contamination des denrées alimentaires et des aliments pour animaux par les mycotoxines ont été au cœur des efforts internationaux et nationaux au fil du temps.

Pour une détection précise et rapide des mycotoxines dans les céréales brutes et les produits céréaliers, le recours à des techniques analytiques sensibles est essentiel, compte tenu des risques toxicologiques pour la santé humaine et animale. De plus, cette approche est indispensable pour évaluer l'exposition et vérifier la conformité aux seuils réglementaires définis par les États-Unis, l'Union européenne et diverses organisations internationales. L'analyse des mycotoxines suit généralement un processus en plusieurs étapes : extraction de la toxine à l'aide d'un solvant adapté, purification pour éliminer les interférences, puis identification et quantification via un dispositif analytique approprié.

II.1 Méthodes de préparation des échantillons

L'identification des mycotoxines dans les matrices alimentaires repose sur une série d'étapes rigoureuses, comprenant la collecte, la préparation, l'extraction et le nettoyage des échantillons. Ces étapes sont interdépendantes et essentielles pour garantir une détection fiable et précise (Janik *et al.*, 2021). La phase de prétraitement est indispensable, bien qu'exigeante en temps, car elle impacte directement la précision, la reproductibilité et la limite de détection (LOD). L'application de techniques de prétraitement adaptées permet de réduire les interférences, d'améliorer la détection des traces et d'optimiser la longévité des instruments analytiques tout en facilitant l'isolement des mycotoxines. L'évolution des technologies et des matériaux influence

également l'amélioration des procédures de préparation des échantillons (**Huertas-Perez et al., 2018 ; Jix et al., 2023**).

L'échantillonnage constitue l'étape initiale de l'analyse des mycotoxines. Il est primordial d'obtenir un échantillon représentatif, car la contamination n'est généralement pas homogène et peut se concentrer sur des zones localisées (**Cheli et al., 2009 ; Ala et al., 2023**). L'hétérogénéité des structures moléculaires des mycotoxines et leurs différentes propriétés physico-chimiques (solubilité dans des solvants polaires et apolaires) posent un défi supplémentaire pour leur extraction. Par exemple, les solubilités dans l'eau du DON, du ZEN, de l'AFB1 et de l'OTA sont respectivement de 16 µg/mL, 100 µg/mL, 55 mg/mL et 0,4 µg/mL, ce qui complique leur extraction simultanée à l'eau (**Karlovsy et al., 2016**).

Fin 2022, environ 5 500 études ont été publiées sur les stratégies d'extraction des mycotoxines, mettant en évidence l'intérêt croissant pour l'isolement de toxines individuelles ou multiples. L'extraction par solvants organiques (éthanol, méthanol, acétonitrile, chloroforme) est couramment utilisée dans le secteur agroalimentaire (**Juan et al., 2005 ; Bart et al., 2020**). Toutefois, en raison des préoccupations environnementales et sanitaires, leur utilisation tend à être limitée. Des méthodes alternatives, comme QuEChERS, ainsi que des techniques sans solvant, ont été développées. Certains polymères, tels que le polyéthylène glycol, des détergents et des solubilisants protéiniques (albumine sérique bovine, BSA), sont également utilisés pour extraire les mycotoxines par vapeur surchauffée. Ces composés sont intégrés dans des kits commerciaux, notamment ceux de Romer Labs (**Aquai et al., 2011 ; Perestrelo et al., 2019**). Par ailleurs, certains composés naphtylés, comme l'acide naphthalène-1,5-disulfonique, facilitent l'extraction des mycotoxines grâce à leurs propriétés hydrophobes (**Jiang et al., 2020**).

La préparation des échantillons doit permettre d'obtenir une solution où les mycotoxines sont entièrement extraites, garantissant ainsi une quantification fiable (**Scott et al., 1970 ; Betina, 1985**). La contamination est généralement exprimée en ng/g, en comparant la concentration dans l'échantillon analysé avec celle de l'extrait dans le tampon d'extraction (**Kan et al., 2021**).

Le prétraitement des échantillons de noix est une étape essentielle pour garantir la fiabilité de l'analyse des mycotoxines, bien qu'il soit chronophage et composé de multiples phases, telles que la collecte, l'homogénéisation, l'extraction et le nettoyage (**Hepsag et al., 2014**). Ce processus

permet notamment de limiter l'effet matrice, c'est-à-dire l'influence de composés non ciblés présents dans l'échantillon sur les résultats analytiques (Bumbangi *et al.*, 2016 ; Kanik et Kabak, 2019). Cet effet peut interférer avec la quantification précise des mycotoxines, entraînant une sous-estimation ou une surestimation des concentrations réelles (Zhang *et al.*, 2020).

Pour pallier ces limitations, différentes techniques de préparation d'échantillons ont été développées afin d'améliorer la sensibilité, la précision et la sélectivité de l'analyse (Zhang *et al.*, 2020 ; Bian *et al.*, 2020). Ces méthodes incluent notamment l'extraction en phase solide (SPE), la dispersion sur phase solide (MSPD), l'extraction liquide-liquide dispersive (DLLME) et la micro-extraction en phase solide (SPME). La figure 8 illustre ces techniques appliquées aux échantillons de noix.

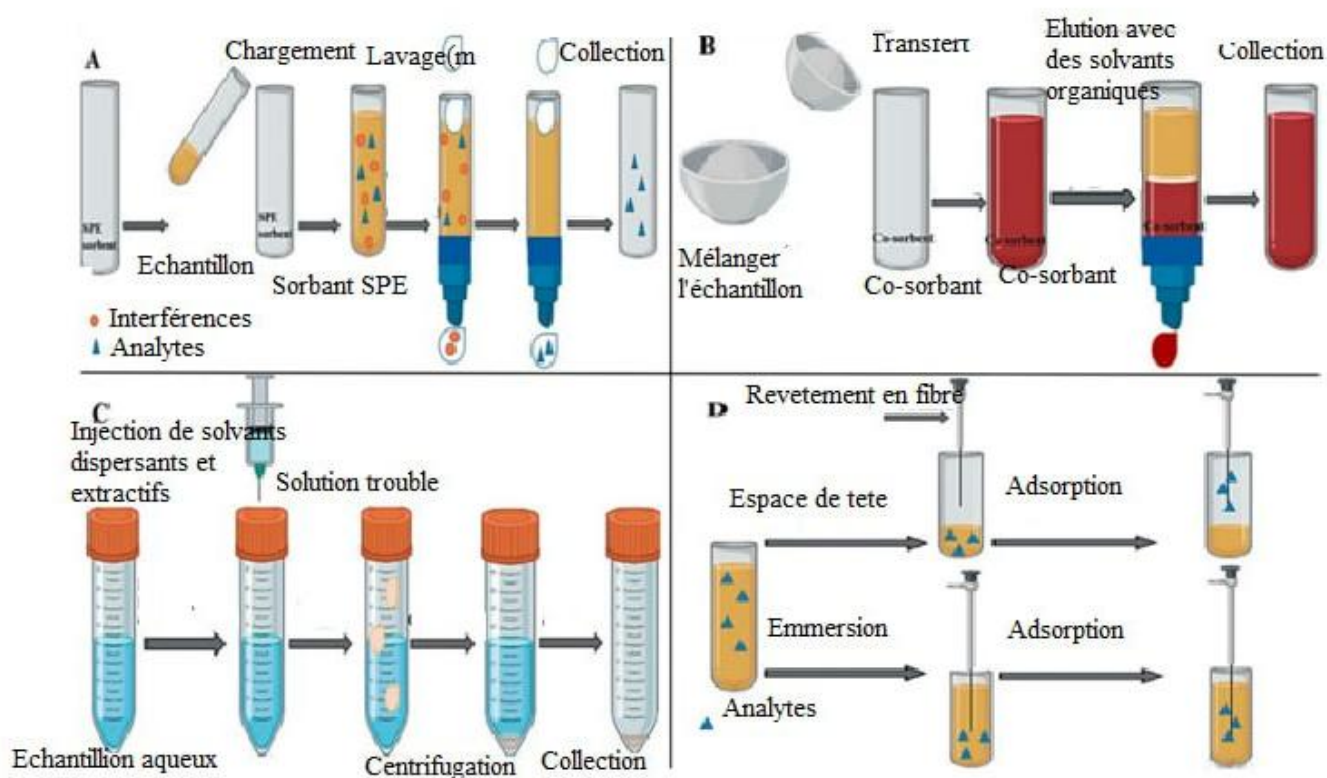


Figure 8. Procédure des diverses méthodes de prétraitement des échantillons de noix: (A): SPE: MSPD,(C): DLLME,(D): SPME (Hellany *et al.*,2023)

II.2 Méthodes conventionnelles utilisées

L'extraction solide-liquide (ESL) est une méthode fréquemment employée pour l'extraction des mycotoxines en raison de sa simplicité et de l'absence de besoin en instrumentation sophistiquée. Pour les substrats secs, une étape d'hydratation est indispensable afin d'améliorer l'extraction des mycotoxines et d'optimiser les phases de purification ultérieures. Le choix du solvant d'extraction est primordial et doit être adapté à la matrice de l'échantillon ainsi qu'aux mycotoxines ciblées. L'optimisation du type de solvant utilisé est une étape clé pour améliorer le rendement d'extraction.

Huertas-Pérez *et al.*, (2018) ont obtenu des résultats satisfaisants en utilisant 100 % d'ACN pour l'extraction des AFs du riz blanc, avec des taux de récupération supérieurs à 85 % et un écart relatif normalisé (DRN) inférieur à 5 %. Cependant, l'emploi d'ACN pur pour le riz brun a conduit à des récupérations insuffisantes (44 à 80 %). Pour pallier ce problème, le rapport solvant/eau a été ajusté, et l'extraction finale a été réalisée avec 100 % d'ACN pour le riz blanc et un mélange ACN/H₂O (8:2, v/v) pour le riz brun, avec des récupérations comprises entre 84,5 % et 105,3 %, tout en maintenant les DRN en dessous de 6 %.

Pachol *et al.* (2017) ont développé une méthode d'extraction rapide pour analyser les mycotoxines comme les aflatoxines (B1, B2, G1, G2), FB1 et ZEA dans les flocons de blé. Trois solvants d'extraction ont été testés, avec des taux de récupération élevés pour l'ensemble des composés. L'extraction du FB1 a été particulièrement difficile en raison de son poids moléculaire élevé et de ses nombreuses interactions chimiques. Le méthanol, plus polaire et acide que l'ACN, a permis d'améliorer les taux de récupération. Pour des résultats optimaux (75,16 % à 97,66 %), un mélange MeOH/ACN/H₂O (60:20:20, v/v/v) a été retenu.

Toutefois, les solvants organiques classiques (ACN, MeOH) présentent des risques pour la santé et l'environnement. L'essor de la chimie verte a suscité un intérêt croissant pour les solvants eutectiques profonds (SEF), considérés comme une alternative écologique aux solvants conventionnels. Ces solvants sont obtenus par interaction entre plusieurs composés biodégradables et non toxiques via des liaisons hydrogène. Ils présentent de nombreux avantages : absence de toxicité, éco-responsabilité, stabilité thermique élevée, faible pression de vapeur et grande flexibilité d'usage (**Tan *et al.*, 2016**).

Par ailleurs, les méthodes d'extraction sous pression liquide (PLE) et son dérivé, l'extraction d'eau sous-critique (SWE) ou extraction d'eau chaude sous pression (PHWE), sont particulièrement efficaces pour l'élimination des contaminants des échantillons alimentaires. Contrairement à la PLE, qui utilise des solvants organiques sous pression, la SWE repose sur l'eau pure, offrant ainsi une approche plus respectueuse de l'environnement. Une étude de **Miró-Abella *et al.* (2018)** a montré que l'utilisation de la SWE avec un solvant aqueux contenant 1 % d'acide formique, suivie d'une purification par SPE, permet d'obtenir des taux de récupération satisfaisants pour les TCTs dans différentes céréales, pseudo-céréales et graines oléagineuses.

II.3 Méthodes basées sur l'extraction en phase solide

Les techniques d'extraction en phase solide (SPE) constituent une approche essentielle dans la préparation des échantillons, notamment pour la purification et la concentration des analytes avant leur analyse. Elles sont particulièrement employées pour traiter des matrices complexes telles que les céréales. Le principe repose sur l'adsorption sélective des composés d'intérêt sur une phase solide, suivie de leur élution à l'aide d'un solvant adapté, permettant ainsi leur séparation des substances interférentes.

II.3.1 Extraction en phase solide

L'extraction en phase solide SPE est principalement utilisée pour séparer, purifier et concentrer les composés d'intérêt, en réduisant les interférences de la matrice et en améliorant la sensibilité de détection. Cette technique est largement adoptée en raison de ses nombreux avantages, notamment la réduction de l'utilisation de solvants, une pré-concentration efficace et un taux de récupération élevé. L'évolution des phases stationnaires, des méthodes de micro-extraction et des technologies en temps réel a permis d'élargir les applications de la SPE.

Le protocole classique de SPE comporte quatre étapes principales : (1) le pré-conditionnement de la phase solide, (2) le chargement de l'échantillon, (3) le rinçage pour éliminer les impuretés, et (4) l'élution des composés d'intérêt (**Yu *et al.*, 2023**). Le choix de l'adsorbant est crucial et dépend de la polarité des analytes ciblés. Les adsorbants se répartissent en quatre grandes catégories : (1) phases inversées (C18, C8) pour les composés apolaires à faiblement polaires ; (2) phases normales (CN, NH₂, Florisil) pour les composés polaires ; (3) échangeurs d'ions (SAX, PRS, PSA) ; et (4) adsorbants spécifiques tels que les colonnes Oasis

HLB, les colonnes d'immuno-affinité (IAC) et PRiME (**Hu et al., 2022**). Les adsorbants HLB, SAX et IAC sont parmi les plus utilisés pour l'extraction des mycotoxines (**Luo et al., 2022**), et leur sélection est souvent optimisée pour améliorer la purification.

Dans l'étude de **Dong et al. (2019)**, la capacité de purification de deux cartouches SPE et de trois adsorbants a été comparée dans le cadre du protocole QuEChERS (Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged and Safe) pour l'élimination de sept mycotoxines présentes dans les fruits et légumes. Les résultats ont montré que QuEChERS n'était pas suffisamment efficace pour éliminer les pigments et donnait des taux de récupération faibles avec différents adsorbants. À l'inverse, les cartouches HLB ont fourni les meilleurs taux de récupération (85 % à 108 %), indiquant leur supériorité en matière de purification. En outre, les adsorbants à empreinte moléculaire (MIP), contrairement aux SPE classiques, peuvent être réutilisés sans perte significative de leur capacité de reconnaissance. Par exemple, **Rico-Yuste et al. (2018)** ont utilisé la MISPE pour l'analyse de l'Alternariol (AOH) et de l'Alternariol monométhyl éther (AME) dans les denrées alimentaires.

Gab-Allah et al. (2022) ont employé des IAC spécifiques aux T-2 et HT-2 pour leur extraction à partir de produits céréaliers. Après un lavage à l'eau, l'éthanol a été utilisé pour éluer les toxines ciblées. Cette méthode a permis d'atteindre des taux de récupération satisfaisants (78,6 % à 98,6 %), avec une précision intra-jour et inter-jour inférieure à 7 %, tout en assurant une excellente sélectivité sans interférences sur les chromatogrammes. De plus, il est possible de coupler les IAC à d'autres dispositifs pour améliorer la purification et l'enrichissement.

Dans une autre étude, **Ye et al. (2019)** ont combiné une colonne de purification multifonctionnelle (MFC) à une IAC pour l'extraction des aflatoxines (B1, B2, G1 et G2) dans le thé noir. Cette approche a permis de réduire significativement les interférences de la matrice, améliorant ainsi la qualité des résultats analytiques.

La SPE est également adaptée à l'extraction d'échantillons liquides ou comme étape de purification après une extraction initiale d'échantillons solides comme le maïs. De nombreuses cartouches SPE sont disponibles, utilisant des mécanismes de rétention chimique variés pour minimiser les effets de matrice. Le choix de la cartouche dépend de la composition de

l'échantillon et des caractéristiques chimiques des analytes. Les colonnes en phase inversée contenant du C18 sont fréquemment utilisées dans les protocoles de décontamination des mycotoxines dans les matrices alimentaires (**Pamel *et al.*, 2011 ; Wang *et al.*, 2013 ; Scarpino *et al.*, 2019**).

Une analyse comparative de l'efficacité de récupération a été réalisée sur différents sorbants C18 dans le cadre de l'étude de mycotoxines réglementées et émergentes. Des échantillons de maïs vierges, enrichis conformément au protocole d'extraction antérieur, ont été soumis à une extraction SLE suivie de SPE. Cinq mL d'extraits (sur un total de 20 mL) ont été traités sur diverses cartouches SPE C18 : (1) Oasis PRiME HLB 6cc, (2) Oasis HLB 6cc, (3) Sep-Pak Vac C18 6cc, (4) Sep-Pak Vac C18 3cc et (5) Bond Elut Varian 6cc. La cartouche Bond Elut C18, à base de silice modifiée, se distingue par ses caractéristiques de non-rétention spécifiques.

II.3.1.1. Évolution des matériaux dans les colonnes SPE

Les colonnes d'extraction sur phase solide (SPE) jouent un rôle clé dans la purification des échantillons alimentaires grâce à leur capacité de détection moléculaire hautement sélective. Cependant, leur utilisation est parfois entravée par certaines limitations, notamment celles des (IAC), qui peuvent être sensibles à la matrice de l'échantillon, coûteuses et complexes à se procurer.

Face à ces contraintes, les (MIP) se présentent comme une alternative prometteuse. Ils offrent une meilleure stabilité et un coût réduit tout en garantissant une sélectivité accrue et une réutilisabilité améliorée, comme l'ont démontré les travaux de **Lhotská *et al.* (2018)** et **Rico *et al.* (2018)**.

Une autre avancée dans le domaine des adsorbants SPE réside dans l'utilisation des aptamères, sélectionnés pour leur forte affinité avec leurs cibles. Selon **Zhang *et al.* (2021)**, l'intégration d'aptamères modifiés en tant que monomères fonctionnels dans les colonnes SPE améliore significativement la spécificité et la reproductibilité, en particulier pour l'enrichissement de traces ultra-fines.

Par ailleurs, l'essor des nanomatériaux a ouvert de nouvelles perspectives pour les colonnes SPE. Le graphène, par exemple, se distingue par sa surface spécifique élevée et ses propriétés exceptionnelles, qui en font un excellent adsorbant pour l'élimination des contaminants. Les études de **Stoller *et al.* (2008)** et **Soldano *et al.* (2010)** soulignent son potentiel dans l'amélioration des performances des colonnes SPE.

Les colonnes SPE basées sur la silice modifiée, telles que les colonnes HAS, constituent également une avancée notable. Elles permettent une extraction plus efficace des mycotoxines dans les échantillons d'huile, comme l'ont démontré les recherches de **Zhou *et al.* (2017)**.

L'intégration des liquides ioniques (ILs) comme sorbants représente une percée importante vers une approche plus respectueuse de l'environnement. Grâce à leur grande stabilité thermique et leur efficacité d'extraction, les ILs constituent une alternative fiable et écologique pour l'isolement des contaminants alimentaires, comme l'a mis en évidence **Fang *et al.* (2018)**.

L'ensemble de ces progrès dans le domaine des adsorbants SPE ouvre la voie à des solutions optimisées pour la détection et l'élimination des contaminants alimentaires, renforçant ainsi la sécurité des denrées et la protection de la santé publique.

Une innovation majeure dans la technologie SPE réside dans l'adoption des techniques en ligne. Contrairement aux méthodes classiques nécessitant un traitement manuel des échantillons, la SPE en ligne permet une automatisation complète, assurant une préparation rapide et précise. Cette approche réduit le risque d'erreurs expérimentales et limite l'utilisation de solvants organiques. D'après **Bian *et al.* (2023)**, elle représente une solution efficace pour accélérer les analyses tout en garantissant une précision optimale.

Enfin, les IAC, basées sur des anticorps spécifiques, restent largement utilisées pour la purification des mycotoxines (**Cahill *et al.*, 1999 ; Pascale *et al.*, 2003**). Dans ces colonnes, les anticorps fixés capturent les toxines, tandis que les composants non ciblés sont éliminés par lavage. La toxine est ensuite libérée par dénaturation du complexe anticorps-mycotoxine à l'aide d'un solvant. Cette technique offre une précision, une exactitude et une sensibilité supérieures par rapport à d'autres méthodes de purification. Les colonnes commerciales existantes sont dédiées à l'analyse des AFs, de l'OA, des FMNs, de la ZEA, du DON et des T2/HT-2. Toutefois, l'IAC

présente certaines limitations, notamment une sélectivité imparfaite vis-à-vis des analogues des mycotoxines (3AcDON, 15AcDON) et d'autres métabolites tels que le déépoxyDON (**Valenta et Danicke, 2005**).

II.3.2. Extraction par phase solide magnétique

La MSPE repose sur la dispersion homogène d'un adsorbant magnétique dans le milieu d'échantillonnage, permettant une séparation rapide et un enrichissement efficace de l'analyte ciblé sous l'effet d'un champ magnétique externe. Contrairement à la SPE conventionnelle, la MSPE constitue une alternative performante qui évite les étapes laborieuses telles que le conditionnement de l'adsorbant et le transfert des échantillons, tout en réduisant les risques de colmatage des colonnes.

Au cours des dernières années, cette technologie a suscité un intérêt croissant dans la communauté scientifique. L'efficacité et la rapidité du processus MSPE dépendent fortement des propriétés physico-chimiques de l'adsorbant magnétique. Des adsorbants de nouvelle génération, tels que les réseaux organiques covalents magnétiques (MCOFs) et les structures organométalliques magnétiques (MOFs), sont actuellement en développement. La magnétite (Fe_3O_4) est l'agent magnétique le plus couramment utilisé pour conférer des propriétés magnétiques à ces matériaux.

L'intégration de la MSPE à d'autres technologies vise à accroître encore l'efficacité du procédé. **Wei et al. (2023)** ont développé une méthode de MSPE assistée par vortex pour l'extraction des mycotoxines dans le maïs, obtenant des taux de récupération optimaux associés à des temps d'adsorption et de désorption réduits. Par ailleurs, les nanotubes de carbone magnétiques (M-CNTs) se révèlent prometteurs comme adsorbants en raison de leurs caractéristiques structurelles et de surface exceptionnelles. **Han et al. (2017)** ont mis au point une méthode efficace utilisant des nanoparticules magnétiques multi-parois (MWCNTs) pour purifier et enrichir la ZEA et ses dérivés dans le maïs, aboutissant à une réduction significative des interférences matricielles et à une amélioration des taux de récupération.

La MSPE se profile aujourd'hui comme une approche rapide, durable et à haut rendement pour l'extraction et la préconcentration des contaminants à partir de matrices complexes (**Yang et**

al., 2020). Cette méthode connaît un engouement croissant grâce aux progrès réalisés dans la conception de sorbants magnétiques, qui ont récemment démontré d'excellentes capacités d'adsorption. Ces sorbants, généralement composés de nanoparticules magnétiques (NPM) fonctionnalisées, jouent un rôle déterminant dans l'efficacité et la sélectivité de l'extraction (**Q. Fu et al.**, 2023). La **Figure 9** illustre le processus standard de la MSPE appliqué à l'extraction des analytes.

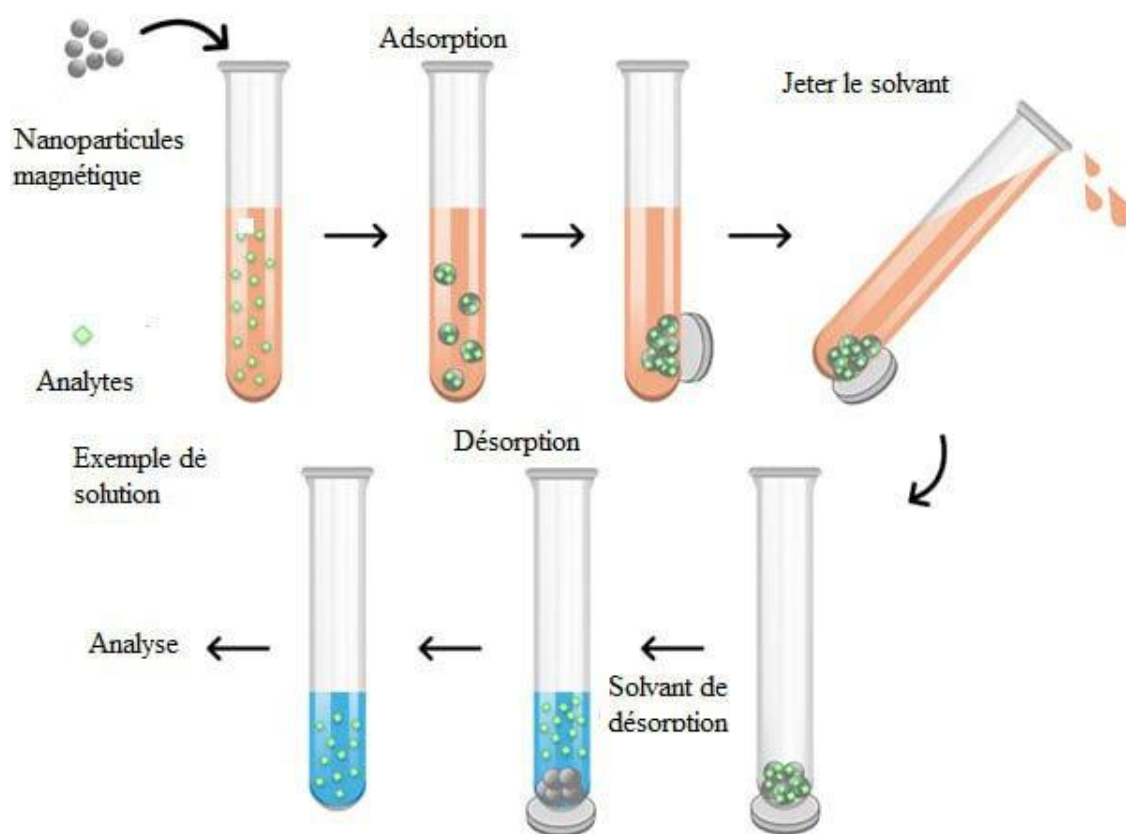


Figure 9. Procédure générale MSPE pour l'extraction des analytes (**Gao et al.**, 2011).

II.3.2.1 Polymères à empreintes moléculaires (MIP)

Les polymères (MIP) sont des matériaux synthétiques conçus pour reconnaître spécifiquement des molécules cibles, en imitant les récepteurs biologiques grâce à des cavités spécifiques formées lors de leur synthèse (**Jayasinghe et al.**, 2021 ; **Kaya et al.**, 2023). Celle-ci

repose sur l'association d'un analyte modèle avec des monomères fonctionnels et des agents de réticulation. Les interactions peuvent être covalentes, semi-covalentes ou non covalentes, ces dernières étant les plus utilisées pour leur simplicité et efficacité (**Kaya et al.,2023**),. Une fois la polymérisation achevée, la molécule modèle est éliminée, laissant un polymère tridimensionnel aux sites complémentaires à l'analyte cible (**Speltini et al.,2017**) .

L'application des MIP à l'extraction des mycotoxines est plus complexe, non pas à cause d'un manque de groupes fonctionnels adaptés, mais en raison de leur toxicité et de la disponibilité limitée des standards commerciaux. Un problème critique est l'élimination incomplète du modèle, pouvant entraîner des contaminations et des erreurs systématiques. L'utilisation de molécules factices imitant l'analyte permet de limiter ce risque (**Baggiani et al.,2008**) .

Les MIP sont compatibles avec les principes de la chimie verte en raison de leur réutilisabilité et de leur stabilité. Cependant, pour obtenir des MIP réellement "verts", l'usage de réactifs non toxiques reste un enjeu important, bien que des avancées aient été réalisées en ce sens (**Madikizela et al.,2018**). Malgré leurs nombreux avantages, les MIP présentent encore des limitations telles qu'un transfert de masse lent ou une faible capacité de liaison (**Kaya et al.,2023**).

Pour améliorer leurs performances, des nanoparticules magnétiques ont été intégrées, donnant naissance aux MIP magnétiques (MMIP). Leur synthèse suit généralement quatre étapes : préparation et fonctionnalisation du substrat magnétique, polymérisation, puis élimination du modèle. Les recherches actuelles explorent des méthodes innovantes comme la polymérisation sol-gel, l'électropolymérisation ou la polymérisation radicalaire par transfert d'atomes (**Jia et al;2024**).

Les MMIP suscitent un grand intérêt pour l'extraction des mycotoxines dans des matrices complexes. Le revêtement du noyau magnétique, souvent constitué de magnétite (Fe_3O_4), est crucial : il peut être réalisé à l'aide de silice ($\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{SiO}_2$) (**Cavaliere et al .,2019 ; Piovesana et al.,2020 ; Fu et al.,2020 ; Calahorra-Rio et al.,2022**) ou de polydopamine ($\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{PDA}$).

(**Hu et al.,2021**), afin d'augmenter la stabilité et la fonctionnalisation. Des MMIP développés par Cavaliere et al. ont permis la détection du ZEN dans diverses céréales telles que le maïs, le tapioca et le blé.

Les monomères fonctionnels, comme l'acide méthacrylique (MAA), sont couramment utilisés pour la détection de mycotoxines telles que les AF, le PAT ou d'autres composés (**Pan et al.,2017 ;Wang et al.,2022**). Cependant, leur toxicité environnementale soulève des préoccupations (**Sverdrup et al. ,2001**). En réponse, les liquides ioniques apparaissent comme une alternative plus écologique dans la synthèse des MIP. Enfin, le recours à des molécules modèles factices, structurellement proches des mycotoxines mais non toxiques, est une stratégie clé pour concevoir des MIP efficaces (**Wang et al.,2022**).

II.3.3 Micro-extraction en phase solide

La préparation des échantillons repose fréquemment sur la technique (SPE). Toutefois, ce procédé peut s'avérer long, complexe et coûteux en raison de ses nombreuses étapes. Pour surmonter ces limitations, des approches innovantes ont été explorées, telles que l'extraction en phase solide microdispersive (μ -SPE), s'inscrivant dans la tendance actuelle de miniaturisation et de simplification des méthodes analytiques. Cette technique repose sur l'utilisation de micro- ou nano-adsorbants, permettant une adsorption efficace des analytes cibles tout en réduisant les coûts et l'impact environnemental.

Mohebi et al. (2022) ont notamment utilisé un matériau de type MOF (Metal-Organic Framework) à base de vitamines comme sorbant dans une méthode de D- μ -SPE (Dispersive Micro-Solid Phase Extraction) pour extraire les AFs d'échantillons commerciaux de soja. Cette approche a démontré une efficacité d'extraction élevée ainsi qu'un temps d'analyse considérablement réduit, offrant ainsi des perspectives prometteuses.

Plusieurs études récentes ont également été consacrées à l'utilisation de la SPE dans le contexte de l'analyse des mycotoxines. **Bian et al. (2023)** ont examiné diverses techniques de préparation d'échantillons utilisées pour l'identification des mycotoxines dans les denrées alimentaires, en mettant l'accent sur le (SPE) et l'extraction liquide-liquide (LLE), y compris leurs variantes miniaturisées. Par ailleurs, **Cavalera et al. (2024)** ont mis en évidence l'utilisation

de polymères (MIPs) comme agents de sorption pour la purification et la préconcentration des mycotoxines, en détaillant plusieurs méthodes décrites dans la littérature scientifique. Dans le même ordre d'idées, **Cardoso et al. (2023)** ont étudié l'application des MIPs pour l'extraction d'échantillons en ligne en chromatographie liquide, en présentant des cas d'application récents.

Par ailleurs, l'extraction assistée par micro-ondes (MAE) constitue une alternative écologique et performante. Cette technologie utilise les micro-ondes pour chauffer rapidement le solvant, réduisant ainsi de manière significative la durée de l'extraction. Par exemple, un protocole optimisé de MAE propose l'utilisation de l'acétonitrile (ACN) comme solvant, chauffé à 60 °C pendant 5 minutes, permettant d'atteindre une bonne linéarité ainsi qu'une précision acceptable (**Kalogiouri, 2021**). Comparées aux méthodes conventionnelles telles que Soxhlet, ces techniques d'extraction à haute énergie favorisent le transfert des aflatoxines depuis les matrices alimentaires vers les solvants d'extraction, grâce à une température et une pression appliquées de manière contrôlée. Toutefois, elles peuvent entraîner la co-extraction de composés indésirables issus de la matrice (**Zhang et al., 2020**).

II.3.4 Extraction solide-liquide (ESL)

La sélection du solvant d'extraction représente une étape cruciale dans l'obtention de composés à partir de matrices solides complexes, compte tenu de la diversité chimique des mycotoxines. Les solvants organiques puissants sont généralement les plus adaptés à l'extraction de composés tels que les AFs, l'OTA et la ZEA, tandis que les (FB) et l'acide mycophénolique (MPA) sont mieux extraits à l'aide de solvants aqueux et/ou acides (**Sulyok et al., 2006 ; Lattanzio et al., 2007**).

La première étape de cette étude consistait à définir le ratio optimal et la quantité de solvant acide à utiliser afin d'optimiser l'extraction des analytes ciblés dans le cadre de cette recherche.

II.4 Perspectives fondées sur l'extraction liquide-liquide

Les approches basées sur l'extraction liquide-liquide présentent un potentiel considérable, offrant des solutions efficaces aux défis contemporains liés à la séparation et à la purification des composés chimiques. Ces techniques ouvrent également la voie à des applications innovantes dans divers domaines industriels et scientifiques.

II.4.1 Extraction liquide-liquide assistée par la salinité (SALLE)

Si le (SPE) reste une technique de préparation des échantillons couramment employée, elle se révèle toutefois inadaptée au dépistage à grande échelle en raison de son coût élevé et de sa complexité opérationnelle. La (SALLE) constitue une alternative prometteuse, permettant une séparation optimisée des analytes par l'ajout de sels inorganiques au mélange d'échantillons aqueux et de solvants organiques miscibles avec l'eau. Cette approche se distingue par sa simplicité, son faible besoin en réactifs organiques et son efficacité d'extraction élevée.

Hamed *et al.* (2017) ont ainsi développé une méthode SALLE pour l'extraction des toxines de *Fusarium* dans les laits végétaux fonctionnels, sans nécessiter d'étape de purification supplémentaire. Leur protocole repose sur le mélange de l'échantillon avec du phosphate de dihydrogène de potassium et de l'ACN contenant 5 % d'acide formique, suivi de l'ajout de MgSO_4 , NaCl, citrate de sodium et citrate d'hydrogène disodique afin d'optimiser l'extraction des composés cibles. Dans des conditions optimales, les taux de récupération dépassaient 80 %, tandis que la déviation relative standard (DRS) restait inférieure à 12 %, confirmant ainsi la fiabilité et l'efficacité de la technique SALLE pour le traitement d'échantillons ne nécessitant pas de purification additionnelle.

II.4.2 Microextraction liquide à une seule goutte (SDLLLME)

La (SDLLLME) (*Single Drop Liquid-Liquid Microextraction*), se distingue par sa simplicité, son faible coût, son efficacité temporelle et son impact environnemental réduit. Cette technique est particulièrement adaptée au traitement d'échantillons résiduels et est couramment employée pour diverses matrices.

Le principe de la SDLLLME repose sur une double extraction : dans un premier temps, l'analyte est isolé de la phase aqueuse de l'échantillon et transféré dans une fine couche de solvant organique située en surface. Ensuite, une extraction secondaire s'opère au sein des gouttelettes de phase réceptrice suspendues dans la phase organique. Ce mécanisme facilite la séparation des analytes polaires, retenus dans la phase aqueuse, et des composés moins polaires, extraits dans la phase organique. En réduisant les interférences liées à la matrice de l'échantillon, cette technique optimise simultanément l'extraction, la purification et l'enrichissement des cibles.

À titre d'exemple, une approche SDLLME a été appliquée pour le prétraitement de la patuline dans le jus de pomme, nécessitant seulement 1,5 mL d'acétate d'éthyle et 20 minutes pour une extraction unique. Cette méthode, en contournant les étapes complexes d'extraction, de purification, d'évaporation et de redissolution, limite considérablement les perturbations liées aux matrices sucrées et facilite une extraction rapide, efficace et respectueuse de l'environnement (Bai *et al.*, 2012 ; Li *et al.*, 2018).

II.4.3 Utilisation de la micro extraction dispersive liquide-liquide (DLLME)

La microextraction en phase liquide (LPME) est de plus en plus utilisée en raison de sa faible consommation de réactifs organiques et de son fort coefficient de préconcentration. Parmi les techniques de prétraitement d'échantillons, l'extraction dispersive liquide-liquide (DLLME) se distingue par sa simplicité, sa rapidité, son faible coût et son taux élevé de récupération. Cette approche repose sur un système triphasé : solvant d'extraction, solvant de dispersion et solution aqueuse. La formation de fines gouttelettes permet un contact optimal entre l'analyte et le solvant d'extraction, réduisant ainsi le temps d'analyse.

Salim *et al.* (2021) ont développé une méthode DLLME pour l'extraction de diverses mycotoxines à partir de tiges de riz, obtenant des taux de récupération compris entre 70,2 % et 99,4 %. Afin d'améliorer l'efficacité de l'extraction, des variantes ont été proposées, telles que la DLLME amplifiée par air (AA-DLLME) (Karami *et al.*, 2018), la DLLME assistée par ultrasons (UA-DLLME) (Gursoy *et al.*, 2022) et la DLLME à vortex (VA-DLLME) (Somsusinsin *et al.*, 2018).

Par exemple, Karami *et al.* (2018) ont mis au point une technique AA-DLLME pour la purification et l'enrichissement des aflatoxines (B_1 , B_2 , G_1 et G_2) à partir du riz, obtenant des taux de récupération supérieurs à 90 %. Par ailleurs, l'association de l'impression à jet d'encre avec la DLLME a permis une injection plus précise des échantillons, réduisant ainsi la consommation de solvants organiques. Sun *et al.* (2019) ont ainsi appliqué une DLLME à jet d'encre pour l'extraction des aflatoxines dans le blé, obtenant des résultats prometteurs avec une faible variabilité.

Enfin, l'utilisation de solvants d'extraction écologiques, tels que les liquides ioniques (IL) (**Zhao et al., 2021**), les solvants eutectiques profonds (DES) (**Gursoy et al., 2022**) ou les solvants de faible densité (LDS) (**Somsusinsin et al., 2018**), contribue à limiter l'impact environnemental.

II.5 Extraction des échantillons par la méthode QuEChERS

La méthode **QuEChERS** est aujourd'hui l'une des plus utilisées pour l'extraction et le nettoyage des échantillons, en raison de sa rapidité, de sa simplicité, de son faible coût et de son adaptabilité aux analyses multi-analytes. Développée par **Anastassiades et al. (2003)** pour l'extraction des résidus de pesticides dans les fruits et légumes, elle repose sur deux étapes principales :

- **Extraction liquide-liquide**, généralement avec de l'acétonitrile (ACN), pour récupérer les composés cibles à partir de matrices aqueuses, suivie de l'ajout de sels (MgSO_4 , NaCl) afin de dissocier l'eau de la phase organique et d'assurer la déshydratation.

- **Extraction en phase solide dispersive (dSPE)**, utilisant des adsorbants tels que l'amine secondaire primaire (PSA) ou le sorbant C18 pour purifier l'extrait.

He et al. (2017) ont appliqué cette méthode pour l'extraction du déoxynivalénol (DON) et de la (ZEA) dans les céréales. Après optimisation, un mélange méthanol/acétonitrile (MeOH/ACN , 8:2 v/v) a été sélectionné comme solvant d'extraction, permettant d'obtenir des taux de récupération élevés avec une faible variabilité. Le PSA s'est révélé être le sorbant le plus efficace, et un temps de clarification de 60 secondes a été retenu pour améliorer la purification.

Cependant, la méthode QuEChERS classique utilisant le PSA ou le C18 peut être inefficace pour les échantillons riches en lipides. Pour pallier cette limitation, **Alcántara et al. (2017)** ont mis au point une variante intégrant un adsorbant spécifique aux lipides (EMR). Cette adaptation a permis d'éliminer les interférences et d'améliorer l'extraction des mycotoxines présentes dans les noix comestibles.

II.6 Dispersion de la phase solide dans la matrice

La méthode de prétraitement par (MSPD) repose sur l'homogénéisation d'une faible quantité d'échantillon avec un matériau solide, suivie de l'extraction de la poudre obtenue à l'aide d'un solvant. Cette approche permet d'assurer la séparation, l'extraction et la purification des analytes dans des matrices solides et semi-solides. L'utilisation réduite de supports solides et de solvants contribue à limiter les coûts d'analyse, faisant de cette méthode une alternative plus respectueuse de l'environnement.

Par ailleurs, le dispersant utilisé dans le MSPD améliore la surface de contact avec la molécule cible, favorisant ainsi une dissolution plus rapide. **De Oliveira *et al.* (2017)** ont mis en œuvre cette technique pour l'extraction des FB1 et FB2 à partir de différentes variétés de maïs. Après optimisation, le gel de silice a été choisi comme agent dispersant, tandis que la solution d'extraction ne contenait que 30 % de solvant organique. Un volume d'élution réduit à 6 mL a permis d'obtenir des taux de récupération fiables, compris entre 86 % et 106 %, avec une précision notable (RSD inférieur à 19 %).

Afin d'améliorer encore l'efficacité de l'extraction, **Massarolo *et al.* (2018)** ont associé la technique MSPD à une agitation par vortex pour extraire les AFG2, G1, B2 et B1 à partir de farine de maïs. L'emploi de 25 mg de C18 comme support solide, de 10 mL d'un mélange acétonitrile/méthanol (1:1, v/v) comme solvant d'élution, et d'une agitation de trois minutes ont permis d'atteindre des taux de récupération allant de 85,7 % à 114,8 %. Ces résultats démontrent la pertinence de cette approche pour l'analyse de farines de maïs de granulométrie moyenne et grossière.

II.7 Méthodes alternatives

La méthode PCR ITS-RFLP a été appliquée avec succès pour identifier les champignons filamenteux présents sur les raisins. Après l'extraction de l'ADN, l'amplification des régions ITS par PCR a permis de discriminer 96,3 % des souches testées au niveau spécifique en utilisant seulement quatre endonucléases. Cette approche a ensuite été étendue à l'analyse de 199 isolats de champignons filamenteux issus de divers vignobles bourguignons, révélant une grande diversité fongique au sein de ces écosystèmes.

Cette technique a démontré une efficacité remarquable, avec un taux de réussite de 97 % et une limite de détection estimée à 6,3 pg d'ADN, soit l'équivalent de 540 spores. Sa rapidité, sa sélectivité et sa sensibilité en font un outil prometteur pour le suivi de la propagation de *Botrytis* sur les raisins dans les vignobles (**Michèle Guilloux-Bénatier *et al.*, 2021**).

Par ailleurs, une approche innovante d'extraction aqueuse biphasée assistée par ultrasons (UAATPE) a été développée pour l'analyse simultanée de plusieurs mycotoxines dans les aliments médicinaux et les denrées alimentaires. Cette méthode repose sur la chromatographie liquide à haute performance (HPLC), couplée à une détection par barrette de diodes (DAD) et par fluorescence (FLD). **Pi *et al.* (2022)** ont examiné l'influence de la composition du système d'extraction biphasé (ATPS), ainsi que de la température et du temps d'extraction, sur l'efficacité de la récupération des mycotoxines, en utilisant un système ATPS à base d'ACN et de $(\text{NH}_4)_2 \text{SO}_4$.

II.8 Analyse et détection des principales mycotoxines dans les aliments

L'identification et l'analyse des mycotoxines présentes dans les denrées alimentaires sont essentielles pour garantir la sécurité sanitaire des produits de consommation. Produites par certaines espèces fongiques, ces toxines peuvent représenter un risque pour la santé humaine lorsqu'elles sont présentes en quantités élevées. Il est donc impératif de mettre en place des stratégies rigoureuses de surveillance et de caractérisation de ces substances.

Cette section examine les différentes méthodes employées pour l'identification et la quantification des mycotoxines dans les aliments. Parmi elles, les techniques chromatographiques, telles que la chromatographie en phase liquide (HPLC) et en phase gazeuse (GC), occupent une place centrale, tout comme les approches immunologiques, notamment l'ELISA (Enzyme-Linked Immunosorbent Assay). De plus, les avancées récentes dans ce domaine seront abordées, mettant en lumière les innovations technologiques et les recherches en cours qui renforcent les capacités de détection.

II.8.1 Techniques analytiques pour l'analyse et la détection des mycotoxines

L'essor croissant des mycotoxines dans les chaînes alimentaires a conduit au développement progressif de différentes méthodes permettant leur identification et leur

quantification précises dans une grande variété de matrices (**Kos et al., 2023 ; Zhang et al., 2024**). L'origine de la détection des mycotoxines remonte à près de dix décennies, avec l'introduction de la chromatographie sur couche mince (CCM), qui a jeté les bases des techniques analytiques modernes actuellement utilisées (**Shostenko et al., 2000 ; Do et Reich, 2023**).

L'établissement de seuils réglementaires pour les mycotoxines dans de nombreux pays a exigé la mise en place de méthodes capables de garantir des résultats fiables et reproductibles (**Pereira et al., 2014**). Parmi celles-ci, les techniques chromatographiques occupent une place centrale, tant pour l'analyse des denrées alimentaires que des aliments pour animaux (**Alshannaq et al., 2017**). Ces méthodes permettent des analyses qualitatives et quantitatives avec une grande précision. Toutefois, elles présentent certaines limites, telles qu'un prétraitement fastidieux des échantillons, la nécessité d'un personnel hautement qualifié, des coûts d'instrumentation élevés, et des temps d'analyse prolongés (**Soares et al., 2018**).

La complexité de l'identification des mycotoxines réside dans leur présence à l'état de traces, leur diversité structurale, ainsi que leur possible coexistence dans une même matrice (**Stroka et al., 2016**). Bien que la CCM ait constitué une méthode pionnière, son manque de sensibilité et de spécificité en limite l'usage à des dépistages semi-quantitatifs (**Lin et al., 1998 ; Bondy et al., 2012**). Cette technique repose sur la séparation des composés selon leur affinité pour les phases stationnaire et mobile, mais reste insuffisante pour des analyses exigeant une grande précision (**Poole, 2003**).

Des méthodes plus avancées ont progressivement été adoptées, notamment la (HPLC), la chromatographie gazeuse (GC), et surtout la spectrométrie de masse (MS). La GC, bien qu'efficace pour certaines mycotoxines, est moins fréquemment utilisée en raison du caractère non volatil et polaire de ces composés, qui nécessitent une étape de dérivation préalable (**Pereira et al., 2014 ; Alshannaq et al., 2017**). En revanche, la HPLC, associée à des détecteurs UV, FLD ou MS, s'est imposée comme la méthode de choix pour l'analyse de ces contaminants (**Zhang et al., 2018**). La LC-MS/MS, notamment, est aujourd'hui considérée comme la méthode de référence, offrant une spécificité et une sensibilité accrues, tout en permettant la détection simultanée de plusieurs mycotoxines aux structures variées (**AlTaher et al., 2017 ; Bessaire et al., 2019 ; Delmulle et al., 2019**).

À l'échelle internationale, de nombreuses études ont documenté la présence de mycotoxines dans divers produits alimentaires. Par exemple, en Inde et au Nigeria, des (AFB1, AFB2, AFG1, AFG2) ont été identifiées dans des plantes médicinales et des produits à base de plantes (Ezekwesili-Ofili *et al.*, 2014 ;Aiko *et al.*, 2016). Au Brésil, ces toxines ont été détectées dans des échantillons de noix du Brésil (Andrade *et al.*, 2013), tandis qu'en Arabie Saoudite, une large gamme de mycotoxines a été retrouvée dans des fruits à coque (Abdel-Gawad *et al.*, 1993).

Ces résultats confirment l'utilité des techniques chromatographiques, notamment LC-MS/MS, dans la surveillance de la sécurité alimentaire à travers le monde.

II.8.2 Méthodes de diagnostic rapide pour la détection des mycotoxines

Les techniques de détection rapide des mycotoxines jouent un rôle essentiel dans la sécurité alimentaire, offrant des avantages significatifs en termes de rapidité, de sensibilité et de spécificité par rapport aux méthodes d'analyse traditionnelles. En permettant une identification précoce et précise des mycotoxines dans les denrées alimentaires et les aliments destinés aux animaux, ces approches contribuent à garantir la qualité et l'innocuité des produits. Cette section explore les principales méthodes de diagnostic rapide, en détaillant leurs principes de fonctionnement, leurs applications et leur rôle dans la prévention des risques liés aux mycotoxines.

II.8.2.1 Méthodes basées sur les immunoessais

Les méthodes de diagnostic rapide reposent majoritairement sur des tests immunochimiques, parmi lesquels figurent les tests ELISA, les bandelettes de détection, les membranes à circulation et les dispositifs à flux latéral (LFD). Ces approches sont particulièrement précieuses lorsqu'une analyse rapide des mycotoxines est requise, notamment pour assurer la sécurité alimentaire dans les chaînes de production et de distribution.

Parmi ces techniques, le test ELISA constitue une méthode de référence largement utilisée pour la détection et la quantification rapide de nombreuses mycotoxines, dont les FMNs. Il repose sur l'interaction spécifique entre un antigène (la mycotoxine) et un anticorps, couplée à une réaction enzymatique générant un signal colorimétrique, dont l'intensité est mesurée par

spectrophotométrie (**Pereira et al., 2014**). Plusieurs variantes d'ELISA existent, parmi lesquelles l'ELISA compétitif direct est fréquemment utilisée pour détecter les petites molécules comme les fumonisines (**Chu et al., 1998 ; Ling et al., 2014**). Cette méthode est simple, économique, rapide et adaptée aux tests de dépistage en laboratoire ou sur le terrain, pouvant fournir des résultats qualitatifs ou quantitatifs selon les besoins.

De nombreuses études ont mis en œuvre l'ELISA pour la détection des FMNs dans diverses matrices alimentaires, notamment les céréales, les produits transformés, les aliments pour animaux, et les extraits végétaux (**Šegvić Klarić et al., 2009 ; Rodríguez-Cervantes et al., 2013**). Un large éventail de kits ELISA commerciaux est actuellement disponible sur le marché. Ces kits sont généralement validés par comparaison avec des méthodes chromatographiques plus précises comme la (LC) ou (GC). Toutefois, malgré leur accessibilité et facilité d'utilisation, les tests ELISA présentent certaines limitations. Plusieurs travaux ont rapporté une tendance à la surestimation des concentrations de fumonisines, due notamment à la réactivité croisée des anticorps avec d'autres composés structuraux analogues (**Magan et al., 2004 ; Chavez et al., 2020**). Cette réactivité croisée affecte la spécificité du test, en particulier dans les matrices complexes. De plus, ces tests sont souvent restreints aux matrices pour lesquelles ils ont été spécifiquement validés, ce qui souligne la nécessité d'approfondir les recherches sur les effets de la matrice et d'étendre les validations analytiques (**Gilbert et al., 2002 Ling et al., 2004**).

Outre les tests ELISA, les tests immunochromatographiques à flux latéral (LFD), également appelés bandelettes immunologiques ou immunodipsticks, représentent une autre alternative précieuse pour la détection rapide in situ des FMNs. Ces dispositifs reposent sur la migration capillaire de l'échantillon le long d'une membrane, où se produit une interaction spécifique entre les mycotoxines et des réactifs immunologiques fixés. Leur fonctionnement permet d'obtenir des résultats qualitatifs (présence ou absence) ou semi-quantitatifs, souvent en quelques minutes, avec peu ou pas de préparation d'échantillon (**Prieto-Simón et al., 2009**). De nombreux produits commerciaux basés sur cette technologie sont disponibles, et plusieurs études ont démontré leur utilité pour la détection des FMNs dans différentes matrices alimentaires (**Paepens et al., 2004 ; Kulisek et al., 2000**).

Des recherches récentes ont permis d'optimiser la sensibilité et la fiabilité de ces dispositifs. Par exemple, **Schneider et al. (2004)** ont conçu un prototype de dispositif capable de détecter simultanément plusieurs mycotoxines (OA, AFB1, DON, T-2, FB1, diacétoxyscirpenol et roridine A), avec des limites de détection inférieures aux seuils réglementaires : 6 µg/kg pour les FMNs et 15 µg/kg pour l'AFB1. D'autres innovations ont également été proposées, comme l'utilisation de microsphères fluorescentes pour marquer des anticorps monoclonaux, permettant d'atteindre une limite de détection de 0,12 ng/mL pour le FB1 dans des échantillons de maïs, avec des taux de récupération compris entre 91,4 % et 118,2 % (**Wang et al., 2014**).

Plusieurs matériaux innovants ont été intégrés dans les dispositifs LFD pour renforcer le signal de détection et améliorer leur performance. Ces matériaux incluent des points quantiques (quantum dots), des nanoparticules d'or, des nanoparticules magnétiques ou encore des nanoparticules de carbone. **Fobert et al. (2016)** et **Zhang et al. (2018)** ont exploré l'utilisation de QDs enveloppés dans de la silice fonctionnalisée, avec des sensibilités variant entre 80 µg/kg et 1000 µg/kg pour détecter le DON, la ZEA et les T-2/HT-2. **Song et al. (2014)** ont quant à eux couplé des anticorps monoclonaux à la sérumalbumine bovine (BSA) pour détecter simultanément l'AFB1, la ZEA et le DON, atteignant des sensibilités de l'ordre de 0,05 µg/kg à 3 µg/kg.

Dans une autre approche, **Yu et al. (2015)** ont utilisé des nanoparticules d'or pour développer des tests sensibles à la FB1 et au DON, atteignant une plage de détection de 2 à 40 ng/mL. **Li et al. (2019)** ont introduit des nanoparticules de carbone amorphes (ACNP) pour détecter différentes mycotoxines (DON, T-2, ZEA, AFB1) avec des limites comprises entre 1 et 20 µg/kg. D'autres recherches ont utilisé des systèmes hybrides associant différents nanomatériaux, comme dans l'étude de **Duan et al. (2015)**, qui ont employé des points quantiques CdSe/SiO₂ et des microbilles pour la détection de la ZEA, de l'AFB1 et du DON, avec des sensibilités atteignant 10 pg/mL. Il est important de noter que ces méthodes, bien que très prometteuses, présentent des défis, notamment des interférences potentielles, des difficultés d'interprétation dans des matrices complexes et des limitations en termes de reproductibilité et de transfert de technologie à l'échelle industrielle. Par exemple, **Anfossi et al. (2018)** ont montré qu'en combinant des nanoparticules quantiques CdSe/ZnS avec des nanoparticules d'or, une

sensibilité de 62,5 µg/kg pouvait être atteinte pour les FMNs, démontrant le potentiel d'amélioration via l'ingénierie des matériaux.

Les méthodes immunoenzymatiques, qu'il s'agisse d'ELISA ou de dispositifs à flux latéral, restent des outils incontournables pour le dépistage des FMNs, en particulier du FB1, considéré comme le plus toxique et le plus fréquemment rencontré. Toutefois, la spécificité des anticorps utilisés joue un rôle déterminant, notamment en ce qui concerne la réactivité croisée avec les analogues FB2 et FB3. Pour cette raison, des courbes d'étalonnage spécifiques sont souvent nécessaires afin d'assurer une quantification précise (**Sheng *et al.*, 2012 ; Zachariasova *et al.*, 2014**). L'évolution technologique de ces méthodes, associée à l'incorporation de nanomatériaux, pourrait à terme améliorer leur sensibilité, leur sélectivité et leur applicabilité dans des contextes variés, allant du dépistage de terrain à l'analyse en laboratoire.

II.8.2.1.1 Immunodosages à flux latéral et à traversée de membrane (LFIA, FTIA)

Les immunodosages à flux latéral (LFIA) sont réalisés sur des membranes de nitrocellulose portant des anticorps spécifiques, généralement conjugués à des marqueurs non enzymatiques tels que des nanoparticules d'or colloïdal (AuNPs). Ce test repose sur l'écoulement latéral du tampon à travers la membrane, permettant la séparation des analytes d'intérêt qui se fixent ensuite aux anticorps immobilisés (**Koczula et Gallotta, 2016**).

Les kits LFIA, souvent appelés dispositifs à flux latéral (LFDs), également connus sous les noms de tests bandelettes ou immunochromatographiques, sont généralement basés sur un format ELISA compétitif. Ils présentent l'avantage d'une préparation d'échantillon simple et d'une réalisation rapide, permettant des analyses *in situ*. Bien qu'utilisables sur des matrices complexes, ils peuvent être limités par des interférences de matrice et une sensibilité parfois réduite. Ces tests fournissent principalement des résultats qualitatifs visuels, mais peuvent aussi offrir des résultats semi-quantitatifs à l'aide de lecteurs portables. Des dispositifs LFDs pour la détection simultanée de plusieurs mycotoxines dans les denrées alimentaires et les aliments pour animaux sont disponibles (**Foubert *et al.*, 2017 ; Liuet *al.*, 2020**). Le **Tableau II** présente une sélection de LFDs commerciaux validés pour la détection de l' (OTA) et des aflatoxines dans le vin et ses dérivés. Toutefois, la pertinence de ces dispositifs pour d'autres mycotoxines doit être confirmée auprès des fabricants.

Les immunodosages à traversée de membrane (FTIA) reposent sur un format compétitif direct et utilisent une colonne contenant des microbilles, à travers laquelle s'écoule un tampon de test. Comme les LFDs, ils permettent des résultats rapides, qualitatifs ou semi-quantitatifs, à l'aide d'appareils portables. Leur simplicité d'utilisation et leurs capacités de multiplexage les rendent comparables aux LFDs. Le multiplexage a été démontré dans ce contexte (**Beloglazova et al., 2017**).

Tableau II : Quelques exemples de dispositifs à flux latéral pour la détection et la quantification des mycotoxines.

Mycotoxines	Étiquette utilisée	Marchandise	Sensibilité	Références
DON	Silice fonctionnalisée epoxy QD enrobes	Orge	1000 g/kg	Foubert et al.,2016
ZEA			80 g/kg	
T-2/H-T2			80 g/kg	
AFB1	Anticorps monoclonaux (mAbs) avec les conjugués bovins	Blé et maïs	0,05 g/kg	Chanson et al.,2014
ZEA			1 g/kg	
DON			3 g/kg	
FB1	Nanoparticules d'or (AuNP)	Maïs	2,0 ng mL ⁻¹	Yu et al.,2015
			40 ng mL ⁻¹	
DON				
T-2	Carbone amorphe nanoparticules (ACNP)	Maïs	20 g/kg	Li et al ;2019
ZEN			13 g/kg	
			1 g/kg	
AFB1	Point quantique CdSe/SiO2 Microbilles	Feedstu	10 pg mL ⁻¹	Duan et al.,2015
ZEN			80 pg mL ⁻¹	

DON			500 pg mL ₁	
ZEN	Quantum marqué par anticorps perles sumo à pois	Maïs	3,6 mg mL ₁	Pirincci et al., 2018
FU	CdSe/ZnS QD + GNP	Maïs	62,5 g/kg	Anfossi et al., 2013

II.8.2.1.2 Immunodosage par injection en flux (FIIA)

Le **FIIA** repose sur une compétition entre mycotoxines marquées et non marquées pour des anticorps spécifiques immobilisés dans une colonne d'immunoaffinité. La mycotoxine non marquée présente dans l'échantillon déplace la forme marquée initialement liée à l'anticorps. La quantité de mycotoxine déplacée est ensuite mesurée par une réaction enzymatique, permettant une quantification indirecte. Bien que cette méthode ait été décrite pour certaines mycotoxines (**Ho et Durst, 2003 ; Qi et al., 2011**), elle n'a pas été spécifiquement appliquée aux matrices viticoles.

II.8.2.1.3 Immunodosage par chimiluminescence (CLIA)

Le CLIA se distingue par sa sensibilité accrue et sa rapidité d'analyse. Elle est largement utilisée comme technique de détection sensible des mycotoxines dans les denrées alimentaires ainsi que dans d'autres domaines, notamment le diagnostic clinique. Contrairement aux autres méthodes immunochimiques, telles que l'ELISA, qui repose sur un substrat colorimétrique pour la lecture des résultats, le CLIA produit un signal lumineux généré par une réaction chimique, dont l'intensité est directement proportionnelle à la concentration de l'analyte cible (**Zhang et al., 2021**). Selon **Khan et al. (2023)**, le CLIA offre une capacité de détection plus large et plus rapide que l'ELISA.

Cette performance est encore améliorée par l'introduction récente d'une version automatisée du CLIA basée sur un champ magnétique. Cette technique utilise un champ magnétique externe pour faciliter la séparation et accélérer les réactions, optimisant ainsi le processus par une augmentation du débit des analyses et une réduction des étapes manuelles. Il en résulte une amélioration significative en termes de simplicité, de robustesse et de lisibilité du signal.

Liu et al. (2024) ont démontré l'efficacité de cette méthode automatisée, qui permet d'effectuer une détection en moins de 20 minutes. Ils ont également prouvé sa fiabilité pour la détection simultanée de multiples mycotoxines, avec un coefficient de corrélation (R^2) variant entre 0,9843 et 0,9962, lorsqu'elle est comparée à la chromatographie liquide ultra-haute performance couplée à la spectrométrie de masse haute résolution. De plus, les limites de détection obtenues étaient inférieures aux seuils réglementaires pour l'AFB1, la ZEN, le DON et l'OTA.

De même, **Li et al. (2024)** ont développé une version modifiée du CLIA utilisant des nanoenzymes pour une détection rapide et ultrasensible de l'OTA dans les denrées alimentaires. Les résultats ont mis en évidence une plage de détection allant de 0,0015 à 1500 ng/mL, avec des taux de récupération pouvant atteindre 115 % dans des échantillons de maïs, de blé et d'aliments pour animaux. Néanmoins, un des principaux inconvénients de cette méthode reste le coût élevé des lecteurs de chimiluminescence (**Pyo et Kim, 2013**).

II.8.2.1.4 Immunodosage par polarisation de fluorescence (FPIA)

Le **FPIA** est un test immunologique homogène, ne nécessitant pas de séparation entre l'analyte libre et lié. La quantification repose sur la différence de polarisation de fluorescence entre l'analyte libre et celui lié à l'anticorps. Ces tests, rapides et adaptés à de nombreuses mycotoxines, présentent des avantages (moins d'étapes de manipulation) et des limites (effets de matrice, nécessité d'un prétraitement) (**Maragos, 2009 ; Li et al., 2016**). Un FPIA a notamment été utilisé pour la détection de l'OTA dans le vin rouge (**Zezza et al., 2009**).

II.8.2.1.5 Dosages fluorimétriques

Les **dosages fluorimétriques** nécessitent une étape de purification de l'échantillon via des colonnes (SPE) ou d' (IAC), afin de réduire les interférences de matrice et d'éliminer les composés fluorescents non spécifiques (**Malone *et al.*, 2000 ; Senyuva et Gilbert, 2010**). Ces colonnes permettent de concentrer les extraits avant l'analyse au fluorimètre, aboutissant à des résultats semi-quantitatifs en quelques minutes. De nombreux produits SPE et IAC pour les mycotoxines sont commercialisés, et ces mêmes colonnes sont utilisées pour des analyses par HPLC et LC-MS/MS (**Anene *et al.*, 2016 ; Wang, 2016**).

Tableau III : Aperçu comparatif des méthodes de détection chromatographiques et immunochimiques utilisées dans l'analyse des mycotoxines.

Technique de détection	Sensibilité, spécificité et vitesse	Avantages et limites importants	Application	Références
1. Techniques basées sur la chromatographie	Faible sensibilité et spécificité, généralement plus rapide pour une méthode de dépistage de première intention	Avantages : facile à utiliser avec une formation minimale, permet un dépistage d'analyse d'échantillons plus important comme première méthode à faible coût et nécessite moins de préparation d'échantillons. Limitations : la zone de séparation est élargie, ce qui limite le temps de séparation, impossible de quantifier les résultats, demande beaucoup de travail et une faible reproduction, et la résolution	Criblage de produits naturels dans l'industrie pharmaceutique, surveillance des réactions et des inhibiteurs d'enzymes, tests de pureté et tests industriels alimentaires pour l'analyse semi-quantitative des mycotoxines et des additifs.	(Borisov <i>et al.</i> , 2021 ; Cabezudo <i>et al.</i> , 2022 ; Parchuri <i>et al.</i> , 2023)
TLC	Haute sensibilité et spécificité, vitesse améliorée	Avantages : a la capacité de s'adapter à une large gamme de phases stationnaires et mobiles, englobant (échange d'ions, bioaffinité d'exclusion de taille). Limite : Les instruments ne sont pas portables et coûteux, et des problèmes expérimentaux d'étalonnage et d'effets de matrice se posent	Contrôle de qualité dans la quantification des mycotoxines, de divers produits alimentaires et fourragers et d'autres contaminants, analyse nutritionnelle, analyse de biomarqueurs, découverte de médicaments et surveillance de leur efficacité et de leur sécurité.	(Shinde et Rajurkar, 2024 ; Quintanilla Villanueva <i>et al.</i> , 2024)

HPLC	Avantages : analyse sur une large gamme de masses, contrairement au GC-MS, aucune dérivatisation n'est requise, identification précise de la masse moléculaire (ciblée et non ciblée), élucidation de la structure à l'aide de fragmentations de masse	Analyse quantitative et qualitative de mycotoxines multiples/complexes, de nouveaux métabolites et d'autres toxines dans les industries pharmaceutiques et alimentaires, les laboratoires alimentaires et chimiques.	(Gamiz-Gracia <i>et al.</i>, 2020 ; Salim <i>et al.</i>, 2021 Siddique, 2023; Zhou <i>et al.</i>, 2025)
LC-MS	Limite : nécessite un personnel bien formé (Casu <i>et al.</i>, 2024 ; Okechukwu <i>et al.</i>, 2024). Les scientifiques et diverses agences, telles que la Food and Drug Administration (FDA), l'Autorité européenne de sécurité des aliments (EFSA) et le Codex Alimentarius, travaillent main dans la main pour réglementer ces mycotoxines afin d'atténuer l'exposition et de permettre le fonctionnement d'instruments coûteux.	Identification confirmatoire et quantification des toxines volatiles connues et inconnues.	
	Avantages : identification et quantification robustes des mycotoxines volatiles et autres composés volatils		(Tchu <i>et al.</i>, 2012 ; Abadie <i>et al.</i>, 2022 ; Dadmehr <i>et al.</i>, 2024)
GC-MS	Limitation : type et taille limités des analyses pouvant être analysées (les molécules polaires, macro et non volatiles ne peuvent pas être analysées).		

2. Techniques basées sur l'immunochimie ELISA	Sensibilité et spécificité modérées à élevées, rapide (produit des résultats en quelques heures)	Avantages : quantitatif, économique, adapté à un grand débit d'échantillons, adaptable à diverses mycotoxines, aucun nettoyage d'échantillon requis comme dans la plupart des méthodes chromatographiques, utilisation minimale de solvants organiques. Limitations : il peut avoir une réactivité croisée, nécessitant une validation et une normalisation minutieuses. Associé à des résultats faussement positifs	Détection et quantification de mycotoxines spécifiques (par exemple, AFs, OTs) dans les produits alimentaires et les aliments pour animaux grâce à l'utilisation de ligands ciblés.	(Merrill <i>et al.</i> , 2023; Wang <i>et al.</i> , 2024)
Flux latéral (LFD)	Sensibilité modérée, relativement spécifique, ultra-rapide (résultats en quelques minutes).	Avantages : idéal pour les tests sur le terrain, aucun équipement spécialisé requis, simple à utiliser, qualitatif ou semi-quantitatif. Limitations : limitée à des analytes uniques, la sensibilité peut être inférieure à celle des méthodes ELISA ou en laboratoire	Dépistage sur site et détection rapide des aflatoxines, des OTs et d'autres mycotoxines clés dans les produits agricoles.	(Charlarmroj <i>et al.</i> , 2021 ; Sadeghi <i>et al.</i> , 2024)
dosage radio-immunologique	Haute sensibilité, haute spécificité, vitesse modérée (résultats en quelques heures).	Avantages : très sensible et spécifique, utile pour détecter de très faibles concentrations de mycotoxines Limitations : nécessite la	Détection de traces de mycotoxines dans des matrices alimentaires complexes.	(Chu <i>et al.</i> , 2019 ;Jubeenet <i>al.</i> , 2024 ; Jeong <i>et al.</i> , 2020 ; Huang <i>et al.</i> , 2024)

		manipulation de substances radioactives, radio marquage à demi-vie courte.		
Chimiluminescent immuno-essai	Sensibilité et spécificité supérieures, vitesse modérée (quelques minutes à quelques heures)	Avantages : ultrasensible, faible taux de faux résultats (inférieur à <5) Limitations : coût accru du lecteur chimioluminescent	Diagnostic clinique, détection de toxines et de polluants dans les industries alimentaires, ainsi que détection de résidus de médicaments dans les entreprises pharmaceutiques	(Freitas <i>et al.</i>, 2019 ; Jeong <i>et al.</i>, 2020; Carreiro <i>et al.</i>, 2024)

II.8.3 Biocapteurs pour la détection des mycotoxines

L'utilisation des biocapteurs dans le secteur alimentaire représente une approche prometteuse pour la détection rapide et fiable des mycotoxines. Ces dispositifs se distinguent par leur simplicité d'utilisation, leur faible coût, leur stabilité et leur précision, et permettent également des analyses sur le terrain (**Slaughter et al., 2018**). **Oliveira et al. (2019)** ont mis en lumière les progrès récents dans ce domaine, soulignant l'efficacité croissante des biocapteurs appliqués aux denrées alimentaires.

De manière générale, un biocapteur est constitué de deux composants principaux : un **biorécepteur**, capable de reconnaître spécifiquement un bio-analyte, et un **transducteur**, qui convertit le signal de reconnaissance en un signal mesurable (**Perumal et al., 2014 ; Pisoschi et al., 2024**). Les biorécepteurs les plus couramment utilisés incluent les enzymes, les anticorps, les acides nucléiques, les cellules entières, ainsi que les **aptamères**, des molécules de synthèse spécifiques aux toxines ciblées (**Zhang et al., 2023 ; Szelenberger et al., 2024**).

Les dispositifs de transduction associés aux biocapteurs sont variés. On distingue principalement trois grandes catégories :

- **Optiques** (par exemple, résonance plasmonique de surface, fluorescence),
- **Piézoélectriques** (comme les microbalances à cristal de quartz - QCM),
- **Électrochimiques**, y compris les systèmes ampérométriques et conductimétriques (**Schulz et al., 2019 ; Li et al., 2021 ; Hassan et al., 2024**).

D'autres types de transduction, comme les systèmes thermiques, gravimétriques ou à fibre optique, sont également en développement. En parallèle, des éléments d'amplification électronique (amplificateurs, processeurs, écrans de lecture) sont intégrés aux dispositifs afin de renforcer le signal et permettre une lecture et une interprétation directe sur ordinateur (**Ramesh et al., 2022**).

Pour accroître la sensibilité des biocapteurs, des nanomatériaux tels que les nanotubes de carbone, nanofibres et nanoparticules métalliques sont couramment utilisés. Ils présentent des caractéristiques physicochimiques remarquables, notamment un rapport surface/volume élevé et

une excellente résistance à la corrosion (**Malekzad et al., 2017**). Par ailleurs, les biocapteurs ont récemment été intégrés dans des plateformes de détection immunochimiques et électrochimiques en tant qu'activateurs, contribuant à améliorer la spécificité, la rapidité et l'exactitude des mesures (**Fan et al., 2023**).

II.8.3.1 Biocapteurs électrochimiques pour la détection des mycotoxines

Les biocapteurs électrochimiques (ECB) constituent une technologie innovante reposant sur l'exploitation d'éléments biologiques afin de détecter la présence de mycotoxines dans les denrées alimentaires. Leur fonctionnement est basé sur l'évaluation des variations électrochimiques induites par l'interaction entre l'analyte (mycotoxine) et un élément de reconnaissance biologique, permettant ainsi une détection extrêmement sensible, même à de très faibles concentrations une exigence cruciale pour garantir la sécurité alimentaire.

Outre leur sensibilité remarquable, ces biocapteurs se distinguent par leur grande sélectivité, ciblant précisément les mycotoxines recherchées tout en réduisant les risques de faux positifs ou d'interférences. Leur rapidité d'analyse, souvent en quelques minutes, les rend adaptés à des applications de surveillance en temps réel. Grâce à leur capacité de détection précoce, les ECB permettent une intervention rapide, limitant les risques pour la santé publique. Ils apparaissent dès lors comme une technologie prometteuse pour améliorer la sécurité alimentaire et protéger les consommateurs.

Les ECB se sont imposés comme une méthode efficace pour l'analyse des mycotoxines, comme le rapportent **Kaur et al. (2023)**. Le principe repose sur la transduction électrochimique d'une interaction biologique spécifique : la mycotoxine se fixe à un biorécepteur immobilisé sur l'électrode, générant un signal électrique proportionnel à sa concentration.

II.8.3.1.1 Types de capteurs électrochimiques

Les capteurs électrochimiques, sous-classe des transducteurs, incluent :

- **Les capteurs ampérométriques**, mesurant les variations de courant issues de réactions d'oxydoréduction,

- **Les capteurs potentiométriques et voltamétriques**, détectant respectivement les modifications de potentiel et de tension,
- **Les capteurs conductimétriques**, évaluant les changements de conductivité électrique (**Hassan et al., 2024 ; Agriopoulou et al., 2020**).

Plusieurs études illustrent l'usage des ECB dans ce domaine. **Lu et al. (2016)** ont détecté le DON et le FB1 dans le maïs avec des limites de détection respectives de 8,66 et 4,2 ppm. Plus récemment, Fernandez **Solis et al. (2024)** ont comparé les performances de l'ECB avec celles du test ELISA pour le T-2 dans le blé, obtenant une limite de détection de 0,10 µg/kg pour l'ECB contre 10 µg/kg pour l'ELISA, et une durée d'analyse plus courte.

Pacheco et al. (2015) ont quant à eux détecté l'OTA dans des boissons comme le vin et la bière, atteignant un taux de récupération de 105 %, sans nécessiter de préparation d'échantillons.

II.8.3.1.2 Intégration aux technologies mobiles

Des avancées récentes concernent l'intégration des ECB dans des dispositifs portables. **Erdem et Senturk ,(2024)** ont développé un capteur voltamétrique connecté à un smartphone pour détecter la PAT dans les jus. Le dispositif, basé sur les variations du signal d'une sonde redox, a permis d'atteindre une limite de détection de 0,47 pg/mL et un taux de récupération de 93 % dans le jus de pomme dilué.

II.8.3.1.3 Avantages par rapport aux méthodes conventionnelles

Des techniques de référence comme la chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse (HPLC–MS) ou la (GC) sont couramment utilisées pour détecter les mycotoxines. Toutefois, elles nécessitent des équipements coûteux et complexes. En comparaison, la biosensorie électrochimique apparaît comme une alternative rapide, sensible, économique et facilement miniaturisable (**Zhai et al., 2021**).

II.8.3.1.4 Architecture d'un biocapteur électrochimique

Un ECB comprend deux composants principaux :

- **Un récepteur de reconnaissance**, responsable de l'interaction spécifique avec l'analyte ;
- **Un transducteur électrochimique**, convertissant cette interaction en un signal électrique mesurable (**Adegbeye et al., 2020**).

Les types de récepteurs utilisés incluent :

- Les anticorps (naturels ou synthétiques),
- Les aptamères (oligonucléotides synthétiques spécifiques),
- Les polymères à empreintes moléculaires (MIP),
- Les peptides,
- Les DNAzymes (**Adegbeye et al., 2020**).

Le signal généré repose le plus souvent sur des réactions d'oxydoréduction impliquant des enzymes, polymères, nanoparticules ou nanotubes de carbone (**Ostry et al., 2017**).

II.8.3.1.5 Techniques de transduction électrochimique

Parmi les techniques de transduction utilisées, on retrouve :

- **La voltamétrie** : balayage linéaire (LSV), cyclique (CV), impulsion différentielle (DPV), onde carrée (SWV),
- **La spectroscopie d'impédance électrochimique (EIS)**,
- **La chronoampérométrie**(**Kebede et al., 2020 ; Tian et al., 2022**).

II.8.3.1.6 Formation relative aux aptamères.

Les aptamères sont des séquences simples d'ADN ou d'ARN synthétiques capables d'adopter des structures tridimensionnelles complexes (épingle à cheveux, quadruplexe G) leur permettant de se lier spécifiquement à diverses cibles (**Xu et al., 2016 ; Tian et al., 2023**). Ils sont produits par la méthode SELEX (Systematic Evolution of Ligands by Exponential Enrichment) (**Wei et al., 2022**).

Comparés aux anticorps, les aptamères présentent plusieurs avantages :

- Coût de production plus faible,
- Grande stabilité thermique et chimique,
- Facilité de synthèse et de modification (**Zareshahrabadi et al., 2021 ; Yu et al., 2023**).

Leur immobilisation sur les électrodes peut se faire par :

- Adsorption physique,
- Monocouches auto-assemblées (SAMs) sur or via des groupes thiol (-SH) (**Pi et al., 2022 ; Wang et al., 2022**),
- Liaisons covalentes via EDC/NHS (**Romero-Sanchez et al., 2022**).

Des études récentes démontrent leur efficacité pour détecter plusieurs mycotoxines telles que l'OTA, le FB1, l'AFB1 et la ZEN (**Kecskemeti et al., 2020 ; Kappenberg et al., 2021**).

II.8.3.1.7 Rôle des nanomatériaux

Les nanomatériaux, tels que le graphène, les nanotubes de carbone (CNTs) ou les nanoparticules métalliques, jouent un rôle essentiel dans :

- L'augmentation de la surface active,
- La facilitation de l'immobilisation des récepteurs,
- L'amélioration de la conductivité électrique et de la sensibilité (**Han et al., 2020 ; Li et al., 2023**).

Le graphène est particulièrement apprécié pour ses propriétés exceptionnelles (**Yan et al., 2020 ; Tian et al., 2023**), et son incorporation dans les capteurs a permis la détection sensible de l'AFB1 (**Zhang et al., 2018 ; Lv et al., 2022**).

De même, les CNTs, en raison de leur grande stabilité chimique et surface spécifique, sont largement utilisés dans les biocapteurs pour la détection des mycotoxines telles que l'AF et l'OT (**Jia et al., 2022 ; Li et al., 2023**).

II.8.3.2 Biocapteurs optiques pour la détection des mycotoxines

La résonance plasmonique de surface (SPR) constitue une technologie avancée parmi les biocapteurs optiques, offrant une spécificité élevée, une sensibilité accrue et un rapport coût-efficacité avantageux. Cette méthode permet une détection directe et en temps réel, garantissant des résultats rapides et précis, sans avoir besoin de marquage, tout en permettant une analyse simultanée qualitative et quantitative de divers contaminants (**Damborsky et al., 2016**). Des biocapteurs SPR ont été conçus et validés pour la détection de mycotoxines telles que le DON, le ZEN et la T-2 dans le blé (**Hossain et al., 2019**), l'OTA dans le café (**Rehmat et al., 2019**), et l'AFM1 dans le lait (**Karczmarczyk et al., 2017**).

Parmi les avantages de la SPR figurent une haute sélectivité et sensibilité, une conception compacte et un faible coût d'exploitation. De plus, son fonctionnement en temps réel, sans agents de marquage, facilite le développement d'équipements portables pour une utilisation sur le terrain. Toutefois, bien que cette technologie présente un potentiel prometteur, son intégration à grande échelle reste en cours d'étude (**Oliveira et al., 2019**).

Les biocapteurs optiques (OB) ont également suscité un grand intérêt dans divers secteurs, notamment la sécurité alimentaire, le diagnostic clinique et la surveillance environnementale. Contrairement aux (ECB), les OB ne génèrent pas un signal électrique en réponse à l'interaction entre l'analyte et le biorécepteur. Ils reposent plutôt sur des principes optiques, produisant un signal optique quantifiable (**Wei et al., 2022**). Ces biocapteurs peuvent être sans étiquette ou dotés d'une étiquette, avec les premiers basés sur une détection directe, et les seconds utilisant des marqueurs comme des points quantiques, des colorants fluorescents ou des marqueurs chimioluminescents qui émettent de la lumière lorsqu'ils interagissent avec l'analyte (**Damborsky et al., 2016 ; Singh et al., 2023**).

Les transducteurs dans les OB incluent la résonance plasmonique de surface (SPR), la fibre optique chromogène, la luminogénie et la chimioluminescence (**Dadmehr et al., 2024 ; Rasheed et al., 2024**). De nombreuses études ont été menées pour mettre au point des OB étiquetés afin de détecter les mycotoxines. Par exemple, une étude de **Singh et al. (2022)** a développé un OB fluorescent pour l'identification de l'AFB1, utilisant un point quantique de

graphène synthétisé (GQD). Dans cette méthode, l'AFB1 agit comme un frein à fluorescence, facilitant ainsi l'identification des toxines. La plateforme présente un intervalle de détection de 5 à 800 ng/ml, avec une limite de détection particulièrement basse de 0,158 ng/ml et un taux de récupération élevé atteignant 106 %.

Par ailleurs, **Jia et al. (2023)** ont mis au point un biocapteur portable basé sur des aptamères en fibre optique, utilisant la chimioluminescence pour analyser plusieurs mycotoxines. Ce dispositif permet la détection simultanée de l'OTA, de l'AFB1, du FB1 et du ZEN, avec une large gamme de détection allant de pg/mL à 105 pg/mL, et atteint une limite de détection exceptionnellement basse entre 0,015 et 0,043 pg/mL.

Les dispositifs SPR, dépourvus d'étiquettes, sont fréquemment utilisés dans les secteurs médicaux, alimentaires et pharmaceutiques pour diagnostiquer diverses maladies et identifier les contaminants alimentaires tels que les mycotoxines. Contrairement aux OB étiquetés, qui peuvent induire des erreurs systémiques dues à des modifications dans les caractéristiques de liaison, la SPR détecte directement les variations de l'indice de réfraction sur une surface sensorielle métallique. Cela permet une détection en temps réel sans étiquette (**Damborsky et al., 2016 ; Pandey et al., 2022**).

II.8.3.3 Biocapteurs piézoélectriques pour la détection des mycotoxines

Les biocapteurs exploitant la microbalance à cristal de quartz (QCM) ont fait l'objet d'études approfondies, notamment pour la surveillance des mycotoxines et des agents pathogènes. Le transducteur QCM repose sur un cristal de quartz plaqué or, dont la fréquence de résonance varie en réponse à un champ électrique. La surface du quartz est fonctionnalisée avec une couche sensorielle spécifique, ce qui induit des variations de masse et des oscillations mesurables (**Montagut et al., 2011**). Cette technologie a été appliquée avec succès pour la détection de l'AFB1 dans divers aliments tels que les cacahuètes, les pistaches, le riz et le blé (**Gu et al., 2019**), ainsi que de l'OTA dans le vin rouge (**Karczmarczyk et al., 2017**).

Les biocapteurs basés sur la QCM offrent de nombreux avantages, notamment un coût modéré, une sensibilité élevée et une spécificité améliorée. De plus, ils permettent une détection en temps réel, une analyse sans marquage et une réutilisation potentielle. Toutefois, ils peuvent

être affectés par un bruit de fond important par rapport au signal détecté, nécessitant ainsi une optimisation des conditions de mesure (**Tang et al., 2018**).

II.8.3.3.1 Microbalance à cristal de quartz (QCM)

L'analyse des mycotoxines et la détection des agents pathogènes ont fait l'objet d'études avec les biocapteurs QCM. Le transducteur à cristal de quartz (QCM) contient un cristal plaqué or qui, en produisant un signal électrique, change la fréquence de résonance. Une couche sensorielle d'intérêt est présente à la surface du quartz, par laquelle sont induits des modifications de masse et de vibrations spécifiques (**Montagut et al., 2011**).

On a testé les biocapteurs QCM pour l'AFB1 dans les arachides, les pistaches, le riz et le blé (**Tang et al., 2018 ; Gu et al., 2019**), et pour l'OTA dans le vin rouge (**Karczmarczyk et al., 2017**).

II.8.3.4 Biocapteurs grammétriques, acoustiques et thermiques

Les capteurs gravimétriques (GMB) constituent une autre classe de biocapteurs permettant la détection sensible de contaminants, en particulier des mycotoxines. Ils reposent sur la mesure des variations de masse à la surface du détecteur, en exploitant principalement des technologies basées sur les ondes acoustiques piézoélectriques et magnéto-élastiques. Ces systèmes détectent les changements de masse par les modifications induites dans les fréquences de résonance (**Agriopoulou et al., 2020**). Parmi les outils couramment utilisés, on retrouve la (QCM) et les dispositifs à ondes acoustiques de surface (SAW) (**Majer-Baranyi et al., 2023**). À titre d'exemple, **Jubeen et al. (2024)** ont développé un capteur à résonance piézoélectrique capable de détecter l' (AFB1) à une concentration aussi faible que 0,01 ng/mL.

De même, **Majer-Baranyi et al. (2021)** ont rapporté l'utilisation d'un système QCM piézoélectrique pour la détection du ZEN, ainsi que d'autres mycotoxines telles que la T-2 et la FB1, avec une limite de détection de 0,37 ng/mL et une plage de quantification allant jusqu'à 24,4 ng/mL. Par ailleurs, le DON a été identifié grâce à des capteurs basés sur la technologie SAW, affichant une reproductibilité des mesures comprise entre 4,03 % et 16,48 % (**Pisoschi et al., 2024**).

Les biocapteurs thermiques, quant à eux, reposent sur la mesure de l'énergie thermique libérée lors d'une réaction biochimique. **Chen et al. (2020)** ont mis au point une sonde photothermique innovante, sensible à un stimulus thermique, capable de générer des signaux optiques multidimensionnels. Cette interface a permis la détection du ZEN à des concentrations aussi faibles que $1,06 \times 10^{-9}$ ng/mL, avec une plage linéaire s'étendant de 10^{-9} à 10^{-6} ng/mL. Ces résultats témoignent du potentiel de ces dispositifs pour des applications sur site, y compris dans des contextes de soins ponctuels et d'auto-surveillance.

II.8.4 Résonance plasmonique de surface (SPR)

Cette technique présente plusieurs avantages, tels qu'une sensibilité élevée pour plusieurs cibles, une bonne spécificité, une surveillance en temps réel et une détection à haut débit (**Patel et al., 2017 ; Guo et al., 2020**). Récemment, un autre développement de cette méthode, une puce aptasensor basée sur SPR, a émergé afin de déterminer quatre mycotoxines, AFB1, OTA, ZEA et DON (**Wei et al., 2019 ; Guo et al., 2020**). Actuellement, la majorité des aspects, tels que la sensibilité, la stabilité, la consommation de temps, le coût et la reproductibilité, nécessaires à la détection des mycotoxines par des biocapteurs aptamères sont plus performants que l'ELISA, mais il est essentiel de trouver une méthode qui pourrait mieux concurrencer les performances de l'ELISA, notamment en ce qui concerne la simplification des principes et des dispositifs analytiques (**Guo et al., 2020**).

II.8.5 Électrophorèse en milieu capillaire (EC)

La CE est une méthode de séparation électrocinétique qui favorise la séparation efficace des éléments sans recourir à des solvants organiques. Il peut fournir une analyse rapide et aisée avec une haute efficacité de colonne (**Xie et al., 2016**). Le potentiel de miniaturisation du CE est illustré dans certaines recherches, grâce aux études de marquage nécessaires pour son utilisation dans les produits alimentaires et les mycotoxines. Quand on associe la chromatographie en phase gazeuse à la spectrométrie de masse, la complexité technique devient comparable à celle de la LC-MS. Cependant, étant donné qu'il s'agit d'une méthode bien établie, elle est recommandée par rapport aux technologies basées sur la LC-MS (**Zhang et al., 2020**).

II.9 Technologies émergentes dans l'analyse et la détection des mycotoxines

L'émergence de technologies innovantes pour l'analyse et l'identification des mycotoxines ouvre de nouvelles perspectives en matière de sécurité alimentaire et environnementale. Ces avancées offrent une détection plus précise, même à très faibles concentrations, tout en réduisant considérablement le temps de réponse en cas de contamination. En améliorant à la fois la sensibilité et la rapidité d'analyse, ces technologies renforcent les dispositifs de surveillance et contribuent à minimiser les risques sanitaires, jouant ainsi un rôle déterminant dans la préservation de la santé publique et la protection des ressources alimentaires à l'échelle mondiale.

Récemment, les chercheurs ont souligné les limites croissantes des techniques chromatographiques classiques et de certaines méthodes immunochimiques, devenues inadaptées face à l'augmentation de la demande en rapidité, fiabilité et capacité de détection simultanée de multiples mycotoxines. C'est dans ce contexte que de nouvelles approches, telles que les biocapteurs électrochimiques, ont été développées et sont désormais considérées comme des méthodes prometteuses pour la détection des mycotoxines (EMDT) (Nihal P *et al.*, 2024).

Ces technologies de détection émergentes tirent parti de principes avancés issus de domaines tels que la spectroscopie, la métabolomique et l'ingénierie des capteurs, afin d'accroître la sensibilité, la sélectivité et la robustesse des analyses. Elles permettent des mesures en temps réel, fournissant une quantification rapide et précise des mycotoxines, ce qui est essentiel pour garantir la sécurité alimentaire tout au long de la chaîne d'approvisionnement.

Parmi ces outils novateurs figurent notamment les biocapteurs électrochimiques, la résonance magnétique nucléaire quantitative, la nanotechnologie, l'imagerie spectroscopique, ainsi que diverses approches « omiques ». Ces techniques sont en mesure de s'adapter à des matrices alimentaires complexes et de détecter efficacement les contaminations multiples, ouvrant ainsi la voie à une surveillance intégrée, fiable et rapide (Fan *et al.*, 2023).

II.9.1 Méthodes protéomiques et génomiques

Les techniques protéomiques reposent sur l'extraction et l'analyse des peptides et protéines présents dans les aliments, notamment par spectrométrie de masse à temps de vol

assistée par désorption/ionisation laser en matrice (MALDI-TOF MS). Cette approche offre une identification rapide et précise des mycotoxines et des isolats fongiques, apparaissant comme une alternative aux méthodes chromatographiques classiques **(Rodriguez et al., 2015)**. L'analyse repose sur la détection des protéines dans une gamme de masses de 2 à 20 kDa, avec une identification basée sur des profils spectrométriques spécifiques. Toutefois, la création d'une base de données publique exhaustive demeure essentielle pour optimiser cette technologie, qui reste actuellement coûteuse pour l'industrie agroalimentaire **(Panda et al., 2015)**. MALDI-TOF MS a démontré son efficacité dans la détection rapide de plusieurs mycotoxines, dont l'AFB1, le CIT, le DON, le ZEA, la T-2 et la griseofulvine, ainsi que des toxines d'*Alternaria*, telles que l'alternariol (AOH), son éther monométhyle (AME) et la tentoxine (TEN) **(Hleba et al., 2017)**.

Les approches génomiques incluent l'extraction et l'analyse de l'ADN ou de l'ARN des moisissures présentes dans les denrées alimentaires, suivies d'une identification par des techniques telles que la réaction en chaîne par polymérase (PCR), la PCR quantitative (qPCR), l'amplification isotherme en boucle (LAMP) et la PCR inverse de transcription (RT-PCR). Bien que ces méthodes permettent d'identifier les isolats fongiques, elles ne fournissent pas de quantification précise ni d'identification d'espèces particulières, mais plutôt la détection de souches potentiellement productrices de mycotoxines **(Bintvihok et al., 2016)**.

La PCR repose sur l'amplification *in vitro* de séquences d'ADN grâce à la présence d'amorces et de l'ADN polymérase Taq. La qPCR combine la sensibilité de la PCR classique avec une détection en temps réel par fluorescence, permettant la quantification des cibles ADN. Quant à la technique LAMP, elle utilise une ADN polymérase et quatre amorces pour amplifier les acides nucléiques, constituant une alternative à la PCR pour l'identification des moisissures d'altération. Des méthodes PCR ont permis la détection de champignons producteurs d'OTA, ainsi que l'identification d'espèces de *Fusarium*, *Penicillium* et *Aspergillus*, en lien avec l'expression de gènes impliqués dans la biosynthèse des mycotoxines **(Hayat et al., 2012 ; Rodriguez et al., 2015)**.

II.9.2 Techniques moléculaires

Les méthodes moléculaires comprennent la PCR, l'hybridation fluorescente in situ (FISH) ainsi que le codage à barres de l'ADN. Des approches avancées, telles que la PCR quantitative (qPCR), la RT-PCR, l'électrophorèse en gel de gradient de dénaturation (PCR-DGGE) et la PCR-ELISA, se distinguent de la PCR classique et permettent de détecter la présence de champignons dans les produits alimentaires (**Bintvihok et al., 2016**). La PCR-DGGE, qui repose sur l'analyse du polymorphisme de longueur des fragments de restriction terminale (TRFLP), constitue un outil performant pour l'identification des champignons toxiques (**El Sheikha et al., 2015**).

Par ailleurs, la PCR-ELISA s'avère plus sensible que la PCR conventionnelle. Selon **Luo et al. (2012)**, la technique d'amplification isotherme en boucle (LAMP) a été utilisée pour identifier les espèces d'*Aspergillus* productrices d'AFs.

II.9.3 Polymères à empreinte moléculaire (PEM)

Les polymères à empreinte moléculaire (PEM), ou *Molecularly Imprinted Polymers* (MIPs), sont des matériaux synthétiques conçus pour mimer les interactions spécifiques des récepteurs biologiques, facilitant ainsi la reconnaissance sélective de molécules cibles (**Jayasinghe, 2021 ; Kaya, 2023**).

La synthèse des MIPs repose sur l'utilisation d'une molécule modèle (ou *template*), représentant l'analyte d'intérêt, autour de laquelle sont polymérisés des monomères fonctionnels et des agents réticulants. Les interactions entre la molécule modèle et les monomères peuvent être de nature covalente, semi-covalente ou non covalente, incluant notamment des forces électrostatiques, des interactions de Van der Waals, des interactions π - π et des liaisons hydrogène (**Kaya et al., 2023**).

Parmi ces approches, la méthode non covalente est la plus couramment utilisée en raison de ses conditions opératoires plus douces, ainsi que de la facilité et de la rapidité de l'élimination du modèle et de sa re-capture ultérieure. Une fois la polymérisation terminée, la molécule modèle est extraite, laissant dans la matrice un réseau polymérique tridimensionnel fortement réticulé comportant des cavités spécifiques, correspondant à la forme, à la taille et à la fonctionnalité de l'analyte ciblé (**Speltini et al., 2017**).

II.9.4 Nez électronique

L'évaluation des métabolites secondaires fongiques peut être réalisée grâce au nez électronique, un dispositif fonctionnant en partie comme un système de chromatographie en phase gazeuse (GC). Cette technologie repose sur l'identification des composés volatils émis par un aliment contaminé à l'aide d'un détecteur à l'état solide (**Palasconi et al., 2012**). La précision de l'analyse dépend de la sensibilité des capteurs utilisés, permettant ainsi de générer une empreinte olfactive unique pour chaque aliment, reflétant ses caractéristiques gustatives et aromatiques.

L'identification des profils olfactifs caractéristiques offre une première indication sur la nature des métabolites générés (**Sanaeifar et al., 2017**). Cette approche a notamment été appliquée à la détection de mycotoxines dans divers fruits, tels que les pommes, les oranges, les fraises et les pêches (**Jia et al., 2019**).

II.9.5 Colorants à émission induite par l'agrégation

L'émission induite par l'agrégation (AIE) repose sur l'augmentation de l'intensité fluorescente de certains colorants lorsqu'ils sont en état d'agrégation. Cette forte fluorescence est attribuée à la réduction des mouvements intramoléculaires observés dans ces conditions. Le développement de biocapteurs s'appuie sur l'étude des propriétés fluorescentes des colorants AIE (**Liu et al., 2014**). Parmi ces colorants, on retrouve le 9,10-distyrylanthracène (DSA), le tétraphényléthène (TPE), le silacrylate de méthyle et le silacyclopentadiène (silole) (**Wang et al., 2018**).

Zhu et al. (2019) ont mis au point un aptasenseur utilisant des colorants AIE pour détecter l'OTA. Ces colorants possèdent une forte affinité pour les aptamères et deviennent fluorescents par agrégation. Une seule séquence d'aptamère a été employée dans cette étude, permettant une limite de détection de 0,4 ng/mL. L'aptamère a également démontré une grande spécificité pour la détection de l'OTA. Cette approche a été appliquée avec succès à l'analyse de l'OTA dans le vin et le café. Grâce à leur sensibilité élevée et à leur facilité d'utilisation, les colorants AIE représentent une technologie prometteuse pour la détection rapide des contaminations alimentaires in situ.

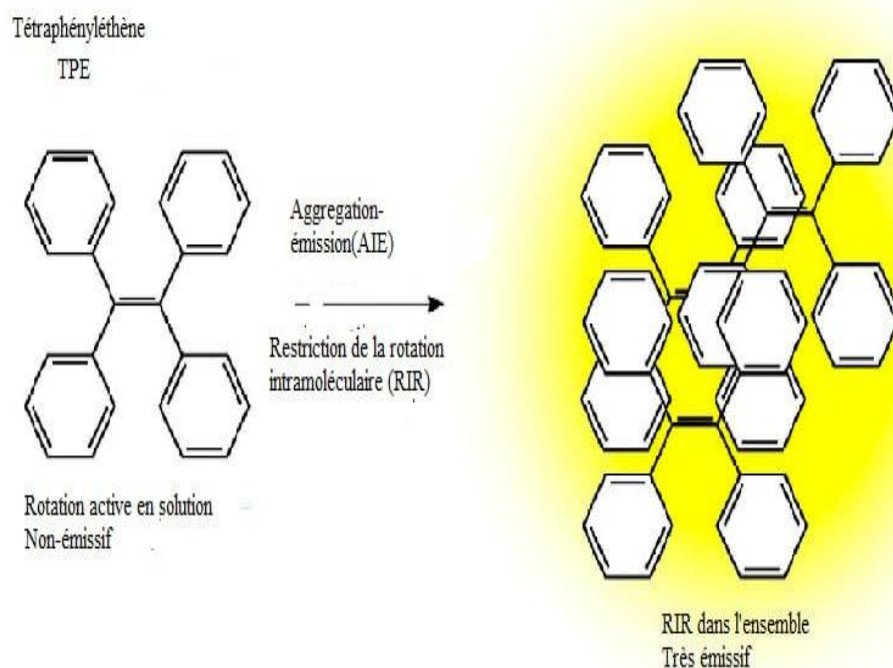


Figure 10. Principe d'émission induite par l'agrégation (Janik *et al.*, 2021)

II.9.6 Spectroscopie de résonance magnétique nucléaire

La spectroscopie de résonance magnétique nucléaire (RMN) constitue une technique fondamentale pour l'identification des composés organiques et est couramment utilisée dans le domaine de la métabolomique (Xu *et al.*, 2014). Cette méthode globale permet d'examiner les métabolites de manière détaillée. Les approches RMN les plus répandues se concentrent principalement sur l'étude des caractéristiques physiques des noyaux d'hydrogène (protons) dans les tissus, notamment la RMN du proton. D'autres noyaux atomiques, tels que le ^{31}P , le ^{13}C , le ^{19}F et le ^{23}Na , peuvent également être étudiés.

Bien que la RMN présente certains inconvénients, comme une sensibilité limitée et une résolution spectrale et temporelle parfois insuffisante, elle reste une méthode puissante pour l'analyse des métabolites. De plus, elle souffre de l'absence de nombreux logiciels commerciaux et de méthodes de quantification limitées (Serkova *et al.*, 2012). Cependant, ses avantages sont nombreux : préparation des échantillons simplifiée, capacité d'analyse à haut débit, stabilité chimique des déplacements et possibilité de quantifier simultanément plusieurs métabolites endogènes dans un organisme vivant. En métabolomique, la RMN offre des informations

structurales précieuses, facilitant l'identification et l'analyse statistique des métabolites au sein d'un organisme vivant.

II.9.7 Imagerie hyperspectrale

L'imagerie hyperspectrale (HSI) constitue une technique prometteuse pour l'évaluation des contaminations fongiques et la détection des mycotoxines. Elle présente plusieurs avantages : méthode non destructive, rapide, peu coûteuse, et capable de fournir des informations spectrales détaillées pour chaque pixel. Cette technologie offre ainsi une alternative performante aux méthodes classiques, souvent coûteuses et laborieuses, d'analyse des mycotoxines dans les céréales, contribuant efficacement à la gestion des risques fongiques. L'étude de **Femenias et al. (2020)** illustre l'application de l'HSI pour la détection des moisissures du genre *Fusarium* et de la mycotoxine DON dans les grains.

Les outils de prédiction basés sur l'HSI permettent notamment le tri individuel des grains contaminés. Un système HSI standard comprend une caméra combinant détection spatiale et spectrale, un spectrographe générant un spectre pour chaque pixel, une lentille concentrant la lumière sur le détecteur, une source d'éclairage (souvent à fibres optiques), un système de déplacement motorisé pour les échantillons, ainsi qu'un dispositif d'acquisition des données (**Elmasry et al., 2012**).

Toutefois, l'identification précise des métabolites produits par les isolats fongiques reste limitée en l'absence de normes spécifiques (**Kleigrew et al., 2012**). L'élucidation du mécanisme de réarrangement de certaines mycotoxines, comme le Fusarin C produit par *Fusarium*, a nécessité l'utilisation de technologies avancées telles que la RMN (**Lopez-Ruiz et al., 2019**). Par ailleurs, **Tekle et al. (2015)** ont employé une caméra infrarouge à ondes courtes équipée d'un détecteur au tellure de mercure pour surveiller les grains contaminés, en ciblant les longueurs d'onde de 1000 à 2500 nm. De leur côté, **Barbedo et al. (2017)** ont utilisé un spectromètre VIS/NIR couplé à une caméra XENICS pour l'analyse HSI dans la gamme de 528 à 1785 nm. Leur étude a révélé que l'algorithme initial ne permettait pas d'établir une corrélation fiable entre la présence de DON et l'infection fongique. Ils ont alors développé un nouvel algorithme de classification par lots permettant une détection plus précoce de l'infection.

Plus récemment, **Ropelewska et Zapotoczny. (2018)** ont conçu un système HSI intégrant une caméra à couplage de charge (CCD), un spectromètre VIS/NIR (400–1100 nm) et une source lumineuse infrarouge à fibre optique, pour différencier les grains sains des grains infectés. **Liang et al. (2018)** ont, quant à eux, utilisé un spectromètre opérant entre 400 et 1000 nm afin de détecter et visualiser les niveaux de DON dans des lots de blé en vrac.

L'HSI, couplée à l'apprentissage automatique (machine learning, ML), s'impose aujourd'hui comme la technique la plus performante pour l'identification des mycotoxines, en permettant une caractérisation fine des propriétés chimiques des produits agricoles. Elle est de plus en plus appliquée à divers types de denrées : amandes (**Mishra et al., 2022**), cacahuètes (**Zhang et al., 2022**), pistaches (**Wu et al., 2019**), blé (**Nadimi et al., 2021**) et maïs (**Tao et al., 2022**). Toutefois, le traitement de la grande quantité de données générée par l'imagerie hyperspectrale dépasse les capacités des classificateurs statistiques traditionnels.

La sélection d'un algorithme d'apprentissage automatique adapté aux céréales et fruits secs s'avère complexe. En effet, chaque algorithme poursuit des objectifs distincts et peut donner des résultats variables selon la nature des données. Ainsi, plusieurs revues ont été consacrées à l'intégration de méthodes spectroscopiques et d'algorithmes d'apprentissage dans le domaine de la sécurité alimentaire (**Mishra et al., 2022 ; Sendin et al., 2017**). Néanmoins, peu d'études ont porté sur le développement d'algorithmes spécifiquement destinés à la détection et à la quantification des mycotoxines dans les céréales et les noix à partir d'images hyperspectrales. **Sendin et al. (2017)** ont exploré les approches NIR-HSI pour identifier les grains contaminés par des moisissures, mais une évaluation approfondie des techniques d'apprentissage automatique dans ce domaine reste encore nécessaire.

II.10 Nanotechnologie et nouvelles technologies de détection des mycotoxines

La nanotechnologie a émergé comme une stratégie révolutionnaire dans la détection des mycotoxines, offrant une sélectivité, une sensibilité et une robustesse remarquables. L'incorporation de nanomatériaux tels que les nanoparticules, les nanofils ou encore les nanotubes de carbone (NC) dans les systèmes de détection a permis le développement de techniques analytiques innovantes et performantes (**Mousavi Nodoushan et al., 2019 ; Tang et al., 2022 ; Thipe et al., 2022 ; Nihal P et al., 2024**).

Parallèlement, des technologies émergentes comme les répétitions courtes palindromiques groupées et régulièrement espacées (CRISPR) se sont imposées dans le domaine des techniques avancées de détection des mycotoxines, offrant des systèmes d'analyse plus polyvalents. Des nanoparticules, notamment celles d'or et d'argent, sont utilisées comme activateurs dans divers immunocapteurs destinés à la détection de ces toxines.

À titre d'exemple, **Zhou et al. (2024)** ont utilisé des nanoparticules d'or dans un immunocapteur à bande pour la détection rapide et simultanée de plusieurs mycotoxines, dont la ZEN, la T2, l'alternariol, le déoxynivalénol (DON) et l'acide ténuazonique. Les limites de détection (LOD) obtenues variaient entre 0,04 et 0,56 ; 0,11 et 0,68 ; 0,09 et 0,75 ; 0,91 et 4,77 ; et 0,12 et 1,02 ng/mL, respectivement. Leurs tests ont révélé des taux de récupération atteignant jusqu'à 115 %. D'autres nanomatériaux, tels que les nanoparticules d'argent, de carbone, les nanotubes de carbone multiparois modifiés (PGEylés), les NanoC18SiO₂ et Fe₃O₄, ont également été développés pour la concentration et la séparation de diverses mycotoxines (**Moreno et al., 2016 ; Zhao et al., 2020**).

Initialement conçu comme outil de modification génétique, le système CRISPR a été récemment adapté à des applications diagnostiques, notamment pour l'identification de contaminants alimentaires tels que les mycotoxines (**Wang et Doudna, 2023 ; Pei et al., 2024 ; Suliman, 2024**). Toutefois, certains biocapteurs traditionnels présentent des limites, notamment des effets de matrice ou des interférences électriques.

Les biocapteurs basés sur CRISPR ont ainsi été développés pour pallier ces limites, tout en augmentant la sensibilité, la précision et la rapidité de détection. Selon **Haowei et al. (2023)**, la technologie CRISPR/Cas peut être intégrée à divers biocapteurs existants, notamment électrochimiques et colorimétriques. Leur étude a montré que l'utilisation conjointe de nanoparticules d'or et d'une sonde colorimétrique dérivée de Cas12a permettait la détection de l'AFM1, en interrompant la reconnaissance de l'aptamère AFM1 par Cas12a.

De plus, ces auteurs ont démontré l'efficacité du système Cas12a pour la détection de l'OTA, atteignant une limite de détection de 0,74 fg/mL à l'aide d'un capteur électrochimique de type aptasensor, dont le signal est amplifié par une enzyme exo-nucléase. Dans une étude récente,

Liu *et al.* (2024) ont rapporté l'intégration du système CRISPR-Cas12a avec une enzyme monoatomique pour la détection de l'AFB1, obtenant une gamme linéaire de 10^6 ng/μL et une limite de détection de $1,5 \times 10^6$ ng/μL. Cette méthode présente une stabilité remarquable et bénéficie de l'activité catalytique élevée de l'enzyme monoatomique, tandis que Cas12a renforce l'amplification du signal et la spécificité de la détection.

III. Techniques d'intelligence artificielle pour la détection des mycotoxines dans les aliments

L'application de l'intelligence artificielle (IA) en mycologie a connu une expansion remarquable ces dernières années, notamment dans le domaine de l'identification des moisissures et de la détection de la contamination mycotoxinique des denrées alimentaires. L'association de l'IA à diverses plateformes analytiques telles que la spectroscopie, les biocapteurs et les techniques d'imagerie offre un potentiel considérable pour améliorer l'efficacité, la fiabilité et la rapidité des analyses mycotoxicologiques (**Aggarwal et al .,2024**). Parmi ces approches, la vision par ordinateur qui reproduit le fonctionnement du système visuel humain se distingue comme une technologie de détection prometteuse en raison de sa rapidité, de son faible coût, de sa simplicité de maintenance et de sa capacité de visualisation élevée.

Les techniques de l'IA présentent de nombreux avantages, notamment leur fiabilité, leur rentabilité et leur capacité à gérer l'incertitude (**Chowdhury et Sadek.,2012**) Elles permettent également de réduire le temps de traitement dans diverses applications (**Emri ,2020**). Toutefois, leur efficacité varie selon les tâches, et leur mise en œuvre dépend souvent de la disponibilité de jeux de données volumineux et de haute qualité. Cette revue se concentre sur l'utilisation de l'IA pour détecter les moisissures mycotoxigènes et les mycotoxines dans les denrées alimentaires.

Les arachides, cultivées mondialement en tant que culture oléagineuse et de rente, sont riches en lipides et en protéines. Néanmoins, au cours de leur transport et de leur stockage, elles deviennent sensibles à la moisissure, notamment au développement d'AFs, des composés toxiques et cancérogènes fréquemment détectés dans les arachides avariées.

Une méthode de visualisation olfactive a été utilisée pour détecter l'AFB1 dans les arachides (**Zhu et al.,2022**). Cette approche a intégré un algorithme génétique (GA) combiné à un réseau de neurones à rétro-propagation (BPNN) pour optimiser les composantes colorimétriques d'une image capteur prétraitée. L'ensemble optimal de composantes a ensuite servi à construire un modèle de régression quantitative basé sur la régression par vecteurs de support (SVR). Deux techniques d'optimisation des paramètres du SVR ont été comparées : la recherche par grille (GS) et la méthode de recherche des moineaux (SS). Le modèle SS-SVR a obtenu les meilleurs résultats, avec un coefficient de corrélation prédictif de 0,91.

D'autres approches d'apprentissage automatique, telles que la SVM, les réseaux de neurones artificiels (ANN) et le système neuro-flou adaptatif (ANFIS), ont également été appliquées pour détecter efficacement l'aflatoxine et les moisissures aflatoxigènes dans les graines d'arachide (**Ziyaee et al.,2021**). Des images des graines ont été capturées sous différentes sources lumineuses (LED, UV et fluorescence) et contre deux arrière-plans (noir et blanc), à 0,48 et 72 heures après inoculation. Les résultats ont montré que l'utilisation de lumière LED, d'un fond blanc et d'un ANN permettait d'atteindre un taux de précision de 99,7 % pour l'identification des moisissures après 72 heures.

Dans une autre étude, quatre algorithmes de ML - SVM, RF, perceptron multicouche (MLP) et analyse discriminante linéaire (LDA) ont été utilisés pour identifier quatre espèces fongiques (*A. flavus*, *A. niger*, *Penicillium sp.*, et *Rhizopus sp.*) sur des graines d'arachide (**Sudki et al.,2023**). L'imagerie multispectrale a permis de classifier ces espèces avec une grande précision, les modèles atteignant des taux de reconnaissance autonomes compris entre 90 % et 100 %.

Par ailleurs, un modèle SVM et un réseau de neurones convolutif profond (DCNN) ont été appliqués à des images tomographiques par cohérence optique pour détecter l'aflatoxine dans les arachides. Les précisions obtenues étaient respectivement de 85 % et 96 %, attestant de l'efficacité de ces approches pour identifier les graines contaminées (**Manhando et al.,2021**). Plus récemment, l'algorithme de type transformer, une méthode avancée d'IA, a également été utilisé avec succès pour détecter des mycotoxines dans les arachides (**Guo et al.,2024**).

Concernant le blé, une culture essentielle pour la sécurité alimentaire mondiale, il est exposé à divers stress biotiques et abiotiques, entraînant des pertes importantes en rendement et qualité. Parmi les maladies fongiques les plus dommageables figure la fusariose de l'épi (*Fusarium Head Blight*, FHB), causée principalement par *Fusarium graminearum* Schwabe.

L'intelligence artificielle (IA) a été mobilisée avec succès pour la détection de la fusariose de l'épi (*Fusarium Head Blight*, FHB) et des mycotoxines dans le blé. Une étude reposant sur des images de graines capturées par caméra a permis, grâce à une architecture algorithmique de faible complexité optimisée par ajustement d'hyperparamètres, d'atteindre une précision de 97 % dans l'identification de la FHB, avec une exactitude globale de 99 % (**Bernardes et al.,2022**). Par

ailleurs, l'utilisation d'un réseau neuronal convolutif profond (DCNN) avec transfert d'apprentissage a démontré une performance remarquable pour l'évaluation de la FHB sur le blé, atteignant une précision moyenne de 92 % sur des images en couleur acquises à l'aide d'un appareil Canon EOS Rebel T6i (New York, NY, USA) (**Qiu et al.,2019**).

Une autre application pertinente des modèles CNN a concerné la détection de (AFB1) dans le blé, à partir de données obtenues via un dispositif de détection par micro-ondes. L'analyse qualitative a révélé que le modèle CNN fusionné atteignait des performances maximales, avec des scores de 100 % pour la précision, l'exactitude, le rappel et le score F1 (**Deng et al.,2023**).

En complément, l'algorithme Random Forest (RF) a été employé pour la détection de plusieurs mycotoxinesnotamment le déoxynivalénol, la ZEN, les T-2 et HT-2, les FMNs, les AFs et l'ochratoxine à partir de données intégrant des variables phénologiques, climatiques et issues d'imagerie satellitaire. Le modèle a démontré une performance élevée, avec des taux de précision de 99 % en validation interne et de 90 % en validation externe (**Wang et al.,2022**).

Dans l'objectif de développer une méthode rapide, fiable et économique pour identifier les échantillons de blé contaminés par le déoxynivalénol, une étude a évalué l'efficacité d'un nez électronique portable ("AIR PEN 3", Airsense Analytics GmbH, Schwerin, Allemagne), équipé de dix capteurs à oxyde métallique ciblant divers composés volatils. L'algorithme CART (Classification and Regression Trees) appliqué aux données collectées a permis d'atteindre une précision de 83 %(**Camardo et al.,2021**).

D'autres travaux confirment l'intérêt croissant des approches d'apprentissage automatique (ML), d'apprentissage profond (DL) et des architectures de type transformer pour la détection efficace des mycotoxines dans les céréales.

III.1Utilisation de la métabolomique et du machine learning pour la détection des mycotoxines

L'apprentissage automatique (ML) et la métabolomique sont des techniques innovantes pourl'identification des mycotoxines, qui ouvrent de nouvelles perspectives prometteuses pour la détection des mycotoxines, qui ouvrent de nouvelles perspectives prometteuses anticipées et la

prévention de la contamination par les mycotoxines dans les produits agricoles (**Rubert et al., 2017 ; Sun et al., 2023**).

La métabolomique, définie comme l'étude détaillée des métabolites présents dans les échantillons biologiques, représente une base robuste pour l'identification des biomarqueurs associés à la présence de mycotoxines (**Lapris et al., 2024**). Il fait appel à des méthodes traditionnelles telles que la (RMN), la chromatographie en phase liquide-spectrométrie de masse (LC-MS), la chromatographie en phase gazeuse-spectrométrie de masse (GC-MS) et (HPLC) pour examiner les métabolites et identifier des schémas indicatifs de la présence de moisissures productrices de mycotoxines (**Richard Forget et al., 2021**).

L'apprentissage automatique, une discipline de l'IA dédiée à l'élaboration d'algorithmes et de modèles statistiques qui permettent aux systèmes d'acquérir des connaissances à partir des données tout en optimisant leurs performances par une codification explicite, attire de plus en plus l'attention du secteur agroalimentaire pour l'identification et l'étude des mycotoxines et autres éléments contaminant (**Inglis et al., 2024**).

Le ML peut généralement être divisé en diverses catégories, chacune employant des techniques particulières pour gérer les données et réaliser des missions spécifiques (**Saha et Manickavasagan, 2021 ; Sarker, 2021**). Ces catégories comprennent les machines supervisées (vecteurs de support), où les algorithmes sont entraînés sur des données labellisées pour anticiper des résultats ou classer des informations. Des techniques d'apprentissage non supervisé, telles que l'analyse en composantes principales (ACP) et le clustering K-means, examinent et interprètent les données de façon autonome pour déceler des motifs et structures latents, sans recourir à des étiquettes préétablies. Les modèles semi-supervisés (comme les modèles génératifs) fusionnent l'apprentissage supervisé et non supervisé (**Maresh, 2020 ; Saha et Manickavasagan, 2021**).

Selon une étude dirigée par **Camardo Leggieri et al. (2021)**, une approche d'apprentissage supervisé exploitant deux réseaux neuronaux profonds, associant un système de culture et un mécanisme s'appuyant sur les conditions climatiques, a été conçue pour anticiper l'AFB1 et le FB1 dans une plantation de maïs au nord de l'Italie. Cette méthode a permis de détecter avec une précision

n de 75% les champs contaminés au-delà des seuils autorisés.

L'association de la métabolomique et du machine learning pourrait faciliter l'identification de biomarqueurs potentiels pour une détection précoce des mycotoxines.

Par exemple, **Xie *et al.* (2022)** ont repéré le versicolorin B ainsi que d'autres métabolites en tant que biomarqueurs pour les souches génératrices d'AFs, avec une corrélation oscillant entre 0.71 et 0.95.

En combinant la métabolomique et l'apprentissage automatique, les auteurs ont prouvé que le biomarqueur ainsi que les modèles développés (un modèle de forêt aléatoire et un modèle XGboost) étaient capables de prédire la présence d'AFs avec une exactitude de 87,2 %. Cela démontre la solidité et la fiabilité renforcée de ce modèle pour guider les choix agricoles et assurer la sécurité alimentaire.

III.2 Apprentissage automatique (Machine learning)

Ces dernières années, l'apprentissage automatique (AA) s'est imposé comme une alternative prometteuse aux méthodes classiques de détection des mycotoxines. En s'appuyant sur des techniques statistiques, l'intelligence artificielle permet aux ordinateurs d'apprendre à partir des données et de prendre des décisions basées sur des modèles et des inférences, sans programmation spécifique pour chaque tâche. Les approches d'AA sont particulièrement efficaces pour analyser de grands volumes de données et mettre en évidence des schémas complexes souvent imperceptibles, facilitant ainsi la prédiction et la détection de contaminants tels que les mycotoxines (**Liakos *et al.*, 2018**).

III.2.1 Processus typique d'apprentissage automatique

Le processus d'apprentissage automatique repose sur cinq étapes fondamentales. Il commence par la collecte des données, provenant de sources diverses et hétérogènes (**Laney *et al.*, 2001**), suivie d'une phase de préparation impliquant des opérations de nettoyage, de transformation et de mise en forme des données (**Dasu et Johnson, 2003**). Les données sont ensuite divisées en ensembles distincts : entraînement, validation et test, afin de garantir une évaluation rigoureuse du modèle (**Géron, 2022**). La quatrième étape consiste à sélectionner un algorithme d'apprentissage approprié, qu'il soit supervisé ou non supervisé, selon la nature du problème à résoudre (**Nasrabadi *et al.*, 2024**). Enfin, l'algorithme retenu est entraîné, optimisé et

évalué à l'aide des jeux de données préparés, en vue d'obtenir les meilleures performances possibles en termes de précision, de robustesse et de généralisation (**Raschka et al., 2023**).

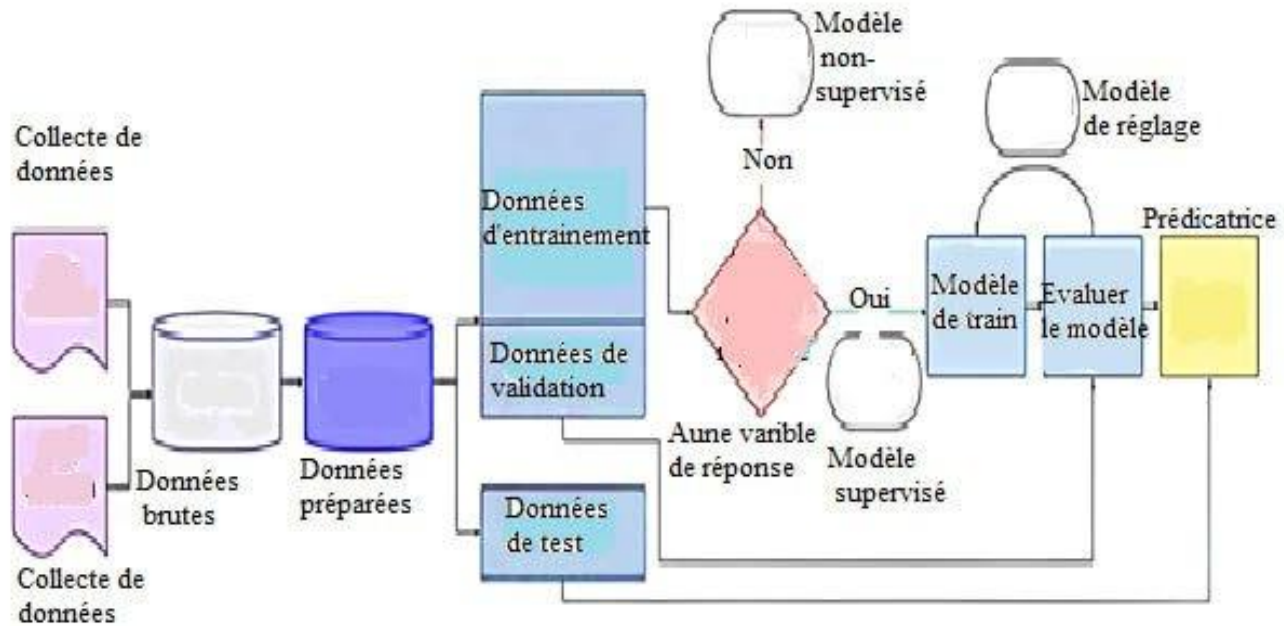


Figure 11 . Schéma fonctionnel représentant le processus d'apprentissage automatique (**Parnel et al.,2024**).

III .2.2 Données d'entraînement, de validation et de test

L'évaluation des modèles en apprentissage automatique repose sur l'utilisation rigoureuse de jeux de données distincts : l'entraînement, la validation et le test. Le jeu de validation, séparé des données d'apprentissage, permet l'ajustement des hyperparamètres et joue un rôle clé dans la prévention du surapprentissage, notamment via des techniques telles que la régularisation (**Figure 11**) ; (**James et al., 2024**). Ce processus permet de sélectionner la version optimale du modèle avant son évaluation finale sur un jeu de test, totalement indépendant. Ce dernier fournit une estimation objective des performances en conditions réelles.

Dans les études examinées, les résultats rapportés reposent principalement sur les performances observées sur le jeu de test. Bien que certaines incluent également les jeux d'entraînement ou de validation, ceux-ci ne doivent pas être utilisés pour évaluer la capacité de généralisation du modèle.

Plusieurs métriques sont mobilisées pour cette évaluation : le coefficient de détermination R^2 , qui quantifie la proportion de variance expliquée (Kuhn, 2023) ; l'erreur quadratique moyenne (EQM) et sa racine (RMSE), qui mesurent l'écart entre prédictions et observations (Bishop, 2024) ; l'exactitude, indicateur central pour les tâches de classification (Fawcett *et al.*, 2023) ; et enfin l'AUC, qui évalue la capacité de discrimination d'un modèle dans les classifications binaires (Niculescu-Mizil *et al.*, 2024).

III .3 Application de l'apprentissage automatique aux données sur les mycotoxines

Cette section propose d'abord un aperçu des types de données couramment utilisés pour la détection des mycotoxines, avant d'examiner les algorithmes d'apprentissage automatique les plus répandus appliqués à ce domaine. Chaque sous-partie est consacrée à un algorithme spécifique, en présentant son fonctionnement, ses avantages, ses limites, ainsi que des exemples d'applications tirés de la littérature. Lorsqu'une étude compare plusieurs modèles, elle est classée selon l'algorithme ayant donné les meilleurs résultats dans le contexte analysé (De Boevre *et al.*, 2024).

III .3.1 Types de données utilisées dans la détection des mycotoxines

Dans le cadre de la détection des mycotoxines par apprentissage automatique, diverses sources de données sont utilisées, notamment les données météorologiques (température, précipitations, humidité), les cycles de culture, les informations agronomiques et l'imagerie spectroscopique. Les données spatio-temporelles jouent également un rôle central, car elles permettent d'analyser la contamination en fonction du lieu et du temps. Chaque type de données présente des caractéristiques spécifiques qu'il convient de bien comprendre, notamment leur contexte et leurs conditions de collecte, afin d'évaluer correctement les performances des modèles utilisés (Battilani et Toscano, 2024).

III .3.1.1. Données météorologiques

Les facteurs météorologiques tels que la température, l'humidité, les précipitations ou encore le dioxyde de carbone influencent fortement le développement des moisissures productrices de mycotoxines (Magan et Medina, 2016 ; Natarajan *et al.*, 2023). Les modèles d'apprentissage automatique tirent parti de ces données pour estimer le risque de contamination,

en rendant les prédictions plus dynamiques et contextuelles (**Miranda-Castro et al., 2024**). Par exemple, un modèle de réseau neuronal convolutif utilisant le taux de CO₂ et l'apparence des moisissures a permis de détecter la contamination du blé stocké avec une précision de 83,3 % (**Kim et al., 2024**). Un autre modèle combinant machine d'amplification de gradient et réseau neuronal a atteint une précision de 73 % pour les aflatoxines et de 85 % pour les FMNs, en intégrant des données climatiques, géospatiales et satellitaires (**Castano-Duque et al., 2023 ; Alassane-Kpembé et al., 2023**).

III .3.1.2 Données agronomiques

Les facteurs agronomiques, tels que l'historique des cultures, l'usage de fongicides, les pratiques culturales et le choix des variétés, ont un impact significatif sur la formation des mycotoxines (**Orlando et al., 2010 ; Edwards et Jennings, 2018**). Plusieurs études ont utilisé ces données pour alimenter des modèles prédictifs. Par exemple, les paramètres liés au système de culture ont permis de prévoir la présence d'AFs et de FMNs dans le maïs (**Camardo et al., 2021**), tandis que des modèles de boosting par gradient intégrant les caractéristiques du sol, les données climatiques et les antécédents de contamination ont été développés pour détecter le maïs contaminé par les aflatoxines (**Branstad-Spates et al., 2023**).

III .3.1.3 Phénologie des cultures et données spécifiques aux cultivars

L'intégration de données spécifiques aux variétés cultivées constitue un levier important pour améliorer la précision des modèles d'apprentissage automatique dans la détection des mycotoxines. En effet, certaines variétés présentent une sensibilité accrue ou une résistance plus marquée aux infestations fongiques et à la contamination (**Wegulo, 2012**). En tenant compte de ces caractéristiques, les modèles peuvent affiner leurs prédictions et proposer des mesures adaptées à chaque cultivar (**Dhaka et al., 2023**). De plus, l'ajout de données phénologiques, telles que les stades de développement des plantes, permet d'améliorer la précision temporelle des prédictions, notamment dans les régions à haut risque (**van der Fels-Klerx et al., 2022**).

III .3.1.4 Données spectrales

Les données spectrales, réputées pour leur richesse informationnelle et leur caractère non destructif, sont largement utilisées pour la détection des mycotoxines, en raison de leur capacité à mesurer la réflectance ou l'absorbance de la lumière à différentes longueurs d'onde (**Wang et al., 2024**). Deux approches principales se distinguent : l'imagerie multispectrale, plus simple à traiter et adaptée à des environnements contrôlés comme l'a démontré (**Rangarajan et al. 2022**) sur la fusariose du blé, et l'imagerie hyperspectrale, qui fournit des signatures spectrales continues permettant une détection fine des contaminations fongiques (**Almoujahed et al., 2022**).

Cette dernière a notamment été utilisée avec succès pour la surveillance à grande échelle des cultures de blé à l'aide de drones (**Dong et al., 2020**). D'autres travaux ont montré son efficacité pour distinguer les grains de maïs contaminés de façon naturelle ou artificielle (**Hruska et al., 2014 ; Brown et al., 2016**). Le type d'échantillon analysé – entier ou broyé – influence également la qualité des mesures : certaines études ont porté sur des échantillons broyés en laboratoire, tandis que d'autres, comme celle de **Han et Gao (2019)**, ont évalué la contamination directement sur des fruits entiers en conditions réelles.

Enfin, l'intégration des données spectrales avec des méthodes d'apprentissage automatique permet d'améliorer significativement la précision de détection **Kalkan et al. (2014)**.

III .3.1.5 Limitations de l'analyse d'images

Bien que les données spectrales soient efficaces pour détecter les contaminations fongiques, leur capacité à refléter précisément la présence de mycotoxines reste limitée. En effet, les signes visuels captés par imagerie – comme les altérations végétales ou la moisissure – ne sont pas systématiquement corrélés à la présence de toxines spécifiques (**Del Fiore et al., 2010**). Cette déconnexion s'explique notamment par la diversité des espèces fongiques et des toxines produites (**Serranti et al., 2013**). Ainsi, les modèles basés uniquement sur l'aspect visuel risquent de ne pas refléter fidèlement les niveaux réels de mycotoxines (**Reverberi et al., 2010**). Pour pallier cette limite, il est essentiel d'intégrer des données spectrales spécifiques aux composés toxiques et de les coupler à des analyses chimiques ou moléculaires, ce qui permet d'améliorer la précision et la pertinence des modèles de détection (**Kulik et al., 2024**).

III .3.2 Réseaux neuronaux

Les réseaux neuronaux (RN), inspirés du cerveau humain, sont des algorithmes d'apprentissage automatique capables de détecter des schémas et de faire des prédictions à partir de données, en mode supervisé ou non (**Gurney, 2018**). Ils sont composés de neurones organisés en couches : une couche d'entrée, plusieurs couches cachées et une couche de sortie. Chaque neurone réalise une somme pondérée des entrées suivie d'une fonction d'activation. Pendant l'apprentissage, les poids des connexions sont ajustés via des algorithmes d'optimisation, en tenant compte d'hyperparamètres tels que le taux d'apprentissage, le nombre d'époques, la taille des lots et le type de fonction d'activation (ReLU, sigmoïde, tanh) (**Goodfellow et al., 2024 ; Zhang et al., 2024**). Une fois entraîné, le réseau peut prédire efficacement de nouvelles données.

III .3.2.1 NN appliqués aux données spatio-temporelles

Les réseaux neuronaux ont été largement mobilisés pour l'analyse de données spatio-temporelles liées à la contamination par les mycotoxines. **Mazzoni et al. (2021)** ont ainsi mis en œuvre des réseaux neuronaux pour prédire les concentrations d'aflatoxines et de fumonisines dans le maïs récolté en Italie, atteignant une précision supérieure à 75 %. Ils soulignent toutefois l'importance d'intégrer à l'avenir les interactions entre toxines, notamment leur cooccurrence, dont la fréquence est susceptible d'augmenter en raison des effets du changement climatique (**Toscano et al., 2024**).

De leur côté, **Edwards et Jennings (2018)** ont développé des modèles neuronaux destinés à la détection du DON et du nivalénol (NIV) dans le blé d'hiver. Le modèle DONANN a obtenu une corrélation très élevée (0,99) entre les valeurs observées et prédites, tandis que le modèle NIVANN a présenté une performance acceptable (corrélation de 0,81), bien que certaines imprécisions méthodologiques aient été relevées par la suite (**Bouthillier et al., 2024**).

Plus récemment, **Jubair et al. (2021)** ont introduit une approche innovante de deep learning en utilisant le modèle GPTransformer, fondé sur les réseaux de transformateurs (**Vaswani et al., 2017**), pour prédire à la fois la fusariose de l'épi et les concentrations de DON dans l'orge. Si ce modèle n'a pas surpassé les méthodes statistiques traditionnelles telles que BLUP, il s'est révélé

plus performant que les arbres de décision et la régression linéaire, notamment grâce à sa capacité à capturer des effets génétiques non additifs (**Gupta, 2024**).

III .3.2.2 NN appliqués aux données spectrales

Les données HSI ont été largement exploitées pour la détection des mycotoxines, en particulier de la fusariose de l'épi chez le blé, à l'aide de réseaux neuronaux convolutifs (CNN) (**Jin et al., 2018 ; Moghim et al., 2019**). Des performances élevées ont été obtenues, notamment avec le modèle DarkNet 19, qui a atteint une précision quasi parfaite

(**Redmon et Farhadi, 2017 ; Whetton et al., 2022**). D'autres études ont confirmé l'efficacité des CNN avec une précision moyenne de 92 % (**Qiu et al., 2019**), et celle des réseaux récurrents pour localiser les zones infectées (**Wang et al., 2018**). Concernant l'aflatoxine, les réseaux neuronaux appliqués aux données spectrales à ondes courtes ont permis de classifier avec précision les arachides et le maïs contaminés (**Han et Gao, 2019 ; Deng et al., 2021**). En parallèle, l'approche combinant spectroscopie infrarouge et modèles MLP a montré une bonne capacité de détection de la contamination fongique, bien que sa performance dépende des seuils réglementaires en vigueur (**Oener et al., 2019 ; EFSA, 2024**).

Les CNN représentent une catégorie avancée de réseaux de neurones artificiels (ANN), se distinguant par des architectures complexes. Leur efficacité est particulièrement démontrée dans le traitement de grands ensembles de données comportant des millions de points, chacun caractérisé par de nombreuses variables, notamment lorsque ces dernières présentent des relations structurelles spécifiques, comme les pixels adjacents dans une image (**Yao et al., 2019 ; Greener et al., 2022**). Grâce à leur capacité à extraire automatiquement les caractéristiques pertinentes sans intervention manuelle, les CNN sont devenus une technologie incontournable dans de nombreuses applications modernes, comme en témoignent de nombreuses études (**Aggarwal et al., 2024**). Cette aptitude est particulièrement mise en valeur dans des domaines tels que l'analyse d'HSI.

III .3.2.3 NN avec nez électronique

Les nez électroniques, instruments capables de détecter les composés chimiques présents dans les gaz, ont été utilisés pour repérer diverses mycotoxines comme les AFs, les FMNs et le

DON dans le maïs (**Campagnoli et al., 2009 ; Gobbi et al., 2011 ; Lippolis et al., 2014; Ottobon et al., 2018**). Dans l'étude de **Leggier et al. (2021)**, un nez électronique associé à un RN a été utilisé pour identifier les AFs et les FMNs. Trois méthodes : RN, régression logistique (RL) et analyse discriminante (AD) – ont été comparées sur des données collectées sur cinq ans. Toutes ont dépassé 70 % de précision, avec le réseau neuronal en tête, atteignant 78 % pour les AFs et 77 % pour les FMNs. Les auteurs suggèrent que cette approche pourrait constituer un outil rapide et efficace pour classifier les échantillons selon leur niveau de contamination.

Un nez électronique (e-nose) AIR PEN 3 (Airsense Analytics GmbH, Schwerin, Allemagne), doté d'un réseau de dix capteurs à oxydes métalliques, a été utilisé pour l'identification rapide des mycotoxines AFB1 et FUMs dans le maïs (**Camardo Leggieri et al., 2021**). L'objectif de l'étude était d'évaluer la capacité du dispositif à distinguer les échantillons présentant des concentrations supérieures ou inférieures aux seuils réglementaires de ces toxines. Pour cela, plusieurs approches de modélisation ont été employées, notamment les réseaux de neurones artificiels (ANN), la régression logistique et l'analyse discriminante linéaire (LDA). Toutes les méthodes ont montré une précision élevée ($\geq 70\%$) pour la classification des niveaux de contamination, le modèle ANN se distinguant par les meilleures performances, atteignant une précision de 78 % pour l'AFB1 et 77 % pour les FUMs.

III .3.3 Forêts aléatoires

La forêt aléatoire (FR), introduite par **Breiman et al. (2001)**, est une méthode d'apprentissage automatique basée sur une combinaison d'arbres de décision pour des tâches de classification et de régression. Chaque arbre est construit à partir d'un échantillon bootstrap et s'appuie sur un sous-ensemble aléatoire de caractéristiques pour déterminer les divisions aux nœuds décisionnels, chaque arbre débute par un nœud racine représentant l'ensemble des données, segmenté selon un critère comme l'impureté de Gini (**Friedman et al., 2011**), jusqu'à atteindre des feuilles correspondant aux prédictions finales (**López-de-Uralde, 2024**).

Dans les tâches de classification, chaque arbre vote pour une classe, et celle recevant le plus de votes est retenue. En régression, la prédiction est obtenue par la moyenne des sorties des arbres (**Probst, 2024**).

La forêt aléatoire se distingue par sa polyvalence, capable de traiter de grands ensembles de données, avec de bonnes performances et peu de réglages hyperparamétriques. Parmi ces hyperparamètres, on retrouve le nombre d'arbres, la profondeur maximale et le nombre minimal d'échantillons pour scinder un nœud. Toutefois, comme les réseaux neuronaux, les RF sont souvent considérées comme des méthodes « boîtes noires » : bien que chaque arbre soit compréhensible, la combinaison globale des arbres rend l'interprétation du modèle plus complexe (Biau & Scornet, 2024).

III .3.3.1 RF pour les données spectrales

À l'instar des réseaux neuronaux, les forêts aléatoires (Random Forest, RF) ont été largement utilisées pour l'analyse de données hyperspectrales dans le cadre de la détection des mycotoxines. Ghilardelli, Barbato et Gallo (2022) ont notamment développé un modèle RF basé sur la spectroscopie dans le proche infrarouge (NIR) pour classifier l'ensilage de maïs en fonction de son niveau de contamination. En s'appuyant sur 155 échantillons collectés en Italie entre 2017 et 2019, leur modèle a atteint une précision hors échantillon supérieure à 90 % pour la détection des toxines produites par les genres *Fusarium* et *Penicillium* (Liu et al., 2024).

De leur côté, Teixidó-Orrit et al. (2023) ont employé la spectroscopie NIR pour détecter la présence de déoxynivalénol (DON) dans des échantillons d'avoine issus d'Espagne et de Suède. En comparant quatre algorithmes de classification (k-NN, Bayes naïf, réseau neuronal et RF) associés à deux méthodes de prétraitement, les RF ont fourni les meilleures performances avec une précision maximale de 77,8 % et une aire sous la courbe (AUC) de 0,77. Toutefois, ces résultats restent inférieurs à ceux rapportés par Femenias et al. (2021), qui ont obtenu de meilleures performances dans des conditions expérimentales similaires.

Par ailleurs, Ma et al. (2023) ont mis au point un système de biocapteurs destiné à détecter les mycotoxines produites par *A.flavus* dans le maïs et les arachides, en testant six algorithmes d'apprentissage automatique, dont le RF. Le modèle RF a permis une classification parfaite entre échantillons sains et infectés (précision de 100 %), et des taux de détection allant de 95 % à 98 % pour les stades précoces de contamination. Néanmoins, Zhao et al. (2023) avertissent que de telles performances exceptionnelles pourraient signaler des biais méthodologiques, tels qu'un surajustement ou une répartition inadéquate des données entre les jeux d'apprentissage et de test.

III .3.3.2 RF pour le traitement des mycotoxines

Les modèles de (ML) constituent des outils essentiels pour anticiper la contamination par les mycotoxines et optimiser les stratégies d'atténuation. Ils permettent d'affiner les prédictions et de renforcer l'efficacité des traitements antifongiques ciblés. Par exemple, **Tarazona et al. (2021)** ont appliqué plusieurs algorithmes, dont les réseaux neuronaux, les (RF), les arbres de gradient extrême (XGB) et la régression linéaire multiple (MLR), afin de modéliser la croissance de *Fusarium culmorum* et *Fusarium proliferatum*, ainsi que la production de mycotoxines sur du maïs traité par des films à base d'huiles essentielles. Parmi ces méthodes, le modèle RF a montré les performances les plus élevées, se distinguant par les plus faibles erreurs quadratiques moyennes (RMSE) (**Kokkonen, 2024**).

De manière complémentaire, **Aznar et al. (2023)** ont étudié l'effet antifongique de souches bactériennes lactiques sur des espèces de *Fusarium* dans les céréales. Les algorithmes NN, RF, XGB et MLR ont été mobilisés pour prédire le taux d'inhibition de croissance. Les modèles RF et XGB se sont avérés les plus performants, affichant des RMSE et des coefficients de détermination (R^2) similaires et optimaux sur le jeu de test (**Zhang, 2024**).

D'autres recherches confirment également la supériorité des RF pour prédire la prolifération des mycotoxines en réponse à divers traitements. Pour un aperçu approfondi, on peut se référer aux synthèses de **Mateo et al. (2021)** et **Lalitha et al. (2022)**.

III .4 Augmentation du gradient

Le gradient boosting (GB) est une technique itérative qui améliore la performance de modèles faibles, comme des arbres simples, en corrigeant leurs erreurs successivement. Chaque nouveau modèle se concentre sur les résidus des prédictions précédentes, et l'ensemble des modèles est combiné pour produire une prédiction finale plus précise. Cette méthode utilise la descente de gradient pour optimiser la réduction de l'erreur entre les valeurs prédites et réelles (**Friedman, 2001 ; Chen, 2024**).

Cette méthode est très performante et flexible, capable de modéliser des relations complexes non linéaires et applicable à la fois à la régression et à la classification. Toutefois, elle présente des risques de surapprentissage, particulièrement avec des données bruitées, et demande un coût computationnel élevé en raison de son apprentissage séquentiel, ce qui peut être un inconvénient lorsque les ressources ou le temps sont limités (**Natekin et Knol, 2013**).

Les principaux hyperparamètres incluent :

- le nombre d'apprenants, influant sur la robustesse et le risque de surapprentissage ;
- le taux d'apprentissage, qui contrôle la contribution de chaque apprenant et influence la généralisation du modèle ;
- la profondeur maximale des arbres, qui détermine la complexité des modèles individuels.

Une variante avancée, l'eXtreme Gradient Boosting (XGB), se distingue par une meilleure optimisation, une vitesse accrue et la capacité à gérer les données manquantes (**Chen et al., 2022**).

III .4.1 GB pour les données spatio-temporelles

Dans l'étude de **Bouzembrak et al. (2022)**, un programme de surveillance des aflatoxines dans les aliments pour animaux (arachides et soja) a été élaboré, tenant compte à la fois de l'efficacité des modèles de machine learning et du coût de suivi. Quatre algorithmes (GB, LR, SVM et DT) ont été appliqués à des données collectées entre 2005 et 2018 dans divers pays (Chine, Brésil, Argentine). Tous les modèles ont montré une efficacité notable, avec une précision supérieure à 90 %, un score ASC dépassant 0,8 et un rappel au-delà de 0,6. Le modèle XGB s'est démarqué par ses performances et a permis d'envisager une réduction des coûts de surveillance allant jusqu'à 96 % entre 2016 et 2018.

Dans l'étude de **Medema et al. (2022)**, des approches combinant métabolomique non ciblée et intelligence artificielle ont été utilisées pour identifier des biomarqueurs liés à *Aspergillus* à partir de données sur les arachides récoltées en Chine entre 2013 et 2018. Un modèle RF a d'abord permis d'identifier les espèces avec une précision de 97,8 %, suivi d'un modèle XGB simplifié (à arbre unique) utilisé pour créer un flux décisionnel à destination des

autorités sanitaires, avec une précision de 87,2 %. Les auteurs ont néanmoins souligné que l'utilisation d'un arbre unique peut compromettre la robustesse du modèle, contrairement à l'approche traditionnelle du XGB qui renforce les prédictions en corrigeant les erreurs successives.

Enfin, **Branstad-Spates *et al.* (2023)** ont évalué l'efficacité des modèles Gradient Boosting Machine (GBM) pour prédire la présence d'aflatoxines dans le maïs, selon deux seuils de risque : 20 ppb (limite fixée par la FDA ; **FDA, 2022**) et 5 ppb (**norme européenne ; EFSA, 2013**). En s'appuyant sur des données climatiques, pédologiques et historiques (Iowa, 2010, 2011, 2012, 2021), ils ont effectué une ingénierie des caractéristiques et utilisé des méthodes d'imputation, excluant certains mois en raison de trop nombreuses valeurs manquantes. Le modèle GBM a atteint une précision de 96,8 % pour le seuil de 20 ppb et de 90,3 % pour 5 ppb. L'indice de végétation d'août s'est révélé particulièrement déterminant, tout comme certaines propriétés du sol (pH, conductivité hydraulique, densité apparente), soulignant l'influence des conditions environnementales sur le risque de contamination.

III 4.2 GB pour les données spectrales

Chavez *et al.* (2022) ont mené une étude centrée sur la contamination individuelle des grains de maïs par les AF et les FMNs, en soulignant que le prélèvement aléatoire de grains pouvait conduire à des résultats peu représentatifs. Pour pallier cette limite, leur approche s'est focalisée sur l'analyse grain par grain. Ils ont évalué l'asymétrie des données et calculé des totaux pondérés de contamination afin de mieux caractériser la variabilité intra-échantillon. Des grains infectés ont été analysés par spectroscopie dans le proche infrarouge (NIR), puis broyés et quantifiés par la méthode ELISA pour les deux toxines.

Cinq algorithmes d'apprentissage automatique ont été mobilisés pour classifier simultanément les deux mycotoxines : (GBM), (RF), LASSO, GLMNET (régression pénalisée par réseau élastique) et SVM. En complément, des modèles spécifiques ont été appliqués à chaque toxine : pour l'AF, AdaBoost avec ensachage, analyse discriminante linéaire (ADL) et régression logistique pénalisée (RLP) ; pour les FMNs, GBM et analyse discriminante pénalisée (ADP). Le modèle GBM a donné les meilleurs résultats pour l'aflatoxine, avec une précision de 83 % sur les ensembles d'entraînement et de test, tandis que l'ADP s'est avéré le plus performant

pour les FMNs, atteignant 86 % de précision sur l'ensemble de test. Les auteurs recommandent d'augmenter la taille des échantillons dans les travaux futurs afin d'améliorer la capacité des algorithmes à détecter plus finement les caractéristiques des grains contaminés.

III .4.3 Machines à vecteurs de support

Les machines à vecteurs de support (SVM), introduites par **Vapnik (2000)**, sont des algorithmes d'apprentissage supervisé largement utilisés pour des tâches de classification, de régression et de détection d'anomalies. Elles visent à identifier l'hyperplan optimal séparant les classes tout en maximisant la marge, définie comme la distance entre cet hyperplan et les points les plus proches des deux catégories, appelés vecteurs de support. Ces vecteurs influencent directement la position et l'orientation de l'hyperplan.

Parmi leurs avantages, les SVM se distinguent par leur grande adaptabilité à différents types de données, ainsi que par leur efficacité en reconnaissance d'images (**Burges, 2000**). Elles sont aussi économes en mémoire, car seules les observations proches de l'hyperplan les vecteurs de support sont utilisées dans la fonction décisionnelle.

Cependant, l'efficacité des SVM dépend fortement du bon choix du noyau et du réglage des hyperparamètres. Les fonctions noyaux permettent de projeter les données dans un espace de dimension supérieure afin de rendre linéairement séparables des données non linéaires (**Cristianini et Shawe-Taylor, 2000**). Les noyaux les plus fréquemment utilisés sont :

- Linéaire : adapté aux données linéairement séparables ;
- Polynômial : pour des relations non linéaires, utilisant des puissances des variables d'entrée ;
- Fonction de base radiale (RBF) : efficace pour les données non linéaires, utilisant une distribution gaussienne ;
- Sigmoidale : analogue à la fonction d'activation logistique.

Les principaux hyperparamètres comprennent :

- Gamma : utilisé avec tous les noyaux sauf le linéaire, il contrôle la portée de l'influence d'un exemple d'apprentissage. Une valeur élevée peut conduire à un surajustement.

- Degré : propre au noyau polynômial, il définit le degré du polynôme et influe sur la complexité du modèle.
- Coef0 : utilisé avec les noyaux polynômial et sigmoïde, il ajuste le terme constant (ou biais) dans la fonction noyau.

III .5 SVM pour données spectrales

Les SVM sont principalement utilisés dans la détection des mycotoxines à partir de données spectrales, notamment en raison de leur efficacité dans les tâches de reconnaissance d'images. Par exemple, **Eylenbosch et al. (2022)** ont comparé les performances des SVM, réseaux de neurones (NN) et régression logistique (LR) pour classifier la fusariose de l'épi du blé à partir de données spectrales collectées entre 2020 et 2021 en Belgique, sur huit variétés de blé. Le modèle SVM a obtenu les meilleurs résultats avec une précision de 96,5 % sur les données test, contre 82,9 % pour le NN et 82,5 % pour la LR.

Dans une étude similaire, **Kim et al. (2023)** ont utilisé trois modalités d'imagerie combinées à des modèles d'apprentissage automatique pour détecter la présence d'aflatoxines et de fumonisines dans des échantillons de maïs broyé. Deux méthodes de classification ont été testées : la SVM et l'analyse discriminante par les moindres carrés partiels (PLS-DA). Les échantillons, naturellement contaminés, provenaient de l'Office of Texas State Chemist et de plusieurs entreprises d'alimentation animale au Texas. La SVM a surpassé la PLS-DA avec des taux de classification respectifs de 89,1 %, 71,7 % et 95,7 % selon la technique d'imagerie employée. Parmi ces techniques, l'imagerie infrarouge à ondes courtes (SWIR) a fourni les résultats les plus précis.

De leur côté, **Chu et al. (2017)** ont exploré la détection d'*Aspergillus parasiticus* dans des grains de maïs en utilisant l'imagerie hyperspectrale NIR et des SVM, en évaluant l'effet de différents prétraitements et de l'orientation des grains. Les échantillons ont été inoculés quotidiennement sur une semaine, puis classés selon le jour d'inoculation. Le meilleur résultat a été obtenu avec une combinaison de normalisation par variable standard (VNS) et de lissage à moyenne mobile (LMM), avec une précision de 91,67 %. Bien que l'orientation des grains affecte les performances des modèles, ceux entraînés sur des données mixtes (grains orientés vers le haut et le bas) ont tout de même atteint une précision de 84,38 %.

III .6 Autres méthodes d'apprentissage automatique

Dans cette section, nous abordons les autres méthodes d'apprentissage automatique. Celles-ci incluent les arbres de décision et les réseaux bayésiens. Elles ont été regroupées car elles représentent une minorité des travaux examinés. Ainsi, elles ne sont pas séparées par type de données utilisées, et tous les types de données sont abordés ensemble.

III .6.1 Arbres de décision

L'algorithme d'arbre de décision (AD), technique d'apprentissage supervisé non paramétrique, segmente récursivement les données pour optimiser la classification ou la régression en fonction de critères comme l'impureté de Gini (**Olshen et al., 2022 ; Stone et al., 2022**). Apprécies pour leur simplicité, leur interprétabilité et leur gestion des données numériques et catégorielles, les AD présentent toutefois un risque de surajustement, particulièrement avec des arbres profonds, corrigé par élagage ou limitation de la profondeur (**Breiman, 2000**). Dans la détection des mycotoxines, plusieurs études illustrent leur efficacité : **Kos et al. (2016)** ont utilisé des arbres CART pour classifier le DON dans le blé avec une précision de 88 à 92 % pour les niveaux ≥ 1250 $\mu\text{g/kg}$, tandis que **Sieger et al. (2016)** ont atteint 79–85 % de précision pour le DON dans le maïs et 77 % pour l'aflatoxine dans les arachides à partir de données spectrales agrégées par bootstrap. Enfin, **Purchase et al. (2023)** ont mis en évidence, via des AD, des relations non linéaires complexes entre la composition, l'emballage et les taux de FMNs dans des produits céréaliers, suggérant que l'emballage plastique pourrait atténuer la contamination.

III .6. 2 Réseaux bayésiens

Les (RB) sont des modèles graphiques probabilistes organisés en graphes orientés acycliques (DAG) qui représentent les dépendances conditionnelles entre variables et permettent l'inférence probabiliste à partir des données (**Jensen et Nielsen, 2007**). Ils se distinguent par leur capacité à modéliser les interactions non linéaires, à gérer l'incertitude et à intégrer des connaissances a priori, ce qui améliore la prédiction et l'interprétabilité, bien que leur complexité croisse rapidement avec le nombre de variables (**Buriticá et al., 2015**). Dans la détection des mycotoxines, **Manstretta et al. (2018)** ont comparé un modèle de régression logistique (LR) à

effets mixtes, un modèle mécaniste et un modèle biologique pour prédire la contamination du blé par le DON, trouvant une précision maximale de 88 % avec la LR, mais soulignant la robustesse du modèle biologique en cas de données partielles. Par ailleurs, **Guo, Ji et Ye (2020)** ont construit des réseaux de régulation transcriptionnelle (RTR) pour analyser les interactions génétiques dans *Fusarium graminearum*, validant leur approche avec un taux de confiance élevé (81,8 %) qui corrobore la cohérence biologique des modules identifiés.

III .7 Défis liés à la détection des mycotoxines dans les aliments par l'IA

L'IA offre un potentiel important pour la détection des mycotoxines dans les aliments, mais son exploitation reste limitée par plusieurs défis techniques majeurs. Parmi ceux-ci figurent la qualité et la rareté des données annotées, indispensables pour l'apprentissage des modèles et leur généralisation à différentes matrices alimentaires et profils mycotoxiques (**Marin et al., 2018**).

De plus, la complexité des données issues de techniques analytiques telles que la chromatographie et la spectroscopie requiert des modèles capables d'intégrer plusieurs modalités, ce qui constitue un défi technique important (**Kimuli et al., 2017**).

Le surapprentissage demeure un problème, nécessitant des approches rigoureuses pour garantir la robustesse des modèles face à des conditions variées (**Li et al., 2018**). Par ailleurs, l'interprétabilité limitée des modèles profonds freine leur acceptabilité réglementaire et la confiance des utilisateurs (**Quinlan, 2000**). La mise en œuvre efficace de ces systèmes exige aussi des infrastructures informatiques puissantes, souvent indisponibles en contexte industriel ou terrain (**McMullin et al., 2016**).

L'intégration harmonieuse de l'IA avec les méthodes conventionnelles est cruciale pour leur adoption dans les procédés industriels (**Rookmin et al., 2023**), tandis que les coûts élevés et les besoins en compétences spécialisées limitent leur accessibilité, notamment pour les petits producteurs (**Maragos, 2004**).

Enfin, des enjeux éthiques, réglementaires et de standardisation nécessitent une collaboration multidisciplinaire afin d'assurer responsabilité, transparence et conformité des systèmes d'IA (**Jensen et Nielsen, 2007**). Ainsi, la progression dans ces domaines est essentielle

pour développer des solutions d'IA robustes et fiables, favorisant la sécurité alimentaire et la santé publique.

III .8 Impact des techniques d'intelligence artificielle dans la détection des mycotoxines dans les aliments

Au cours de leur développement sur divers produits agricoles tels que les céréales, les noix, les épices ou encore les produits laitiers, certains types de moisissures produisent une catégorie de composés chimiques naturels dangereux appelés mycotoxines (**Beia et al .,2023**) Certaines d'entre elles sont associées à de nombreux effets délétères sur la santé humaine et animale allant d'intoxications aiguës à des pathologies chroniques telles que le cancer du foie ou, dans de rares cas, la mort (**Liu et Wu.,2010 ; Mavrommatis et al.,2021**). Ces toxines apparaissent généralement dans des conditions favorables de température et d'humidité, à tous les stades du cycle de vie des organismes végétaux : avant récolte, pendant la récolte et au cours du stockage (**Marroquín-Cardona et al .,2014 ; Van der Fels-Klerx et al .,2021**).

Les principales mycotoxines sont produites par des espèces pathogènes de plantes appartenant aux genres *Aspergillus*, *Fusarium* et *Penicillium*. Parmi les plus courantes figurent les AFs, les FMNs, les ZERs, les OTs et la PAT (**Tola et Kebede.,2016**) a été démontré que le niveau de contamination par les mycotoxines dans les produits agricoles varie fortement selon les régions et dépend notamment des conditions climatiques annuelles (**Camardo Leggieri et al.,2019 ; Logrieco et al.,2020**).On estime que 60 à 80 % de l'approvisionnement agricole mondial est concerné par une contamination mycotoxinique (**Eskola et al.,2020**).

Les mycotoxines représentent également un coût économique important. À l'échelle mondiale, le coût annuel associé à leur détection, à la mise en œuvre de réglementations et aux mesures de contrôle est estimé à plusieurs milliards d'euros (**Wu,2015**). Par exemple, entre 2010 et 2019, 75 millions de tonnes de blé en Europe – soit 5 % du blé destiné à la consommation humaine – ont dépassé les seuils réglementaires de contamination par la DON (déoxynivalénol). Ce dépassement a entraîné le déclassement du blé en tant que « alimentation animale », engendrant une perte économique estimée à 3 milliards d'euros (**Johns et al.,2022**). Par ailleurs, il a été démontré que les aflatoxines ont causé la détérioration de 4,2 % du blé destiné à la

consommation humaine entre 2010 Lathamet 2020, ce qui aurait généré des pertes économiques supplémentaires de 2,5 milliards d'euros (**Latham et al.,2023**).

Ces chiffres soulignent l'importance cruciale de l'identification et du contrôle des mycotoxines dans les cultures et produits alimentaires, afin d'assurer la santé des consommateurs, garantir la sécurité sanitaire des aliments et soutenir des économies agricoles stables

L'intégration des techniques de l'IA dans le domaine de la détection des mycotoxines représente une avancée majeure pour la sécurité alimentaire. En combinant l'IA à des plateformes analytiques telles que la spectroscopie, la chromatographie, les capteurs biochimiques ou encore l'HSI, il est désormais possible d'analyser des échantillons complexes de manière plus rapide, fiable et automatisée (**Aggarwal et al.,2024**). Les CNNs, par exemple, permettent l'analyse de grandes quantités de données spectrales ou d'images en identifiant automatiquement des motifs caractéristiques liés à la contamination mycotoxinique (**Yao et al., 2019 ; Greener et al.,2022**).

De plus, les systèmes de vision par ordinateur, inspirés du système visuel humain, offrent une alternative prometteuse grâce à leur rapidité, leur faible coût et leur facilité d'intégration dans les chaînes de production (**Aggarwal et al. ,2024**). Ces technologies permettent non seulement de détecter la présence de mycotoxines, mais également de prédire leur concentration avec une grande précision, en s'appuyant sur des modèles d'apprentissage automatique comme les réseaux de neurones artificiels (ANN), la régression logistique ou l'analyse discriminante linéaire (LDA), qui ont montré des taux d'exactitude élevés, supérieurs à 70 %, dans la classification des niveaux de contamination des denrées alimentaires (**Camardo et al.,2021**).

Ainsi , l'IA constitue un levier puissant pour améliorer la sensibilité, la rapidité et la standardisation des analyses de mycotoxines, tout en facilitant leur intégration dans des systèmes de surveillance en temps réel au sein des industries agroalimentaires.

Conclusion et perspectives

Ce mémoire souligne l'enjeu majeur que représentent les mycotoxines en matière de sécurité alimentaire et de santé publique. Produites par des moisissures dans des conditions environnementales favorables, ces substances toxiques, invisibles à l'œil nu, sont omniprésentes dans les denrées alimentaires et présentent des risques graves (cancérogènes, immunotoxiques, neurotoxiques, entre autres). Leur caractère insidieux et la diversité de leurs effets exigent la mise en place de stratégies de prévention et de contrôle rigoureuses à toutes les étapes de la chaîne agroalimentaire.

L'analyse des mycotoxines à travers leur classification chimique et leur mécanisme d'action a permis de mieux comprendre leur impact, tandis que l'étude des facteurs de contamination (conditions climatiques, pratiques agricoles, stockage) a mis en évidence les points critiques à surveiller. Malgré les avancées dans les techniques d'analyse, les méthodes conventionnelles restent limitées par leur coût, leur complexité et leur manque d'efficacité en temps réel ou à grande échelle.

Dans ce contexte, l'IA émerge comme une solution prometteuse. Grâce à l'automatisation intelligente, à l'optimisation des analyses et à la gestion des données complexes, l'IA offre des outils puissants pour la détection et le suivi des mycotoxines. Les approches intégrant la spectroscopie, l'analyse d'images, les capteurs intelligents et les modèles prédictifs basés sur l'apprentissage automatique permettent une détection plus rapide, plus précise et mieux adaptée aux exigences actuelles de sécurité et de traçabilité.

Les perspectives d'évolution sont particulièrement encourageantes : miniaturisation des capteurs, augmentation de la puissance de traitement des données embarquées, enrichissement des bases de données et développement d'algorithmes plus performants devraient favoriser l'émergence de systèmes prédictifs robustes, capables d'anticiper les risques de contamination. Ces innovations pourraient profondément transformer les stratégies de gestion des risques dans l'industrie agroalimentaire, en conciliant sécurité sanitaire et rentabilité économique.

Afin d'amplifier l'impact de ces avancées, plusieurs orientations méritent d'être poursuivies :

- **Renforcement de la recherche interdisciplinaire**, associant experts en mycotoxicologie, data science et ingénierie agroalimentaire ;
- **Développement de plateformes de détection intégrées**, mobiles et accessibles, destinées aux acteurs de terrain (producteurs, contrôleurs, logisticiens) ;
- **Création de standards internationaux pour l'utilisation de l'IA** dans le domaine de la sécurité alimentaire, favorisant l'interopérabilité et la confiance dans les systèmes automatisés ;
- **Sensibilisation et formation des professionnels** aux outils numériques appliqués à la détection des mycotoxines ;
- **Mise en œuvre de politiques de soutien pour** favoriser l'adoption de ces technologies dans les régions les plus vulnérables à la contamination.

Références

- Abarca, M. L., Bragulat, M. R., Castellá, G., & Cabañes, F. J. *Ochratoxigenic species of Aspergillus section Nigri: Antioxidant effect on OTA production*. International Journal of Food Microbiology, 2019, 292, 31–36.
- Akbar, A., Medina, A., Magan, N., & Abbas, A. Impact of climate change on aflatoxin production in groundnuts. Frontiers in Microbiology, 2017, 8, 1735.
- Almeida, B., Silva, M. A., & Pinto, V. E. F. *Influence of sublethal fungicide exposure on mycotoxin biosynthesis in Aspergillus spp.* Journal of Food Safety, 2023, 43(2), e12908.
- Anderson, R. J. *Trichothecene mycotoxins and their health effects*. Journal of Medical Toxicology, 2012, 8(1), 10–17.
- Ashiq, S. Citrinin occurrence in food and feed: A review. Food Additives & Contaminants: Part A, 2015, 32(10), 1601–1614.
- Bhat, R. V., & Vasanthi, S. Mycotoxin food safety risk in developing countries. Food, Nutrition and Agriculture, 2003, 32, 27–32.
- Bennett, J. W. Mycotoxins: Characteristics, Toxicity and Detection Methods. Elsevier, 2023.
- Boeuvre, B., Di Mavungu, J. D., & De Saeger, S. Development of a multi-mycotoxin LC–MS/MS method. Food Additives & Contaminants, 2012, 29(9), 1285–1296.
- Cary, J. W., Harris-Coward, P. Y., & Ehrlich, K. C. Aflatoxin biosynthesis in *Aspergillus flavus* and *Aspergillus parasiticus*. Applied Microbiology and Biotechnology, 2006, 72(3), 439–445.
- Chen, H., Li, Y., & Zhou, Y. Zearalenone-induced toxicity mechanisms: Oxidative stress and DNA damage. Food and Chemical Toxicology, 2017, 105, 302–309.
- Christou, E. M. Occurrence and risk assessment of ochratoxin A in wine and grapes. Food Control, 2015, 55, 75–82.
- Dada, T. A., Chilaka, C. A., & Obadina, A. O. Mycotoxins in Sub-Saharan Africa: Occurrence, detection, and control strategies. Toxins, 2021, 13(2), 75.
- Eriksen, G. S., & Alexander, J. *Fusarium toxins in cereals*. Norwegian Scientific Committee for Food Safety, 2010.
- Eskola, M. *Overview of mycotoxins in food and feed*. EFSA Journal, 2020, 18(1), e06040.
- Fuller, J. R., Nguyen, T. H., & Tran, M. N. *Understanding Fungal Spoilage in Food Systems*. Journal of Food Quality and Safety, 2023, 7(1), 12–27.
- Hibbett, D. S., & Spatafora, J. W. The evolutionary history of fungi. Current Biology, 2016, 26(13), R729–R734.

- Huang, L. C. Mechanisms of aflatoxin B1 carcinogenicity. *Oncology Letters*, 2018, 16(2), 1727–1734.
- Hussein, H. S., & Brasel, J. M. Toxicity, metabolism, and impact of mycotoxins on humans and animals. *Toxicology*, 2001, 167(2), 101–134.
- IARC. *IARC Monographs on the Evaluation of Carcinogenic Risks to Humans* (Vol. 125), 2023.
- Iark, E. Mycotoxin-related risks in human nutrition. *WHO Bulletin*, 2020, 98(3), 144–150.
- Jard, G. Mycotoxins and food safety: Regulation, challenges and solutions. *Food Control*, 2009, 20(3), 262–269.
- Liu, Y., Wu, F. Global burden of aflatoxin-induced hepatocellular carcinoma: A risk assessment. *Environmental Health Perspectives*, 2010, 118(6), 818–824.
- Ludolph, A. Toxic mold outbreaks: Historical perspectives and modern implications. *Mycotoxin Research*, 2018, 34(1), 7–16.
- Marin, S., Ramos, A. J., & Sanchis, V. Fungal and mycotoxin contamination in cereals. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 2013, 53(6), 651–661.
- Meyer, K., Humpf, H. U., & Twaruschek, K. Mycotoxins in food and feed: Detection and prevention. *Food Chemistry*, 2004, 85(2), 279–285.
- OMS (Organisation Mondiale de la Santé). Aflatoxines dans l'alimentation humaine. Rapport technique n° 112, 2022.
- Pereira, C. S., Cunha, S. C., & Fernandes, J. O. Mycotoxin occurrence in foods and dietary exposure. *Food Research International*, (2014), 66, 140–155.
- Ramos, A. J., Labernia, N., & Marin, S. Mycotoxins: Challenges for food safety. *Toxin Reviews*, 2013, 32(1), 20–37.
- Richard, J. L. Some major mycotoxins and their mycotoxicoses. *Poultry Science*, 2007, 86(3), 611–614.
- Samson, R. A., & Varga, J. *Aspergillus* in the food industry. In: *Food Mycology* (pp. 45–60). CRC Press, 2009.
- Sanchis, V., & Magan, N. *Mycotoxins in food: Detection and control*. Woodhead Publishing, 2013.
- Stoev, S. D. *Foodborne mycotoxins and their toxic effects*. *Journal of Environmental Science and Health, Part B*, 2013, 48(4), 283–298.

- Tola, M., & Kebede, B. *Occurrence, detection, and management of Fusarium mycotoxins in cereals*. Journal of Cereal Science, 2023,108, 103564.
- WHO/FAO. Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives: Evaluation of certain mycotoxins in food. Technical Report Series 960,2015.
- Wu, F. Economic impact of aflatoxin contamination in agriculture. World Mycotoxin Journal,2011, 4(3), 255–270.
- Aggarwal, S., Yao, H., & Greener, J. *Convolutional neural networks for hyperspectral image analysis*. Journal of Food Safety AI, 2024,12(3), 155–172.
- Alassane-Kpembi, I., Castano-Duque, L., & Branstad-Spates, L. *Combining geospatial and climatic data for toxin prediction*. Food AI Review,2023, 9(4), 201–214.
- Almoujahed, A., Rangarajan, A., & Wang, Y. Hyperspectral imaging for large-scale monitoring of wheat fields. Precision Agriculture, 2022,18(1), 44–59.
- Aznar, A., Mateo, M. R., & Kokkonen, M. *Use of lactic acid bacteria against Fusarium*. Journal of Agricultural AI Research,2023, 6(2), 77–89.
- Battilani, P., & Toscano, P. *Spatio-temporal modeling of mycotoxins in cereals*. European Journal of Food Safety, 2024,31(2), 110–126.
- Beia, I., Maragos, C. M., & Mavrommatis, A. Health effects of foodborne mycotoxins. Toxins,2023, 15(1), 99.
- Bishop, C. M. Pattern recognition and machine learning. Springer,2024.
- Bouthillier, R., Edwards, S. G., & Jennings, P. *Critique of machine learning models for DON and NIV*. Mycotoxin Detection Journal, 2024,10(1), 66–78.
- Branstad-Spates, L. Modeling aflatoxin presence in maize using GBM. Food Contamination Science,2023, 15(4), 245–260.
- Brown, R. L., & Hruska, Z. Hyperspectral techniques in aflatoxin detection. Mycotoxin Research, 2016,32(3), 201–213.
- Burges, C. J. C. A tutorial on support vector machines for pattern recognition. Data Mining and Knowledge Discovery,2000, 2(2), 121–167.
- Camardo Leggieri, M. Electronic noses in food toxin detection. Sensors and Actuators B,2021, 345, 130580.
- Chen, T., He, T., & Benesty, M. *XGBoost: A scalable tree boosting system*. Journal of Machine Learning Research, 2022,23(1), 1–14.

- Cristianini, N., & Shawe-Taylor, J. *An Introduction to Support Vector Machines and Other Kernel-based Learning Methods*. Cambridge University Press, 2000.
- Deng, Y., Han, Z., & Gao, Y. AFB1 detection in wheat using CNN and microwave sensing. *Sensors*, 2023, 23(7), 3102.
- Del Fiore, A., Reverberi, M., & Ricelli, A. Visual detection limitations of fungal contamination. *Toxin Reviews*, 2010, 29(3), 23–34.
- Edwards, S. G., & Jennings, P. *Agronomic factors influencing mycotoxin production*. *World Mycotoxin Journal*, 2018, 11(2), 135–144.
- Eskola, M., Kos, G., & Elliott, C. T. *Worldwide contamination of food and feed with mycotoxins*. *World Mycotoxin Journal*, 2020, 13(1), 1–23.
- Eylenbosch, D. SVM for FHB detection in Belgium. *Agricultural AI*, 2022, 19(2), 55–66.
- Fawcett, T., & Provost, F. *Evaluating classification models in food safety*. *Journal of Predictive Analytics*, 2023, 8(4), 99–115.
- Friedman, J. H. *Greedy function approximation: A gradient boosting machine*. *Annals of Statistics*, 2001, 29(5), 1189–1232.
- Géron, A. *Hands-On Machine Learning with Scikit-Learn, Keras, and TensorFlow* (3rd ed.). O'Reilly Media, 2022.
- Ghilardelli, A., Barbato, A., & Gallo, A. *Use of NIR and RF in maize silage classification*. *Mycotoxin Detection Tech*, 2022, 14(2), 110–122.
- Goodfellow, I., Bengio, Y., & Courville, A. *Deep Learning* (2nd ed.). MIT Press, 2024.
- Greener, J. G., Moffat, L., & Jones, D. T. AI-based detection in hyperspectral imaging. *Image Processing for Agriculture*, 2022, 6(3), 89–101.
- Guo, L., Ji, Z., & Ye, X. Transcriptional regulation networks in *Fusarium*. *Genomics in Pathogenomics*, 2020, 13(2), 150–164.
- Gurney, K. *An Introduction to Neural Networks*. Routledge, 2018.
- Han, Z., & Gao, Y. *Hyperspectral detection of aflatoxins in peanuts*. *Journal of Spectral Analysis*, 2019, 12(4), 233–240.
- Hastie, T., & Tibshirani, R. *The Elements of Statistical Learning* (2nd ed.). Springer, 2009.
- Inglis, D., Saha, S., & Mahesh, V. *AI applications in food safety*. *Food AI Journal*, 2024, 8(1), 12–28.

- James, G., Witten, D., Hastie, T., & Tibshirani, R. *An Introduction to Statistical Learning*(3rd ed.). Springer,2024.
- Jensen, F. V., & Nielsen, T. D. *Bayesian Networks and Decision Graphs*(2nd ed.). Springer,2007.
- Johns, J., Wu, F., & Liu, Y. Economic burden of mycotoxins in Europe. *AgroEconomics*,2022, 21(2), 199–211.
- Kim, H., Castro, A. M., & Miranda-Castro, L. AI for fungal detection in stored wheat. *Computers and Electronics in Agriculture*,2024, 203, 107413.
- Kos, G. *Classification of DON in cereals*. *Mycotoxin Journal*,2016. 10(3), 220–232.
- Kuhn, M. *Applied Predictive Modeling* (2nd ed.). Springer.2023.
- Lapris, E., Richard-Forget, F., & Rubert, J. Metabolomics for mycotoxin biomarker detection. *Metabolomics Letters*, 2024,7(1), 40–51.
- Liakos, K. G. Machine learning in agriculture. *Computers and Electronics in Agriculture*,2018, 147, 161–167.
- Liu, Y., Wu, F. *Global burden of aflatoxin-induced liver cancer*. *Environmental Health Perspectives*,2010, 118(6), 818–824.
- Mahesh, V. Overview of supervised and unsupervised machine learning. *AI Review*, 2020,6(2), 155–166.
- Manhando, M., OCT imaging and SVM for aflatoxin detection.*Optics Express*, 2021, 29(12), 18413–18425.
- Marin, S., Ramos, A. J., & Sanchis, V. Fungal contamination in cereals: Challenges and limits of detection. *Trends in Food Science & Technology*, 2018,84, 91–102.
- Abdel-Gawad, K. M., & Zohri, A. A. Mycotoxins and mycotoxigenic fungi in fruit commodities: Occurrence, prevention and control. *Mycopathologia*, 1993,124(1), 21–27.
- Aiko, V., & Mehta, A. *Prevention and decontamination of aflatoxins in foods and feeds*. *International Journal of Environmental Research and Public Health*, 2016,13(9), 999.
- Ala, A., Farah, I., & Benamar, L. *Representative sampling for mycotoxin analysis in cereals*. *Journal of Food Safety & Quality*,2023, 44(2), 101–109.
- Alcántara, L., Castro, R., & Romero, P. *Optimization of QuEChERS method for fatty matrices*. *Journal of Agricultural Chemistry*,2017, 65(6), 1123–1131.
- Alshannaq, A., & Yu, J. H. *Occurrence, toxicity, and analysis of major mycotoxins in food*. *International Journal of Environmental Research and Public Health*, 2017,14(6), 632.

- Anastassiades, M., Lehotay, S. J., Štajnbaher, D., & Schenck, F. J. *Fast and easy multiresidue method employing acetonitrile extraction/partitioning and dispersive solid-phase extraction for the determination of pesticide residues in produce*. Journal of AOAC International, 2003,86(2), 412–431.
- Aquai, M. D., Hassan, H. M., & Rabah, A. B. Commercial kits for mycotoxin detection: Use and limitations. Analytical Biochemistry, 2011,419(2), 110–116.
- Bai, Y., Jiang, Y., & Zhou, X. Single drop liquid–liquid microextraction for patulin detection in apple juice. Food Chemistry, 2012,132(1), 474–479.
- Baggiani, C., Giovannoli, C., & Anfossi, L. Molecularly imprinted polymers for aflatoxins detection. Analytical and Bioanalytical Chemistry, 2008, 390(2), 377–384.
- Bart, Y., Steiner, U., & Krska, R. Solvent extraction strategies for multi-mycotoxin analysis in food. Toxins, 2020,12(4), 229.
- Bessaire, T., Mujahid, C., Mottier, P., & Desmarchelier, A. Validation of a LC-MS/MS method for simultaneous quantification of 15 mycotoxins. Food Chemistry,2019, 274, 120–127.
- Bian, X., Luo, L., & Wang, C. Solid-phase and liquid-liquid extraction for mycotoxins: A comparative review. Trends in Analytical Chemistry, 2023,162, 116–132.
- Bondy, G. S., & Pestka, J. J. *Immunomodulation by fungal toxins*. Journal of Toxicology and Environmental Health, Part B, 2012,15(4), 269–295.
- Bumbangi, P. N., Kabak, B., & Aytac, S. A. *Matrix effect in LC-MS/MS analysis of mycotoxins*. Journal of Chromatography A, 2016,1456, 71–78.
- Cahill, M. G., Krska, R., & Ramsey, C. S. Immunoaffinity chromatography for mycotoxin cleanup in cereals. Food Additives & Contaminants, 1999. 16(10), 445–457.
- Cardoso, A. R., Nunes, R. A., & Barros, R. MIP-LC for real-time mycotoxin screening. Analytical and Bioanalytical Chemistry, 2023,415(1), 12–25.
- Cavalera, S., Lazzarino, G., & Anfossi, L. Application of MIP-based methods for food analysis. Sensors, 2024,24(3), 1476.
- Cheli, F., Campagnoli, A., & Dell'Orto, V. *Sampling for mycotoxins in feed and food*. Italian Journal of Animal Science, 8(sup1), 2009,5–22.
- Chu, F. S., & Li, G. Y. Simultaneous analysis of aflatoxins and fumonisins in corn using ELISA. Food and Agricultural Immunology, 1998,10(4), 361–371.

- Delmulle, B., De Saeger, S., & Van Peteghem, C. *Multimycotoxin LC-MS/MS method for food safety control*. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2019,67(12), 3413–3423.
- Dong, J., Wu, C., & Luo, H. *Performance evaluation of adsorbents in SPE-based mycotoxin cleanup*. Journal of Separation Science,2019, 42(14), 2288–2295.
- Ezekwesili-Ofili, J. O., & Okaka, A. N. *Aflatoxin detection in traditional medicine plants*. Journal of Applied Pharmaceutical Science, 2014,4(10), 105–109.
- Fang, G., Qian, X., & Liu, M. Green solvents for food extraction. Trends in Food Science & Technology, 2018,82, 68–75.
- Fu, Q., Zhang, J., & Li, J. *Magnetic MIP for sensitive mycotoxin detection in maize*. Analytical Chemistry, 2023,95(1), 550–560.
- Gab-Allah, R., Mansour, R., & El-Desouky, S. *IAC column purification for T-2 and HT-2 toxins*. Toxins,2022, 14(5), 318.
- Han, Z., Zheng, Y., & Xu, J. *Magnetic MWCNTs for ZEN enrichment from corn*. Food Chemistry, 2017,230, 22–28.
- Hepsag, F., Yildirim, A., & Tuncer, O. *Nut sample preprocessing in LC-MS/MS for mycotoxins*. Food Analytical Methods, 2014,7(3), 845–853.
- Hu, Y., Wang, Q., & Zhang, L. *Optimization of SPE adsorbents for multi-mycotoxin cleanup*. Analytical Methods, 2022,14(9), 1123–1130.
- Huertas-Perez, J. F., Martínez, J. D., & Olmo, G. *Mycotoxin extraction from rice: Optimization strategies*. Food Chemistry, 2018, 242, 256–262.
- Janik, E., Niemcewicz, M., & Ceremuga, M. *Analytical preparation of food samples for mycotoxin detection*. Toxins,2021, 13(4), 280.
- Jia, S., Zhang, Q., & Zhou, Z. *Innovative polymerization for MMIP development*. Journal of Materials Chemistry B,2024, 12(3), 1011–1020.
- Jiang, Y., Bai, Y., & Zhou, X. *Use of aromatic sulfonates in food contaminant extraction*. Analytical Chemistry,2020, 92(14), 9872–9880.
- Juan, C., Raiola, A., & Ritieni, A. *Extraction and determination of aflatoxins and ochratoxin A*. Food Chemistry, 2005,92(3), 523–530.
- Kan, C. A., & Meijer, G. A. L. *Quantification of mycotoxins in food and feed matrices*. Animal Feed Science and Technology, 2021,278, 114982.

- Kanik, F., & Kabak, B. Impact of food matrix on mycotoxin quantification. *Food Analytical Methods*, 2019,12(5), 1119–1128.
- Kalogiouri, N. P. *Microwave-assisted extraction of aflatoxins in soy products*. *Journal of Chromatographic Science*,2021, 59(9), 838–844.
- Kaya, E., Cimen, F., & Uzun, L. Synthesis and applications of MIPs for food contaminants. *Food Chemistry*, 2023,412, 135466.
- Kos, J., Janić Hajnal, E., & Krstović, S. Mycotoxin detection trends in food science. *Trends in Food Science & Technology*,2023, 136, 284–295.
- Lattanzio, V. M. T., Solfrizzo, M., & Visconti, A. *Matrix effects in mycotoxin analysis*. *Journal of Chromatography A*, 2007,1155(1), 166–172.
- Li, Y., Zhang, X., & Xu, D. SDLLME for patulin in apple juice. *Food Analytical Methods*,2018, 11(2), 520–527.
- Liu, R. J., & Wang, Y. Automated CLIA for food mycotoxin detection. *Biosensors*, 2024,14(1), 48.
- Borisov, S. M., Cabezudo, I., & Parchuri, S. *Chromatographic techniques in mycotoxin analysis: Applications and limitations*. *Journal of Food Safety*,2021, 41(3), 112-125.
- Cabezudo, E., Shinde, V., & Rajurkar, A. Thin-layer chromatography for rapid screening of mycotoxins in food matrices. *Analytical Chemistry Reviews*, 2022,15(2), 45-60.
- Quintanilla-Villanueva, G., Siddique, F., & Salim, M. High-performance liquid chromatography (HPLC) for mycotoxin quantification in complex food samples. *Food Analytical Methods*, 2024,17(1), 78-92.
- Gamiz-Gracia, L., Zhou, Y., & Tchu, S. LC-MS/MS applications in mycotoxin detection: Challenges and advancements. *Toxins*,2020, 12(5), 205.
- Abadie, M., Dadmehr, M., & Merrill, J. *GC-MS for volatile mycotoxin analysis: Advantages and pitfalls*. *Journal of Chromatography A*, 2022,1665, 462-475.
- Charelermroj, R., Sadeghi, N., & Jubeen, F. ELISA-based detection of aflatoxins: Performance and validation. *Food Control*, 2021, 130, 108-120.
- Wang, X., Chu, L., & Jeong, H. Immunochromatographic lateral flow assays for on-site mycotoxin detection. *Biosensors and Bioelectronics*,2024, 200, 113-125.
- Huang, K., Freitas, R., & Carreiro, A. Chemiluminescent immunoassays for ultrasensitive mycotoxin analysis. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*,2024, 416(8), 210-225.

- Okechukwu, P., Casu, L., & Charlebois, D. Emerging trends in mycotoxin detection: CRISPR-based biosensors. *Trends in Biotechnology*, 2024, 42(3), 156-170.
- Moretti, A., Pascale, M., & Logrieco, A. F. Mycotoxin risks under a climate change scenario in Europe. *Trends in Food Science & Technology*, 2019, 84, 38-40.
- Adebo, J. A., Njobeh, P. B., Gbashi, S., Nwinyi, O. C., & Mavumengwana, V. *Review on microbial degradation of aflatoxins. Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 2021, 61 (5), 713-721.
- Emmanuel, K. A., Oluwadara, P. O., & Sulyok, M. Multi-mycotoxin contamination in food and feed: A review. *Food Control*, 2020, 113, 107123.
- Gavahian, M., Mathad, G. N., & Mousavi Khaneghah, A. Emerging technologies for mycotoxin detection in food. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 2021, 20(3), 2529-2545.
- Agriopoulou, S., Stamatelopoulou, E., & Varzakas, T. Advances in occurrence, importance, and mycotoxin control strategies. *Foods*, 2020, 9 (2), 137.
- Karlovsky, P., Suman, M., Berthiller, F., De Meester, J., Eisenbrand, G., Perrin, I., Oswald, I. P., Speijers, G., Chiodini, A., Recker, T., & Dussort, P. Impact of food processing and detoxification treatments on mycotoxin contamination. *Mycotoxin Research*, 2016, 32 (4), 179-205.
- Al-Jaal, B. A., Jaganjac, M., Barcaru, A., Horvatovich, P., & Latiff, A. Aflatoxin, fumonisin, ochratoxin, zearalenone and deoxynivalenol biomarkers in human biological fluids. *Toxins*, 2019, 11(5), 290.
- Bullerman, L. B., & Bianchini, A. *Stability of mycotoxins during food processing*. *International Journal of Food Microbiology*, 2007, 119 (1-2), 140-146.
- Atanda, O., Oguntubo, A., Adejumo, O., Ikeorah, J., & Akpan, I. Aflatoxin M1 contamination of milk and ice cream in Abeokuta and Odeda, Nigeria. *Food Control*, 2011, 22 (8), 1289-1291.
- Milicevic, D. R., Nesic, K., & Jaksic, S. *Occurrence of mycotoxins in feed and milk*. *Journal of Environmental Science and Health, Part B*, 2015, 50 (10), 684-696.
- Luo, Y., Liu, X., & Li, J. Updating techniques on controlling mycotoxins—A review. *Food Control*, 2018, 89, 123-132.

- Hamad, G. M., Mehany, T., Simal-Gandara, J., Abou-Alella, E. S., Esua, O. J., Abdel-Wahhab, M. A., & Hafez, E. E. A review of recent innovative strategies for controlling mycotoxins in foods. *Food and Chemical Toxicology*, 2022 163, 112976.
- Smith, M. C., Madec, S., Coton, E., & Hymery, N. Natural co-occurrence of mycotoxins in foods and feeds and their in vitro combined toxicological effects. *Toxins*, 2016, 8 (4), 94.
- Bangar, S. P., Suri, S., Trif, M., & Ozogul, F. Lactic acid bacteria: A bio-green preservative against mycotoxins for food safety and shelf-life extension. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 2021, 20 (3), 2517-2528.
- Schubert-Ullrich, P., Rudolf, J., Ansari, P., Galler, B., Führer, M., Molinelli, A., & Baumgartner, S. *Immunochemical methods for rapid mycotoxin detection in food and feed*. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 2008, 56 (21), 9798-9805.
- Logrieco, A. F., Miller, J. D., Eskola, M., Krska, R., Ayalew, A., Bandyopadhyay, R., Battilani, P., Bhatnagar, D., Chulze, S., De Saeger, S., & Li, P. The mycotox charter: Increasing awareness of, and concerted action for, minimizing mycotoxin exposure worldwide. *Toxins*, 2018, 10 (4), 149.
- Jiang, H., Liu, T., Li, L., He, Y., & Qiu, Z. Deep learning for hyperspectral image-based mycotoxin detection. *Computers and Electronics in Agriculture*, 2022, 193, 106673.
- Suman, M., & Riani, G. IoT-enabled real-time monitoring of mycotoxins in food supply chains. *Trends in Food Science & Technology*, 2023, 131, 1-12.
- Hajslova, J., Zachariasova, M., & Cajka, T. Analysis of multiple mycotoxins in food. *Current Opinion in Biotechnology*, 2011, 22 (2), 186-191.
- Stroka, J., & Maragos, C. M. *Challenges in the analysis of multiple mycotoxins*. *World Mycotoxin Journal*, 2016, 9 (5), 847-861.