

commission du codex alimentarius

F

ORGANISATION DES NATIONS
UNIES POUR L'ALIMENTATION
ET L'AGRICULTURE

ORGANISATION
MONDIALE
DE LA SANTÉ



BUREAU CONJOINT: Viale delle Terme di Caracalla 00100 ROME Tél: +39 06 57051 www.codexalimentarius.net Email: codex@fao.org Facsimile: 39 06 5705 4593

ALINORM 03/24A

PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES

COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS

Vingt-sixième session
Rome (Italie) 30 juin - 5 juillet 2003

**RAPPORT DE LA TRENTE-CINQUIÈME SESSION DU
COMITÉ DU CODEX SUR LES RÉSIDUS DE PESTICIDES**
Rotterdam (Pays-Bas), 31 mars - 5 avril 2003

Note : La lettre circulaire CL 2003/15-PR est incluse dans le présent rapport.

commission du codex alimentarius



ORGANISATION DES NATIONS
UNIES POUR L'ALIMENTATION
ET L'AGRICULTURE

ORGANISATION
MONDIALE
DE LA SANTÉ



BUREAU CONJOINT: Viale delle Terme di Caracalla 00100 ROME Tél: +39 06 57051 www.codexalimentarius.net Email: codex@fao.org Facsimile: 39 06 5705 4593

CX 4/40.2

CL 2003/15-PR

Avril 2003

AUX: - Services centraux de liaison avec le Codex
- Organisations internationales intéressées

DU: Secrétaire,
Commission du Codex Alimentarius
Programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires
Viale delle Terme di Caracalla,
00100 Rome (Italie)

**OBJET: DISTRIBUTION DU RAPPORT DE LA TRENTE-CINQUIEME SESSION DU COMITE DU CODEX SUR
LES RESIDUS DE PESTICIDES (ALINORM 03/24A)**

Le rapport de la trente-cinquième session du Comité du Codex sur les résidus de pesticides sera examiné par la Commission du Codex Alimentarius à sa vingt-sixième session (Rome, 30 juin – 5 juillet 2003).

PARTIE A: QUESTIONS SOUMISES A LA COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS POUR ADOPTION A SA VINGT-SIXIEME SESSION

Les questions ci-après seront portées à l'attention de la Commission du Codex Alimentarius, à sa vingt-sixième session, pour adoption:

- 1. PROJET DE REVISION DES DIRECTIVES SUR LES BONNES PRATIQUES DE LABORATOIRE EN MATIERE D'ANALYSE DES RESIDUS A L'ETAPE 8 (ALINORM 03/24A, ANNEXE II);**
- 2. PROJETS ET PROJETS REVISES DE LIMITES MAXIMALES DE RESIDUS POUR LES PESTICIDES A L'ETAPE 8 (ALINORM 03/24A, ANNEXE III);**
- 3. AVANT-PROJET DE LIMITES MAXIMALES DE RESIDUS POUR LES PESTICIDES A L'ETAPE 5/8 (ALINORM 03/24A, ANNEXE IV);**

Les gouvernements souhaitant formuler des observations concernant le projet de révision des directives sur les bonnes pratiques de laboratoire en matière d'analyse des résidus à l'étape 8 ou sur les projets et avant-projets de LMR aux étapes 8 et 5/8, doivent s'adresser, conformément au Guide concernant l'examen des normes de la procédure d'élaboration des normes Codex y compris l'examen des déclarations éventuelles sur les incidences économiques (*Manuel de procédure de la Commission du Codex Alimentarius*, douzième édition) au Secrétaire, Commission du Codex Alimentarius, FAO, Viale delle Terme di Caracalla, 00100 Rome (Italie) (télécopie, +39 06 57054593; courrier électronique, codex@fao.org), **avant le 25 mai 2003**.

4. LIMITES MAXIMALES CODEX DE RESIDUS POUR LES PESTICIDES DONT LA REVOCACTION EST RECOMMANDEE (ALINORM 03/24A, ANNEXE VI)

Les gouvernements souhaitant formuler des observations concernant les LMR dont la révocation a été proposée (à l'exclusion de celles qui ont été remplacées par des LMR révisées) doivent les adresser par écrit au Secrétaire, Commission du Codex Alimentarius, FAO, Viale delle Terme di Caracalla, 00100 Rome (Italie) (télécopie, +39 06 57054593; courrier électronique, codex@fao.org), **avant le 25 mai 2003**.

PARTIE B: QUESTIONS SOUMISES A LA COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS POUR ADOPTION PROVISOIRE A SA VINGT-SIXIEME SESSION

1. AVANT-PROJETS ET AVANT-PROJETS REVISES DE LIMITES MAXIMALES DE RESIDUS A L'ETAPE 5 (ALINORM 03/24A, ANNEXE V)

Les gouvernements souhaitant formuler des observations y compris les incidences que les avant-projets de limites maximales de résidus pourraient avoir sur leurs intérêts économiques doivent s'adresser, conformément à la procédure unique d'élaboration des normes Codex et textes apparentés (à l'étape 5) (*Manuel de procédure de la Commission du Codex Alimentarius*, douzième édition) au Secrétaire, Commission du Codex Alimentarius, FAO, Viale delle Terme di Caracalla, 00100 Rome (Italie) (télécopie, +39 06 57054593; courrier électronique, codex@fao.org), **avant le 25 mai 2003**.

PARTIE C: DEMANDE D'OBSERVATIONS:

1. PROJETS ET AVANT-PROJETS DE LMR AUX ÉTAPES 6 ET 3¹

Les gouvernements et les organisations internationales intéressées sont invités à formuler des observations aux étapes 6 et 3 sur les projets et les avant-projets de LMR tels qu'ils figurent à l'Annexe II du présent rapport. Les observations doivent être adressées par écrit conformément à la procédure unique d'élaboration des normes Codex et textes apparentés aux étapes 3 et 6, y compris les incidences éventuelles des avant-projets de LMR sur leurs intérêts économiques (*Manuel de procédure de la Commission du Codex Alimentarius*, douzième édition, pp. 21-22), de préférence par courrier électronique, à Dr Hans JEURING, Inspectorat pour la protection de la santé et la santé publique vétérinaire, Ministère de la santé, de la protection sociale et des sports, B.P.16108, 2500 BC Den Haag, télécopie:+31 70 340 5435, courrier électronique: hans.jeuring@kvw.nl), avec une copie au Secrétaire, Commission du Codex Alimentarius, FAO, Viale delle Terme di Caracalla, 00100 Rome (Italie) (télécopie: +39 06 57054593; courrier électronique: codex@fao.org), **avant le 15 février 2004**.

2. DEMANDE DE PROPOSITIONS CONCERNANT LES AJOUTS À LA LISTE PRIORITAIRE DE SUBSTANCES PRÉVUES POUR ÉVALUATION OU RÉÉVALUATION PAR LA JMPR

Les pays sont invités à proposer des pesticides pour inscription à la liste prioritaire de pesticides du Codex à évaluer par la Réunion conjointe FAO/OMS sur les résidus de pesticides (JMPR).

Les pays envisageant de soumettre des propositions pour examen par le Comité du Codex sur les résidus de pesticides à la prochaine session sont invités à consulter les annexes I et II de la lettre circulaire CL 2002/1-PR, et à renvoyer l'Annexe II² après l'avoir complétée à: Dr Trevor DOUST, Manager – Chemistry and Residues Evaluation, National Registration Authority for Agricultural and Veterinary Chemicals, PO Box E 240, KINGSTON, ACT 2604, Fax: +61 2 6272 3551, Email: tdoust@nra.gov.au avec une copie au Secrétaire, Commission du Codex Alimentarius, FAO, Viale delle Terme di Caracalla, 00100 Rome (Italie) (télécopie: +39 06 57054593; courrier électronique: codex@fao.org), **avant le 1er décembre 2003**.

3. DEMANDES D'OBSERVATIONS SUR LES CRITERES DE PRIORITE POUR LES SUBSTANCES CHIMIQUES SOUMISES A LA JMPR POUR EVALUATION

Les gouvernements des États membres et organisations internationales intéressées sont invités à formuler des observations sur les critères de priorité pour les substances chimiques soumises à la JMPR pour évaluation (voir par. 169 - 175 et Annexe IX). Ces observations doivent être envoyées à M. JEURING, Inspectorat pour la protection de la santé et la santé publique vétérinaire, Ministère de la santé, de la protection sociale et des sports, B.P.16108, 2500 BC Den Haag, télécopie:+31 70 340 5435, courrier électronique:

¹ En ce qui concerne les avant-projets de LMR qui seront soumis à la JMPR 2003 (16 - 24 septembre 2003) une lettre circulaire distincte sera publiée.

² Pour compléter l'Annexe II, il suffit d'une brève description. Il est possible de retaper à la machine le formulaire s'il est besoin de plus d'espace dans la mesure où la présentation générale est respectée.

En consultant l'annexe I, prière de noter que les combinaisons pesticide/produit qui sont déjà incluses dans le Système du Codex ou qui sont en cours d'examen figurent dans un document de travail qui est préparé pour chaque session du Comité du Codex sur les résidus de pesticides et qui sert de base à ses discussions; le plus récent est le document CX/PR 03/5. Prière de consulter ce document pour vérifier si un pesticide donné a déjà été examiné.

hans.jeurling@kvw.nl), avec une copie au Secrétaire, Commission du Codex Alimentarius, FAO, Viale delle Terme di Caracalla, 00100 Rome (Italie) (télécopie: +39 06 57054593; courrier électronique: codex@fao.org), **avant le 15 février 2004.**

PARTIE D: DEMANDES DE RENSEIGNEMENTS ET DE DONNEES EN VUE DE LA REUNION CONJOINTE FAO/OMS SUR LES RESIDUS DE PESTICIDES

DONNÉES SUR LES RÉSIDUS ET LA TOXICITÉ DEMANDÉES PAR LA JMPR POUR LES PESTICIDES DEVANT FAIRE L'OBJET D'UNE ÉVALUATION OU D'UNE RÉÉVALUATION PÉRIODIQUE

Les gouvernements et organisations internationales intéressées sont priés de recenser les données relatives aux pesticides inscrits à l'ordre du jour de la JMPR. Tous les renseignements ainsi recueillis concernant les méthodes d'utilisation ou les bonnes pratiques agricoles, les données sur les résidus, les LMR nationales, etc. doivent être adressés à Mme Amelia Tejada, Service de la protection des plantes, AGP, FAO, Viale delle Terme di Caracalla, 00100 Rome (Italie), bien avant le **30 novembre** de l'année précédant la réunion de la JMPR à l'occasion de laquelle le pesticide en question doit être évalué, les données concernant les résidus devant être communiquées bien avant la **fin du mois de février** de l'année au cours de laquelle se réunit la JMPR. Les données toxicologiques doivent être adressées à M. J.L. Herrman, Programme international sur la sécurité des substances chimiques, OMS, CH-1211 Genève 27 (Suisse), au moins un an avant la réunion de la JMPR (**voir ALINORM 03/24A, annexe VIII**).

Les pays dont le nom figure sous les substances énumérées dans ALINORM 03/24A à propos de questions relatives au Groupe FAO de la JMPR (BPA, évaluation des résidus, etc.) sur des pesticides/produits spécifiques ou à propos de questions de toxicité sont invités à envoyer des informations sur la disponibilité des données et/ou des données de toxicité (se reporter au paragraphe ci-dessus pour connaître les délais fixés.).

RESUME ET CONCLUSIONS

À sa trente-cinquième session, le Comité du Codex sur les résidus de pesticides est parvenu aux conclusions suivantes:

QUESTIONS SOUMISES À LA COMMISSION POUR APPROBATION À SA VINGT-SIXIÈME SESSION

Le Comité a recommandé à la Commission:

- l'adoption du projet de révision des Directives sur les bonnes pratiques de laboratoire en matière d'analyse des résidus à l'étape 8 (Annexe II);
- l'adoption des projets et projets révisés de LMR à l'étape 8 et des avant-projets de LMR à l'étape 5/8 (Annexe III et Annexe IV);
- la révocation de certaines LMR Codex en vigueur (Annexe VI);
- l'adoption des avant-projets et avant-projets révisés de LMR pour certains produits à l'étape 5 (Annexe V).

Le Comité est convenu de demander à la Commission d'approuver les nouvelles activités suivantes:

- liste prioritaire pour l'établissement de LMR pour certains pesticides (Annexe VIII);
- avant-projet de directives sur l'utilisation de la spectrométrie de masse pour l'identification, la confirmation et la détermination quantitative des résidus (par. 152);
- examen à intervalle régulier des textes en vigueur concernant les méthodes d'analyse et d'échantillonnage figurant au Volume 2A (par. 153);
- avant-projet de directives pour l'estimation du degré d'incertitude des résultats (par. 156);
- projet de révision des critères de priorités pour les substances chimiques soumises à la JMPR pour évaluation (par. 169 – 175).

POUR AVIS DE LA COMMISSION

LMR provisoires

- Étant donné la lenteur du processus d'élaboration des LMR pour les nouveaux pesticides, qui sont souvent plus sûrs, une procédure a été proposée afin d'utiliser les LMR nationales en tant que LMR Codex provisoires. Ladite procédure demande au Comité de notifier à la Commission la LMR provisoire proposée (Étape 8 (I)), mais ne nécessite pas l'adoption de ces LMR. La Commission ne peut que rejeter la LMR proposée. Le Comité demande donc l'avis de la Commission sur la procédure proposée pour l'élaboration de LMR provisoires (par. 176-186);

Allègement d'une tâche accessoire du programme de travail de la JMPR

- Afin d'alléger une tâche accessoire du programme de travail de la JMPR, il a été proposé que la JMPR limite l'examen du destin d'un produit dans l'environnement aux domaines spécifiquement liés à l'estimation de l'exposition d'origine alimentaire et à l'estimation de la LMR. Le Comité est donc convenu de proposer que la JMPR continue à étudier le destin d'un produit dans l'environnement et se concentre sur les aspects les plus pertinents pour l'établissement des LMR (par. 210-213).

POUR INFORMATION DE LA COMMISSION

Le Comité:

- a fait siennes en général les opinions et recommandations formulées dans le cadre du rapport sur les considérations générales de la JMPR 2002 (par. 6 - 19);
- est convenu de préparer un document envisageant l'adoption de la méthode probabiliste aux fins du Codex (par. 31) et a invité les pays à soumettre des données afin de combler les lacunes concernant certains produits et aliments transformés (par. 33);
- est convenu d'élaborer un document sur les politiques en matière d'analyse des risques utilisées pour établir les limites maximales de résidus du Codex (par. 141 - 144);

- a noté que certaines substances chimiques comme l'hexaconazole (170) (voir par. 118) et le penconazole (182) (voir par. 120-123) étaient appuyées par les fabricants au niveau national, mais ne l'étaient pas dans le système du Codex;
- est convenu d'inviter les États membres à proposer de nouvelles méthodes d'analyse, en particulier pour les pesticides qui ne sont pas couverts par les méthodes existantes (par. 158);
- a précisé les exigences en matière d'échantillonnage pour de nouveaux fruits et légumes tropicaux (par, 159 – 161);
- a confirmé sa décision d'élaborer des LMR pour les épices sur la base de données de suivi et décidé de réviser la liste des épices en les classant en fonction de leur provenance; est aussi convenu que pour les pesticides organochlorés persistant, il fallait établir des LMRE et non des LMR (par. 187 – 200);
- est convenu d'entreprendre une révision limitée de la Classification Codex des produits destinés à l'alimentation humaine et animale et de décider de la base de données électroniques la mieux adaptée à cet effet à la prochaine session du Comité (par. 201 – 205).

QUESTIONS INTERESSANT D'AUTRES COMITES

Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage CCMAS):

Suite à une demande du CCMAS, le Comité est convenu de proposer au CCMAS d'envisager de modifier le libellé des Critères généraux de sélection des méthodes d'analyse validées par un laboratoire unique (par. 147 – 148).

TABLE DES MATIÈRES

Paragraphes

INTRODUCTION	1
OUVERTURE DE LA SESSION	2
ADOPTION DE L'ORDRE DU JOUR.....	3
NOMINATION DES RAPPORTEURS	4
QUESTIONS SOUMISES AU COMITE PAR LA COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS ET/OU D'AUTRES COMITES DU CODEX	5
RAPPORT SUR LES CONSIDERATIONS GENERALES DES REUNIONS CONJOINTES FAO/OMS DE 2001 ET 2002 SUR LES RESIDUS DE PESTICIDES	6 - 19
EXPOSITION D'ORIGINE ALIMENTAIRE ET FIXATION DE LMR: DOCUMENT DE TRAVAIL SUR LES PROPOSITIONS CONCERNANT LES METHODOLOGIES PROPRES A AMELIORER LES ESTIMATIONS PONCTUELLES.....	20 - 31
RAPPORT INTERIMAIRE GEMS/FOOD SUR LES APPORTS ALIMENTAIRES	32 - 35
AVANT-PROJETS ET PROJETS DE LIMITES MAXIMALES DE RÉSIDUS POUR LES PESTICIDES DANS LES ALIMENTS DESTINÉS À L'ALIMENTATION HUMAINE ET ANIMALE AUX ÉTAPES 7 ET 4	36 - 140
Remarques générales.....	37 - 37
Captane (007)	38 - 42
Carbaryl (008)	43 - 49
Chlorméquat (015)	50
Chlorpyrifos (017).....	51
2,4 D (020)	52
Diazinon (022).....	53
Dicofol (026)	54
Diméthoate (027).....	55
Diphénylamine (30)	55
Endosulfan (032)	58
Ethion (034)	59
Fenitrothion (037)	60
Folpet (041)	61
Malathion (049)	62
Mevinphos (053)	63
Monocrotophos (054).....	64
Ométhoate (055).....	65 - 66
2-Phénylphénol (056)	67
Parathion-méthyl (059).....	68 - 69
Phosalone (060).....	70
Phosphamidon (061)	71
Butoxide de pipéronyle (062).....	72
Pyréthrines (063)	73
Thiabendazole (065)	74 - 75
Carbendazime (072)	76 - 77
Disulfoton (074)	79
Dichlofluanide (082)	80
Fénamiphos (085)	81 - 82
Dinocap (087)	83
Chlorpyrifos-méthyle (090)	84 - 85
Méthomyl (094)	86 - 91
Carbofuran (096)	92 - 94
Méthamidophos (100)	95
Phosmet (103)	96 - 97
Ethéphon (106).....	98

Propargite (113).....	99 - 101
Aldicarbe (117).....	102 - 103
Oxamyl (126)	104
Diflubenzuron (130)	105 - 106
Deltaméthrine (135)	107 - 108
Bendiocarbe (137)	109
Biternatol (144)	110
Carbosulfan (145)	111
Méthoprène (147).....	112 - 113
Diméthipin (151)	114
Paclobutrazol (161)	115
Tolyfluanide (162).....	116
Oxydéméton-méthyle (166)	117
Hexaconazole (170).....	118 - 119
Penconazole (182).....	120 - 123
Cléthodime (187)	124
Fenpyroximate (193)	125
Haloxyfop (194)	126
Tébufenozide (196)	127 - 129
Krésoxim-méthyle (199)	130
Chlorpropham (201).....	131 - 133
Fipronil (202)	134
Spinosad (203).....	135
Esfenvalerate (204).....	136
Flutolanil (205).....	137
Imidacloprid (206).....	138
DDT (021)	139 - 140
POLITIQUES EN MATIERE D'ANALYSE DES RISQUES APPLIQUEES POUR ETABLIR LES LMR CODEX POUR LES PESTICIDES.....	141 - 144
QUESTIONS RELATIVES AUX METHODES D'ANALYSE ET D'ECHANTILLONNAGE DES RESIDUS DE PESTICIDES	145
VALIDATION DES METHODES ET ANALYSES DE LABORATOIRE UNIQUE.....	146
CRITERES GENERAUX DE SELECTION DES METHODES D'ANALYSE VALIDEES PAR UN LABORATOIRE UNIQUE (A INCLURE APRES LES CRITERES GENERAUX).....	147 - 149
PROJET DE REVISION DES DIRECTIVES SUR LES BONNES PRATIQUES DE LABORATOIRE POUR L'ANALYSE DES RESIDUS DE PESTICIDES A L'ETAPE 7	150 - 153
DOCUMENT DE TRAVAIL SUR L'ESTIMATION DU DEGRÉ D'INCERTITUDE DES MESURES	154- 155
DOCUMENT DE TRAVAIL SUR LE BALAYAGE MULTIPLE DE PICS COMME MÉTHODE POUR ESTIMER LE DEGRÉ D'INCERTITUDE.....	156
DOCUMENT DE TRAVAIL SUR LA RÉVISION DE LA LISTE DES MÉTHODES D'ANALYSE DES RÉSIDUS DE PESTICIDES	157 - 158
DISPOSITIONS CONCERNANT DE NOUVEAUX FRUITS ET LÉGUMES TROPICAUX	159 - 161
ETABLISSEMENT DES LISTES CODEX DE PESTICIDES À ÉVALUER EN PRIORITÉ	162 - 168
CRITÈRES DE PRIORITÉ	169- 175
DOCUMENT DE TRAVAIL SUR LE PROJET PILOTE CONSISTANT À ÉTUDIER LA POSSIBILITÉ D'UTILISER DES LMR NATIONALES COMME LMR CODEX PROVISOIRES POUR DES PESTICIDES DE SUBSTITUTION PLUS SÛRS	176 - 186
EXAMEN DE L'ÉLABORATION DE LMR POUR LES ÉPICES.....	187 - 200
DOCUMENT DE TRAVAIL SUR LA NÉCESSITÉ D'UNE RÉVISION DE LA CLASSIFICATION CODEX DES PRODUITS DESTINÉS À L'ALIMENTATION HUMAINE ET ANIMALE.....	201 - 205

LIMITES MAXIMALES DE RÉSIDUS POUR LES PRODUITS TRANSFORMÉS OU PRÊTS À LA CONSOMMATION DESTINÉS À L'ALIMENTATION HUMAINE OU ANIMALE	206 - 210
SUPPRESSION D'UNE TACHE ACCESSOIRE DU PROGRAMME DE TRAVAIL DE LA JMPR	210- 213
AUTRES QUESTIONS ET TRAVAUX FUTURS	214- 215
AVE ATQUE VALE	216
DATE ET LIEU DE LA PROCHAINE SESSION	217

LISTE DES ANNEXES

	Pages
ANNEXE I	LISTE DES PARTICIPANTS30
ANNEXE II	PROJET DE DIRECTIVES REVISEES CONCERNANT LES BONNES PRATIQUES DE LABORATOIRE EN MATIERE D'ANALYSE DES RESIDUS DE PESTICIDES (A L'ETAPE 8 DE LA PROCEDURE).....49
ANNEXE III	PROJETS ET PROJETS REVISES DE LIMITES MAXIMALES POUR LES RESIDUS DE PESTICIDES (AVANCES A L'ETAPE 8 DE LA PROCEDURE CODEX)87
ANNEXE IV	AVANT-PROJETS DE LIMITES MAXIMALES DE RESIDUS POUR LES PESTICIDES (AVANCES AUX ETAPES 5/8 DE LA PROCEDURE CODEX AVEC OMISSION DES ETAPES 6 ET 7)90
ANNEXE V	PROJETS ET PROJETS REVISES DE LIMITES MAXIMALES DE RESIDUS POUR LES PESTICIDES (AVANCES A L'ETAPE 5 DE LA PROCEDURE CODEX)93
ANNEXE VI	LIMITES MAXIMALES CODEX DE RESIDUS POUR LES PESTICIDES DONT LA REVOCATION EST RECOMMANDEE100
ANNEXE VII	PROJETS ET PROJETS REVISES DE LIMITES MAXIMALES POUR LES RESIDUS DE PESTICIDES (RENVOYES A L'ETAPE 6 ET A L'ETAPE 3 DE LA PROCEDURE CODEX).....104
ANNEXE VIII	LISTE PRIORITAIRE DE SUBSTANCES PREVUES POUR EVALUATION ET RE- EVALUATION PAR LA JMPR109
ANNEXE IX	PROJET DE CRITERES REVISES RELATIFS A L'ETABLISSEMENT DE PRIORITES113

LISTE DES SIGLES
(utilisés dans le présent rapport)

CCFAC	Comité du Codex sur les additifs alimentaires et les contaminants
CCGP	Comité du Codex sur les principes généraux
CCMAS	Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage
CCNFSDU	Comité du Codex sur la nutrition et les aliments diététiques ou de régime
CCPR	Comité du Codex sur les résidus de pesticides
CCRVDF	Comité du Codex sur les résidus de médicaments vétérinaires
CLI	CropLife International
CI	Consumers International
CE	Communauté européenne
FAO	Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture
JECFA	Comité mixte FAO/OMS d'experts des additifs alimentaires
JMPR	Réunion conjointe FAO/OMS sur les résidus de pesticides
Accord SPS	Accord sur l'application des mesures sanitaires et phytosanitaires
OMS	Organisation mondiale de la santé
OMC	Organisation mondiale du commerce
DJA	Dose journalière admissible
CXL	Limite maximale Codex pour les résidus de pesticides
AJE	Apport journalier estimatif
BPA	Bonnes pratiques agricoles
LMRE	Limite maximale de résidus d'origine étrangère
AJEI	Apport journalier estimatif international
LMR	Limite maximale de résidus
CSENO	Concentration (maximale) sans effet nocif observable
DJTP	Dose journalière tolérable provisoire
MREC	Médiane de résidus en essais contrôlés
AJMT	Apport journalier maximum théorique

INTRODUCTION

1. Le Comité du Codex sur les résidus de pesticides (CCPR) a tenu sa trente-cinquième session à Rotterdam (Pays-Bas), du 31 mars au 5 avril 2003 à l'aimable invitation du gouvernement des Pays-Bas. M. H.J. Jeuring, du Ministère néerlandais de la santé, de la protection sociale et des sports a présidé la session, à laquelle ont participé 51 pays membres et 11 organisations internationales. La liste des participants est jointe en annexe I au présent rapport.

OUVERTURE DE LA SESSION

2. La session a été ouverte par M. R.J. Dortland, Directeur du Département pour la nutrition et la protection de la santé du Ministère de la Santé, de la protection sociale et des sports. Il a souhaité la bienvenue aux délégués à Rotterdam et a rappelé la discussion de la dernière session du CCPR sur les besoins d'accélérer et d'améliorer le processus d'établissement des normes Codex ainsi que la lourde charge de travail de la JMPR. Le Comité avait décidé d'examiner lors de la présente session non seulement les LMR recommandées par la JMPR 2001, mais aussi celles de la JMPR 2002. Il examinerait également une proposition visant à utiliser les LMR nationales en tant que LMR Codex provisoires. Il devrait, par ailleurs, évaluer l'importance des LMR pour certains produits de base dans le cadre des principaux objectifs du Codex, par exemple, l'élaboration de LMR pour les épices. Enfin, M. Dortland a suggéré que le Comité envisage d'harmoniser à l'avenir la mise en application des LMR Codex.

ADOPTION DE L'ORDRE DU JOUR (point 1 de l'ordre du jour)³

3. Le Comité a approuvé la proposition du président de traiter le point 18 de l'ordre du jour : *Suppression d'une tâche accessoire du programme de travail de la JMPR*, après le point 4 et de traiter le point 17 de l'ordre du jour : *Limites maximales de résidus pour les produits alimentaires transformés ou prêts à la consommation destinés à l'alimentation humaine et animale*, après le point 7. Avec ces amendements, l'ordre du jour provisoire tel que repris dans le document CX/PR 03/1 a été adopté comme ordre du jour de la session.

NOMINATION DES RAPPORTEURS (Point 2 de l'ordre du jour)

4. M. D. Lunn (Nouvelle-Zélande) et M. Y. Yamada (Japon) ont été **nommés** rapporteurs.

QUESTIONS SOUMISES AU COMITÉ PAR LA COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS ET/OU D'AUTRES COMITÉS DU CODEX (Point 3 de l'ordre du jour)⁴

5. Le Comité a noté que les points soulevés par le Comité Exécutif, à sa cinquantième session, le Comité sur les Principes Généraux (CCPG), à sa dix-septième session et par les Comité de coordination de la FAO/OMS pour le Proche Orient et pour l'Asie étaient présentés dans un but d'information ou seraient discutés de manière plus approfondie sous les points du jour appropriés. Le Comité a également noté que la Commission du Codex Alimentarius, à sa vingt-cinquième session (extraordinaire), a examiné la suite à donner aux conclusions et recommandations de l'Évaluation conjointe FAO/OMS du Codex Alimentarius et la proposition visant à établir un fonds fiduciaire pour la participation des pays en développement et des pays en transition.

³ CX/PR 03/1 ; CX/PR 03/1-Add.1

⁴ CX 03/2; CRD 4 (de la Communauté européenne)

RAPPORT SUR LES CONSIDÉRATIONS GÉNÉRALES DES RÉUNIONS CONJOINTES FAO/OMS DE 2001 ET 2002 SUR LES RÉSIDUS DE PESTICIDES (JMPR) (Point 4 de l'ordre du jour)⁵

6. Le rapport note que le CCPR, à sa trente-quatrième session, a confirmé qu'il était essentiel que la JMPR poursuive son évaluation internationale indépendante des résidus de pesticides (ALINORM 03/24).

7. La JMPR rencontre actuellement de grandes difficultés qui sont dues d'une part au système actuel, qui repose en grande partie sur les contributions volontaires des évaluateurs pendant leur propre temps libre et d'autre part à l'augmentation de la charge de travail et à la complexité des évaluations modernes. En conséquence, la JMPR 2002 a recommandé que la FAO, l'OMS et la Commission du Codex Alimentarius préparent un plan stratégique pour la JMPR afin de fournir un cadre aux changements proposés y compris : (a) un réexamen des objectifs de la JMPR, ses pratiques et ses exigences en matière d'informations et de données, (b) une description de la situation probable d'ici 5 à 10 ans et ce que l'on attendra de la JMPR, (c) une estimation des ressources nécessaires pour un fonctionnement efficace, et (d) un processus de mise en œuvre et la reconnaissance des coûts qui s'y rapportent.

8. La JMPR 2001 a recommandé la création d'un groupe de travail de l'OMS pour élaborer un document sur la fixation d'une dose de référence aiguë. La JMPR 2002 a examiné le document de travail préparé par ce groupe de travail et a confirmé les points suivants :

- La dose de référence aiguë est une estimation de la quantité d'une substance dans les produits alimentaires et/ou l'eau potable, normalement exprimée sur base du poids corporel, pouvant être ingérée au cours d'une période de 24 heures ou moins sans présenter de risque sanitaire appréciable pour le consommateur, et réalisée sur la base de tous les faits connus au moment de l'évaluation.
- La fixation d'une dose de référence aiguë doit être examinée pour toutes les substances. De préférence une seule dose de référence aiguë devrait être établie pour un produit chimique. La majorité des concepts scientifiques s'appliquant à la fixation d'une DJA s'applique aussi aux doses de référence aiguës.
- Une exposition unique à un composé peut résulter en plusieurs effets toxicologiques et l'importance de ces effets devrait être étudiée cas par cas. L'effet approprié et la concentration (maximale) sans effet nocif observable (CSENO) devraient être fondés sur les effets toxicologiques les plus appropriés et sur l'étude la plus pertinente dans laquelle ces effets ont été analysés.
- L'utilisation de facteurs de sécurité supérieurs ou inférieurs aux valeurs par défaut 100 et 10 pourrait être justifiée dans un certain nombre de cas sur la base de données animales et humaines, respectivement.
- Si disponibles, les données humaines devraient toujours être évaluées pour le calcul d'une dose de référence aiguë. Cependant, lors de l'évaluation des risques pour un pesticide, l'ensemble de la base de données doit être examinée et les études et facteurs de sécurité les plus appropriés doivent être utilisés pour calculer les doses de référence aiguës.
- Fixer une DJA d'une valeur supérieure à la dose de référence aiguë serait inapproprié.
- Une dose de référence aiguë ne devrait pas être fixée si aucun effet aigu n'est constaté pour des doses jusqu'à 500 mg/kg de poids corporel et qu'aucune mortalité en rapport avec la substance n'est observée à des doses jusqu'à 1000 mg/kg de poids corporel dans des études à partir d'une dose orale unique. Si la mortalité est le seul déclencheur, la cause devrait être confirmée comme étant pertinente pour l'ingestion humaine de résidus dans les aliments.
- Si aucune dose de référence aiguë n'est fixée, les raisons doivent en être justifiées et expliquées.

9. Le Comité a été informé que la JMPR 2002 a réexaminé les doses de référence aiguës pour les substances suivantes en se fondant sur la nouvelle directive et est parvenu aux conclusions suivantes:

⁵ Rapport de la JMPR 2002

- Bentazone: les données disponibles sont insuffisantes pour un réexamen.
- DDT: la décision de la JMPR 2000 de ne pas fixer de dose de référence aiguë est confirmée.
- Diméthipin: les données disponibles sont insuffisantes pour réduire le facteur de sécurité de 1000.
- Dodine: la décision de la JMPR 2000 de fixer une dose de référence aiguë de 0,2 mg/kg de poids corporel est confirmée.
- Imazalil: la fixation d'une dose de référence aiguë pour l'imazalil devait être réexaminée lorsque des données supplémentaires sur les alertes toxicologiques, y compris toxicité maternelle, mortalité fœtale et résorptions, auront été soumises.
- Fenpropimorphe: la base de données toxicologique doit être évaluée de manière complète afin de déterminer le point de référence et la CSENO nécessaires pour la fixation d'une dose de référence aiguë.
- Perméthrine: une dose de référence aiguë de 1,5 mg/kg de poids corporel a été fixée sur la base d'une CSENO de 150 mg/kg de poids corporel chez le rat, et un facteur de sécurité de 100.
- 2-Phénylphénol: une dose de référence aiguë est inutile pour le 2-phénylphénol comme l'a décidé la JMPR 1999.
- Propargite: une dose de référence aiguë pour propargite est inutile, comme décidé par la JMPR 1999.

10. Afin d'évaluer l'impact des études de neurotoxicité pour le développement sur la fixation des doses de références aiguës et des DJA, la réunion 2002 a examiné un document de travail comparant les CSENO critiques identifiés dans les études de neurotoxicité pour le développement à ceux identifiés dans les séries de données conventionnelles. Le Comité a noté que, en général, la majorité des études de neurotoxicité pour le développement n'identifiaient pas de CSENO ni de concentration minimale avec effet nocif observé (CMENO) plus faibles par rapport à ceux des autres études apparentées. Le Comité a noté également que la JMPR 2000 avait déterminé que les études de neurotoxicité de croissance soulèvent plusieurs questions critiques et inquiétudes, y compris l'introduction d'éléments dus au stress et estimait que si le profil toxicologique d'un produit chimique indique un risque d'effets neurotoxiques sur le développement, des paramètres d'essais appropriés devraient être intégrés dans une étude de toxicité pour la reproduction sur plusieurs générations.

11. Le Comité a été informé que la JMPR examinerait le rapport final du projet de division en zones climatiques une fois adopté par le groupe de travail de l'OCDE; la JMPR 2002 a indiqué que les autres recommandations de l'atelier York 1999 sur les exigences minimales de données pour l'établissement de LMR et les tolérances d'importation pouvaient être pertinentes pour la JMPR et a exprimé l'espoir que ces exigences minimales de données pourraient être finalisées et rendues disponibles pour examen.

12. Le Comité a été informé par la JMPR 2002 que plusieurs gouvernements avaient soumis des données sur les résidus calculées à partir d'essais contrôlés souvent, sans les détails indispensables pour leur évaluation et a appuyé l'invitation de la JMPR demandant aux gouvernements nationaux de consulter les sections pertinentes du Manuel révisé de la FAO sur la « soumission et évaluation des données sur les résidus de pesticides pour l'estimation des concentrations maximales de résidus dans les produits destinés à l'alimentation humaine et animale » Étude FAO: Production végétale et protection des plantes, n° 170, 2002, <http://www.fao.org/waicent/FAOINFO/AGRICULT/AGP/AGPP/Pesticid/default.htm>). Chapitre 3 du Manuel fournissant des lignes directrices sur les exigences de données.

13. Le Comité a été informé de la réponse de la JMPR 2002 à la demande de directives sur la soumission de données de surveillance pour la fixation de LMR ou LMRE pour les épices (ALINOMR 03/24 par. 209) en particulier :

- les gouvernements membres, exportateurs et importateurs doivent soumettre les données de surveillance sur les résidus de pesticides conformément aux exigences de données sur « l'estimation des concentrations maximales de résidus étrangers » figurant au chapitre 5 du Manuel révisé de la FAO.
- les soumissions doivent contenir toutes les informations pertinentes sur les utilisations actuelles et passées des pesticides dans les épices.

- lorsque le CCPR décide de fixer des LMR sur la base des données de surveillance, la JMPR évaluera les données soumises et élaborera des directives pour la conduite d'enquêtes sélectives sur le terrain qui permettront d'établir des LMR pour les épices pour lesquelles les données disponibles sont insuffisantes.
- le CCPR devrait fournir des informations sur le nombre de données de surveillance et la diffusion géographique que les membres pourraient considérer comme acceptables pour l'estimation des concentrations maximales de résidus.
- le CCPR devrait indiquer si les données actuelles GEMS/Food de consommation totale d'épices peuvent être utilisées pour évaluer les risques en ce qui concerne les épices qui ne sont pas énumérées de façon spécifique.

14. Le Comité a noté que la JMPR 2000 avait accueilli favorablement l'initiative du secrétariat de l'OCDE et du Groupe de travail sur les pesticides visant à contribuer à l'élaboration d'une approche fondée sur les statistiques pour l'estimation des LMR, mais a reconnu les difficultés d'un traitement statistique de petits ensembles de données éparses et ne voyait pas à l'heure actuelle comment cette approche pourrait être poursuivie.

15. Le Comité a noté également la conclusion de la JMPR 2002 selon laquelle un facteur de variabilité 3 représenterait convenablement la variabilité des résidus dans la laitue pommée et le chou cabus et a recommandé ce facteur pour le calcul de l'exposition aiguë pour ces produits.

16. Le Comité a été informé des conclusions de la JMPR en ce qui concerne la viande, à savoir: l'utilisation pour les calculs d'ingestion par le régime alimentaire d'un mélange de 20% de graisses/80% de muscles pour les bovins et autres mammifères et le mélange de 10% de graisses/90% de muscles pour les volailles permet d'estimer de manière plus réaliste l'exposition d'origine alimentaire.

17. Il a aussi été noté que la JMPR 2002 avait décidé d'utiliser en général les études d'alimentation animale pour recommander des concentrations maximales de résidus pour les produits d'origine mammalienne afin de tenir compte de l'exposition potentielle d'un animal à un pesticide dans son régime et qu'il était raisonnable d'extrapoler du poulet aux volailles.

18. Le Comité a étudié la question soulevée par la JMPR 2002, à savoir s'il fallait recommander des LMR à ou près de la limite de quantification ; ou ne pas recommander de LMR lorsque la présence de résidus est improbable. Après discussion, il a été convenu que pour les cas où les résidus sont improbables, les LMR devraient être élaborées à la limite de quantification, mais avec une note de bas de page indiquant qu'il n'est pas prévu de résidus.

19. Le Comité a été informé d'un projet pilote de partage du travail aux niveaux national et international, prévoyant que les évaluations nationales pour certains nouveaux composés seraient mises à la disposition de la JMPR au moment de l'évaluation.

EXPOSITION D'ORIGINE ALIMENTAIRE ET FIXATION DE LMR: DOCUMENT DE TRAVAIL SUR LES PROPOSITIONS CONCERNANT LES MÉTHODOLOGIES PROPRES À AMÉLIORER LES ESTIMATIONS PONCTUELLES (Point 5 de l'ordre du jour)⁶

20. La délégation néerlandaise a présenté le document de travail et informé le Comité que suite à la décision du Comité, à sa trente-quatrième session, elle avait préparé un document contenant des propositions visant à améliorer la méthodologie utilisée actuellement pour les estimations ponctuelles et proposant également des options de gestion des risques pour les LMR avec des risques d'apport aigu.

21. La délégation a informé le Comité qu'un rapport non publié de l'UICPA sur l'évaluation de l'exposition aiguë d'origine alimentaire a été pris en compte lors de la préparation de ce document. Le document constate que la méthodologie utilisée pour l'évaluation de l'apport aigu inclut plusieurs facteurs tels que *variabilité des résidus dans les unités de produits de base, poids d'unité et portion comestible de produit, effets de la transformation et la taille des grosses portions de produits*

⁶ CX/PR 03/3; CRD 3 (observations de l'Australie); CRD 5 (observations de Crop Life International).

alimentaires de base consommés; elle s'appuie sur des estimations déterministes (ponctuelles) ce qui pourrait se traduire par une estimation fortement irréaliste de l'ingestion de résidus étant donné que des hypothèses pessimistes et des valeurs extrêmes sont souvent utilisées.

22. Le Comité a noté la proposition des Pays-Bas d'examiner la possibilité d'introduire de simples calculs probabilistes au niveau international pour fournir de meilleures estimations de l'ingestion aiguë et a soulevé la question de savoir quelles options de gestion des risques, comme l'acceptation d'un dépassement limité de la dose de référence aiguë, pourraient être utilisées lorsque l'évaluation de l'exposition aiguë d'origine alimentaire montre que la dose de référence aiguë est dépassée.

23. Un certain nombre de délégations a appuyé l'idée de reconsidérer les facteurs de variabilité utilisés pour le calcul de l'exposition aiguë. Le Comité a été informé que dans certains pays aucun facteur variable n'est appliqué aux résultats obtenus dans les essais de terrain, les résidus constatés dans les échantillons prélevés sur le marché n'approchant que rarement les résidus constatés dans les essais contrôlés de terrain.

24. Certaines délégations étaient d'avis que lorsque l'exposition aiguë évaluée à l'aide de la meilleure méthodologie ACTEI dépasse la dose de référence aiguë, le Comité ne devrait pas avancer les LMR tant que le perfectionnement des calculs de l'ACTEI ne démontre que l'apport ne présente pas de risque. Il a également été indiqué que l'évaluation des risques faite par la JMPR représente l'hypothèse pessimiste internationale et que d'autres facteurs d'atténuation pourraient être pris en compte au niveau international.

25. La délégation néerlandaise a indiqué qu'il existait des modèles validés pour l'Europe et certains pays, mais que l'utilisation d'une méthodologie probabiliste pourrait être difficile au niveau international, les données et modèles n'étant pas facilement disponibles. Il a été souligné que la formation du personnel était une nécessité si l'on voulait progresser dans cette matière.

26. Le représentant de l'OMS a noté que la JMPR et les États membres travaillent encore à la mise au point de l'évaluation de l'exposition à court terme. En ce qui concerne l'application de l'évaluation de l'exposition déterministe de l'ACTEI actuelle, il a mentionné que dans certains cas, l'utilisation du 97,5 centile pour la consommation de produits alimentaires et pour les résidus pourrait ne pas être suffisamment prudente et que la dose de référence aiguë, contrairement à la DJA, ne devrait en principe pas être dépassée.

27. L'observateur de Crop Life International qui appuie l'initiative visant à améliorer l'évaluation de l'apport aigu a indiqué que l'approche probabiliste devrait permettre au CCPR de prendre des décisions mieux informées pour la gestion des risques au niveau international.

28. Le président a résumé la discussion : (1) ne pas envisager d'accepter un dépassement limité pour le moment ; (2) envisager d'utiliser une approche échelonnée; et (3) demander à la JMPR de mentionner les aspects probabilistes dans les estimations ponctuelles, lorsque les résultats dépassent la dose de référence aiguë.

29. Le Comité a encouragé les pays membres à soumettre leurs données sur les grosses portions et le pourcentage de consommateurs afin de pouvoir faire une meilleure estimation des risques aigus.

30. Le Comité a confirmé sa position antérieure de ne pas procéder à l'avancement des LMR au delà de l'étape 6 lorsque les calculs de l'apport aigu d'origine alimentaire montrent un dépassement de la dose de référence aiguë. Le Comité a également demandé à la JMPR d'examiner ce document notamment en ce qui concerne l'utilisation des aspects probabilistes des estimations ponctuelles.

31. Le Comité est aussi convenu d'établir un Groupe de travail⁷ qui serait chargé de préparer un document examinant l'adoption de la méthodologie probabiliste aux fins de la fixation des LMR du Codex. Celui-ci devrait inclure des exemples élaborés de calculs semi-probabilistes pour certains composés utilisant des données d'essais contrôlés lorsque l'ACTEI dépasse la dose de référence aiguë. Le groupe de travail devrait aussi examiner et proposer des paramètres à utiliser dans les calculs probabilistes au niveau international. Ce document devrait ensuite être examiné par le Comité à sa prochaine session.

RAPPORT INTÉRIMAIRE GEMS/FOOD SUR LES APPORTS ALIMENTAIRES (Point 6 de l'ordre du jour)⁸

32. Le Comité a rappelé que les consultations précédentes des experts FAO/OMS avaient recommandé la révision des cinq Régimes alimentaires régionaux GEMS/Food afin de les rendre plus représentatifs des modes d'alimentation des populations. Il a également rappelé que la méthode d'analyse par grappes utilisée pour l'élaboration des treize nouveaux régimes par modules de consommation GEMS/Food a été présentée au CCPR (trente-deuxième session) qui a approuvé cette approche et demandé à être informé des progrès futurs. Le CCPR a aussi demandé que lui soient fournis des exemples d'estimations de l'apport d'origine alimentaire pour les fruits et légumes, sur la base des nouveaux régimes proposés.

33. Le représentant de l'OMS a signalé que l'analyse par grappes avait récemment été appliquée à toutes les informations disponibles dans les bilans alimentaires de la FAO pour tous les pays. D'importantes lacunes de données ont été constatées, en particulier pour les pays en développement. Il manque aussi des informations sur un grand nombre de produits de base transformés. Par conséquent, l'OMS contactera les États membres et leur demandera des informations spécifiques sur un certain nombre de produits de base et de produits alimentaires transformés. Le Comité s'est félicité de ce progrès et a invité les pays à répondre dans les plus brefs délais à ces demandes.

34. En ce qui concerne la base de donnée sur les « grosses portions » tenue par GEMS/Food pour l'évaluation de l'exposition accidentelle aiguë, le représentant de l'OMS a signalé que plusieurs nouvelles entrées provenaient de données fournies par l'Afrique du Sud. Il a par ailleurs indiqué que les États-Unis avaient soumis une révision des données de consommation au 97,5 centile pour la population générale et les enfants de moins de 6 ans, ce qui pourrait également entraîner des changements.

35. En ce qui concerne la base de données sur le poids unitaire et la portion comestible types, le représentant de l'OMS a noté que le Royaume-Uni avait fourni des données révisées et que la Suède et la Belgique avaient transmis de nouvelles données.

AVANT-PROJETS ET PROJETS DE LIMITES MAXIMALES DE RÉSIDUS POUR LES PESTICIDES DANS LES ALIMENTS DESTINÉS À L'ALIMENTATION HUMAINE ET ANIMALE AUX ÉTAPES 7 ET 4 (POINT 7 DE L'ORDRE DU JOUR)⁹

REMARQUES GÉNÉRALES

36. Le président a fait référence aux commentaires écrits des États-Unis formulant leurs réserves en ce qui concerne l'avancement des LMR pour les pesticides organophosphorés, parce que l'analyse du risque cumulé de ces composés est encore en cours de perfectionnement.

37. L'observateur de la CE, s'exprimant au nom des États membres présents à la session en cours, a émis des réserves générales sur le manque de méthodes statistiques pour la fixation des LMR, sur les

⁷ Pays-Bas avec l'assistance de l'Australie, du Canada, du Danemark, de la France, de l'Allemagne, de la Suède, de l'OMS et de l'Association internationale de la banane. Le Comité a noté que la délégation des États-Unis pourrait aussi souhaiter participer.

⁸ CX/PR 03/4

⁹ CL 2002/16-PR ; CL 2002/35-PR ; CL 2003/1-PR ; CX/PR 03/5 ; CX/PR 03/5-Add.1 ; CRD 6

LMR reposant sur des intervalles avant récolte non spécifiés et sur le mélange des données avant et après récolte. L'observateur a indiqué que ces observations étaient provisoires, les évaluations de la JMPR 2002 n'étant pas disponibles.

CAPTANE (007)

38. Plusieurs délégations se sont inquiétées de l'absence de dose de référence aiguë; le Comité a noté que la JMPR 2002 a conclu que la fixation d'une dose de référence aiguë pouvait être nécessaire.

39. En réponse à une question concernant l'extrapolation des données concernant les pêches aux nectarines, le Cosecrétaire FAO/JMPR a informé le Comité que la JMPR avait étudié cette question et évalué séparément les données sur la pêche et la nectarine. Cependant la JMPR ayant reconnu que les gouvernements extrapolaient couramment les MLR avait décidé de laisser cette décision de gestion des risques au CCPR. Notant que les BPA à l'appui des MRL pour ces deux produits présentent des différences notables, le Comité n'a pas approuvé cette extrapolation.

40. L'observateur de la Communauté européenne, s'exprimant au nom des États membres, a attiré l'attention du Comité sur le fait qu'il n'existait pas de critères bien définis en matière d'extrapolation.

41. La délégation française a exprimé l'avis que le métabolite THPI pourrait être inclus dans la définition du résidu aux fins d'évaluation de l'apport et pris en compte lors de l'examen des résidus dans les produits alimentaires transformés. Les études d'alimentation animale auraient dues être prises en compte.

42. Le Comité **a décidé** de renvoyer à l'étape 6 tous les projets de LMR pour les pommes, cerises, concombres, raisins secs, raisins, melons (à l'exception de la pastèque), nectarines, pêches, prunes, fruits à pépins, framboises (y compris les framboises de Virginie), fraises et tomates, et d'attendre l'évaluation toxicologique de la JMPR 2004.

CARBARYL (008)

43. Plusieurs délégations ont exprimé leurs réserves concernant les LMR reposant sur des valeurs de résidus extrêmes dans la base de données des résidus. Le Comité a noté que la JMPR avait indiqué des problèmes d'ingestion aiguë pour certains produits. Le Comité a noté que la JMPR avait évalué la base de données disponibles et n'avait relevé aucunes raisons pour rejeter ces valeurs. L'observateur de la CE a fait observer qu'au sein de la CE, des méthodes statistiques étaient utilisées pour fixer les LMR et qu'il fallait élaborer des exigences de données minimales.

44. La délégation australienne a informé le Comité que des données pour les fruits à pépins seront disponibles. Le Comité **a décidé** de maintenir les limites Codex pour la pomme et la poire, en attendant l'évaluation de ces nouvelles données.

45. Le Comité **a décidé** d'avancer à l'étape 5 les LMR proposées pour la balle de riz ; la paille et fourrage sec de sorgho ; la balle de soja ; le fourrage de tournesol ; le maïs doux (maïs en épis) ; la pâte de tomate ; les coques d'amandes ; asperges ; betteraves, carottes, cerises ; agrumes ; jus d'agrumes ; pulpe d'agrumes, séchée ; raisins séchés (=raisins secs et raisins de Corinthe) ; aubergines ; jus de raisin ; marc de raisin sec; raisins;rognons de bovins, caprins, ovins et porcins ; foie de bovins, caprins, ovins et porcins ; maïs; maïs fourrager; fourrage de maïs ; huile de maïs, non raffinée ; viande (de mammifères autres que marins) ; laits ; huile d'olives, vierge ; olives ; piments, doux ; son de riz, non transformé ; paille et fourrage de riz, secs ; riz poli ; sorgho fourrager (en vert) ; soja (sec) ; fourrage de soja ; soja fourrager (en vert) ; huile de soja, non raffinée ; fruits à noyau ; graines de tournesol ; huile de tournesol, non raffinée ; maïs doux (maïs en épis) ; patate douce ; tomate ; jus de tomate ; fruits à coque d'espèce arborescente ; navet de printemps ; blé ; son de blé, non transformé ; farine de blé ; germe de blé ; paille et fourrage sec de blé.

46. Les délégations japonaise et coréenne ayant indiqué que la LMR pour le riz est inutile puisque celui-ci est commercialisé sous la forme de riz poli ou décortiqué, et qu'une LMR séparée est recommandée pour le riz poli, le Comité **a décidé** d'envisager la suppression de la limite Codex pour le riz l'an prochain et de renvoyer le projet de LMR à l'étape 3.

47. Le Comité **a décidé** d'examiner l'an prochain, la suppression des limites Codex restantes dont le retrait a été recommandé par la JMPR 2000.

48. Reconnaissant les problèmes d'ingestion aiguë rencontrés avec certains produits, le président a suggéré que le groupe de travail chargé d'évaluer les options pour l'utilisation d'une analyse semi-probabiliste dans l'évaluation du risque d'ingestion aiguë au niveau international (voir paragraphe 31) retienne le carbaryl pour examen.

49. Le Comité est aussi convenu de supprimer la note de bas de page se rapportant à la période de validité (1999-2003) des limites Codex temporaires.

CHLORMÉQUAT (15)

50. L'observateur de la CE s'est inquiété de la variabilité et du petit nombre d'étude de transformation sur le blé. Le Comité a été informé que la JMPR examinait ces facteurs de transformation pour qu'ils soient comparables. Le Comité **a décidé** de recommander l'annulation des limites Codex pour la paille et fourrage sec d'orge ; paille et fourrage sec d'avoine ; seigle ; paille et fourrage sec de seigle; blé; paille et fourrage sec de blé; et poire. Le Comité **a convenu** d'avancer à l'étape 8 les projets de LMR pour le seigle ; son de seigle non transformé ; farine de seigle; paille et fourrage sec de céréales ; triticales ; blé ; son de blé non transformé ; farine de blé ; et farine complète de blé. Cependant, il sera noté que les limites Codex en vigueur pour le seigle et le blé doivent être remplacées¹⁰.

CHLORPYRIFOS (17)

51. Le Comité **a décidé** d'avancer à l'étape 8 tous les projets de LMR. Le Comité **a** par ailleurs **décidé** de recommander l'annulation des limites Codex pour les pommes et poires, celles-ci devant être remplacées par la LMR pour les fruits à pépins. Le Comité a aussi **décidé** de recommander l'annulation des limites Codex pour la chair de poulet et la chair de dinde, étant donné que celles-ci seront remplacées par la LMR pour la chair de volaille. Tout en notant que la JMPR 2000 avait recommandé de retirer la limite Codex pour le riz, le Comité **a décidé** de la maintenir en attendant la soumission de données par le fabricant.

2,4-D (20)

52. Le Comité **a décidé** de retirer les projets de LMR pour le grapefruit et les oranges douces ou amères, JMPR 2001 ayant proposé une nouvelle LMR les agrumes. Le Comité **a décidé** d'avancer à l'étape 5 l'avant-projet de LMR pour les agrumes.

DIAZINON (22)

53. Le Comité **a décidé** de renvoyer à l'étape 6 tous les projets de LMR en attendant les nouvelles données pour les choux cabus que doivent fournir les États-Unis et l'Australie.

DICOFOL (26)

54. La délégation japonaise a informé le Comité que la limite Codex pour le thé vert, le thé noir reposait sur le mode d'utilisation du Japon, mais que celui-ci avait été changé après l'évaluation de la JMPR de sorte que les résidus devraient être beaucoup plus faibles. Le Comité **est convenu** d'envisager le retrait de cette limite Codex à sa prochaine session.

¹⁰ La même procédure s'applique à tous les cas pertinents pour lesquels des LMR amendées ou révisées ont été avancées à l'étape 8 ou 5/8.

DIMÉTHOATE (27)

55. Le président a informé le Comité que le diméthoate était inscrit à l'ordre du jour de la JMPR 2003 pour la fixation d'une dose de référence aiguë et pour une évaluation des résidus. Le Comité a noté les observations écrites de la CE et des États-Unis relatives aux problèmes d'ingestion aiguë. Le Comité **a décidé** de renvoyer à l'étape 6 toutes les LMR.

DIPHÉNYLAMINE (30)

56. Le Comité **a décidé** d'avancer à l'étape 5/8 les LMR pour la pomme, jus de pomme, rognons de bovin, foie de bovin, et viande bovine. La délégation espagnole a informé le Comité qu'elle avait fourni des informations sur les BPA et des données d'essais sur l'utilisation de cette substance sur la poire à l'appui d'une LMR de 10mg/kg. Le Comité **a décidé** d'avancer à l'étape 5 la LMR pour la poire.

57. Le Comité **a décidé** d'avancer à l'étape 5 la LMR pour le lait de bovins et a demandé à la JMPR de préciser si dans les expériences de récupération le lait entier ou la graisse de lait avaient été enrichis. Le Comité a noté que la définition du résidu devrait indiquer que la substance est liposoluble.

ENDOSULFAN (32)

58. Le président a informé le Comité que ce composé était inscrit à l'ordre du jour de la JMPR 2005 pour examen périodique et qu'il n'y avait pas de problèmes d'ingestion. Le Comité **a décidé** d'avancer à l'étape 8 les LMR pour le brocoli ; chou de Milan ; choux cabus et chou-fleur et à l'étape 5/8 toutes les autres LMR. Le Comité **est convenu** également de demander l'annulation des limites Codex générales pour les fruits (sauf ceux qui sont énumérés) et les légumes (sauf ceux qui sont énumérés).

ÉTHION (34)

59. Le Comité a été informé que l'utilisation de l'éthion n'était plus appuyée et **a décidé** d'envisager la suppression de la limite Codex pour les agrumes à sa prochaine session.

FÉNITROTHION (37)

60. À sa trente-quatrième session, le Comité **a décidé** de maintenir la limite Codex pour les céréales pendant un an en attendant les nouvelles informations que doivent fournir la délégation australienne et le fabricant. L'appui pour les céréales ayant été confirmé en juin 2002, le Comité **a décidé** de maintenir les limites Codex existantes en attendant l'examen périodique par la JMPR 2003.

FOLPET (41)

61. La JMPR 2004 réévaluera la nécessité d'une dose de référence aiguë pour le folpet. L'observateur de la CE et les délégations française et chilienne ont exprimé leur inquiétude concernant les évaluations de résidus pour la pomme, raisins secs, raisins, laitue pommée, fraise et tomate. C'est pourquoi le Comité **a décidé** de renvoyer à l'étape 6 ces LMR en attendant l'évaluation de la JMPR et d'avancer à l'étape 8 les LMR pour le concombre ; melons à l'exception de la pastèque ; oignons ; bulbes et pomme de terre.

MALATHION (49)

62. Le Comité a noté les inquiétudes d'un certain nombre de pays quant à l'absence de dose de référence aiguë. La Communauté européenne s'est aussi inquiétée de l'absence d'études sur l'alimentation animale. Le Comité **a décidé** de renvoyer à l'étape 6 tous les projets de LMR en attendant l'évaluation de la dose de référence aiguë par la JMPR 2003 et le calcul des estimations d'ingestion aiguë.

MÉVINPHOS (53)

63. Le Comité **a décidé** de recommander l'annulation des limites Codex pour les haricots communs (gousses et/ou graines immatures) et poireaux. La délégation australienne a informé le Comité qu'elle fournirait de nouvelles données à l'appui de la limite Codex pour le chou cabus.

MONOCROTOPHOS (54)

64. Le Comité **a décidé** de recommander l'annulation de toutes les limites Codex, ce composé n'étant plus appuyé.

OMÉTHOATE (55)

65. Le Comité **a décidé** de retirer tous les projets de LMR, ce composé n'étant plus appuyé.

66. Le Comité a été informé que des résidus d'ométhoate peuvent résulter de l'utilisation du diméthoate, mais qu'il en avait été tenu compte dans les évaluations de risques d'origine alimentaire pour le diméthoate et que la définition des résidus pour l'évaluation de l'exposition était diméthoate et ométhoate exprimés en tant que diméthoate.

2-PHÉNYLPHÉNOL (056)

67. Le Comité **a décidé** d'avancer à l'étape 5/8 la LMR pour les poires et de retirer les limites Codex existantes.

PARATHION-MÉTHYL (059)

68. Le Comité a noté les remarques de l'Australie, de la CE et des États-Unis s'opposant à la progression des LMR pour les aliments destinés aux animaux étant donné qu'aucune étude sur le transfert animal n'était disponible.

69. La délégation canadienne a exprimé son inquiétude concernant l'ingestion aiguë et noté que l'évaluation des risques cumulés des États-Unis était incomplète. C'est pourquoi le Comité **a décidé** de renvoyer à l'étape 6 toutes les LMR et de discuter à nouveau la proposition à sa prochaine session.

PHOSALONE (060)

70. Le Comité **a décidé** d'avancer à l'étape 8 la LMR pour les fruits à pépins et les fruits à noyau, en notant que la limite Codex pour la pomme sera retirée.

PHOSPHAMIDON (061)

71. À sa dernière session, le Comité a noté que ce composé n'était plus appuyé et **a donc décidé** de retirer toutes les limites Codex .

BUTOXIDE DE PIPÉRONYLE (062)

72. Le Comité **a décidé** d'avancer à l'étape 5/8 toutes les LMR et de supprimer le terme « graisse » de la rubrique pour la viande de mammifère autre que mammifères marins, notant les réserves émises par la délégation française qui considère que la base de données est insuffisante et qui a informé le Comité que cette substance est utilisée comme un synergiste pour les pyréthrine, qui sont des substances utilisées dans l'agriculture biologique. Le Comité a noté que la limite Codex pour le blé serait retiré une fois la LMR pour les céréales adoptée.

PYRÉTHRINES (063)

73. Le Comité **a décidé** d'avancer à l'étape 8 les LMR pour les fruits séchés et les légumes secs et a noté que le composé est inscrit à l'ordre du jour de la JMPR 2003 pour évaluations des résidus et de la toxicité.

THIABENDAZOLE (065)

74. Le Comité **a décidé** d'avancer à l'étape 8 les LMR pour l'avocat, rognons de bovins, foie de bovin, lait de bovin, mangue, papaye, fruits à pépins et pomme de terre, notant que la limite Codex pour les abats comestibles, la pomme et la poire sera annulée.

75. Les délégations marocaine et israélienne ont fait savoir qu'elles estimaient que la LMR pour les agrumes est trop faible. Dès lors, le Comité **a décidé** de renvoyer à l'étape 6 la LMR pour les agrumes en demandant à la délégation marocaine de soumettre des données à la JMPR. Le Comité **a décidé** de renvoyer à l'étape 6 la LMR pour les champignons en attendant d'autres données de la part des États-Unis. Le Comité considèrera le retrait des LMR pour les melons et la fraise à sa prochaine session, étant donné qu'elles ne sont plus appuyées.

CARBENDAZIME (072)

76. Le Comité **a décidé** de renvoyer à l'étape 6 les LMR pour les baies et autres petits fruits, la laitue pommée et les piments en attendant que la JMPR 2003 fixe une dose de référence aiguë.

77. La délégation australienne a rappelé au Comité sa discussion à sa dernière session visant à modifier la définition du résidu pour inclure le bénomyle, le carbendazime et thiophanate-méthyle à exprimer en tant que carbendazime. Le Comité a aussi noté les remarques de l'Allemagne selon lesquelles le bénomyle n'est plus appuyé dans l'Union européenne et aux États-Unis mais qu'il est toujours utilisé en Australie. La délégation allemande a aussi fait remarquer que la majorité des LMR viennent de l'utilisation du bénomyle et qu'à son avis toutes les LMR devraient être réexaminées.

78. Le Comité a noté que la JMPR 2003 évaluait actuellement le carbendazime pour ses résidus.

DISULFOTON (074)

79. Le Comité a noté que pour un certain nombre de produits il y avait des risques d'ingestion aiguë et est convenu que le groupe de travail ad hoc sur l'ingestion aiguë pourrait envisager d'examiner cette substance. C'est pourquoi le Comité **a décidé** de renvoyer à l'étape 6 les LMR pour le brocoli, le chou cabus, le chou-fleur, la laitue pommée et la laitue à cueillir, étant donné les risques d'ingestion aiguë identifiés pour ces produits. Le Comité **a décidé** d'avancer à l'étape 8 toutes les autres LMR, annulant la limite Codex pour le maïs. Le Comité envisagera le retrait des limites Codex pour la pomme de terre et le radis du Japon à sa session de l'an prochain ayant été informé que ces produits n'étaient plus appuyés. Le Comité supprimera les limites Codex pour les céréales et les légumes lorsque les propositions pour les produits concernés atteindront l'étape 8.

DICHLORFLUANIDE (082)

80. Le Comité **a noté** que les limites Codex pour les mûres de ronces et les aubergines n'étaient plus appuyées et a donc **recommandé** leur annulation, et d'envisager l'annulation des limites Codex restantes si elles ne sont plus appuyées.

FÉNAMIPHOS (085)

81. Le Comité **a noté** que la JMPR 2002 avait fixé une dose de référence aiguë de 0,003 mg/kg de poids corporel. Le Comité **a été informé** que la CE s'opposait à l'avancement des LMR proposées compte tenu des problèmes d'ingestion aiguë pour les piments, tomates et pastèques. Le Comité **a**

décidé de renvoyer à l'étape 6 tous les projets de LMR en attendant des calculs plus perfectionnés de l'ingestion aiguë.

82. Le Comité **a aussi noté** que le groupe de travail sur l'ingestion aiguë pourrait étudier cette substance.

DINOCAP (087)

83. Le Comité **a décidé** d'avancer à l'étape 8 la LMR proposée pour les raisins.

CHLORPYRIFOS-MÉTHYLE (090)

84. Le Comité **a noté** que les LMR proposées pour l'orge et l'avoine correspondent aux BPA australiennes. L'observateur de la CE et les délégations française et espagnole se sont opposées à l'avancement de ces produits car les concentrations proposées doivent correspondre aux résultats des études d'alimentation, ce qui aboutirait à de très faibles LMR pour les produits d'origine animale. La délégation coréenne **a informé** le Comité qu'une LMR de 10 pour le riz n'était pas acceptable étant donné les problèmes d'ingestion aiguë.

85. Le Comité **a décidé** de renvoyer à l'étape 6 les projets de LMR pour l'orge, l'avoine et le riz, en attendant l'examen de la JMPR, mais **a noté** le point de vue des délégations australienne et néo-zélandaise selon lequel les LMR devraient en principe être avancées une fois toutes les exigences de données satisfaites.

MÉTHOMYL (094)

86. Le Comité **a noté** que la JMPR avait identifié de graves problèmes d'ingestion aiguë pour plusieurs produits.

87. Le représentant de l'OMS a attiré l'attention du Comité sur le fait que l'ingestion aiguë par le régime alimentaire dépassait la dose de référence aiguë de plus de 7 000 %. Il a été noté qu'il fallait établir une politique bien définie en cas de dépassement de la dose de référence aiguë.

88. Le Comité **a décidé** de renvoyer à l'étape 3 tous les projets de LMR pour le fourrage de luzerne ; la luzerne fourragère (en vert) ; l'orge, le fourrage de haricots ; les haricots, à l'exception des fèves et du soja ; les légumes du genre Brassica ; le céleri, la pulpe d'agrumes, sèche ; les légumes fruits, cucurbitacées ; les raisins ; les légumes feuillus ; les pois fourragers (en vert) ; le soja fourrager (en vert) ; le blé ; le son de blé, non transformé ; la farine de blé et le germe de blé.

89. Le Comité **a décidé** d'avancer à l'étape 5 les LMR pour la graine de coton (coques) ; les graines de coton (farine) ; fourrage de colza ; cosses de soja ; farine de soja ; pomme ; haricots (secs) ; haricot commun (gousses et/ ou graines immatures) ; graine de coton ; huile comestible de coton ; abats comestibles de mammifères ; œufs ; maïs ; fourrage de maïs ; huile comestible de maïs ; viande de mammifères (autres que marins) ; laits ; nectarine ; avoine ; pêche ; poire ; prunes (y compris pruneaux) ; pomme de terre ; chair de volaille ; abats comestibles de volaille ; graine de colza ; fourrage de soja ; huile de soja, non raffinée ; huile de soja, raffinée ; paille, fourrage (sec) et foin de céréales et autres plantes du genre graminées.

90. Le Comité **a décidé** de recommander l'annulation des limites Codex comme l'a recommandé la JMPR 2001 pour la paille et fourrage sec d'orge ; aubergine ; houblon, sec ; paille et fourrage sec d'avoine ; oignon, ciboule ; arachide ; arachide fourragère (en vert) ; pois écosés (graines immatures) ; ananas ; sorgho ; soja (graines immatures) ; courgette et betterave sucrière.

91. Le Comité **a décidé** de reporter les discussions en attendant les résultats des calculs perfectionnés d'ingestion aiguë – y compris les limites Codex existantes – par le nouveau groupe de travail sur l'ingestion aiguë.

CARBOFURAN (96)

92. Le Comité a été informé que de nouvelles données sur le maïs seront soumises à la JMPR. Dès lors, le Comité **a décidé** de retirer les limites Codex pour la carotte ; l'aubergine ; l'avoine ; l'oignon ; le soja (sec) ; la betterave sucrière; la betterave sucrière, fanes ou verts ; maïs doux (épis) ; tomate et blé comme l'a recommandé la JMPR 1997.

93. Le Comité a noté que la JMPR 2002 avait effectué des calculs d'ingestion aiguë sur la base de deux produits seulement. Compte tenu des problèmes d'ingestion soulevés par la délégation australienne et l'observateur de la CE, le Comité a demandé au GEMS/FOOD de l'OMS de procéder à une évaluation d'ingestion aiguë reposant sur tous les produits.

94. En attendant les résultats de ces calculs et l'évaluation des nouvelles données sur les résidus pour le maïs par la JMPR 2003, le Comité **a décidé** d'avancer à l'étape 5 tous les projets de LMR pour la graine de coton ; la graine de colza ; paille et fourrage de riz secs; et le riz décortiqué et de renvoyer à l'étape 6 tous les projets de LMR.

MÉTHAMIDOPHOS (100)

95. Le Comité **a décidé** de renvoyer à l'étape 6 les LMR pour la pêche, les fruits à pépins et la tomate en attendant l'évaluation de l'examen périodique et le calcul d'ingestion aiguë de la JMPR 2003.

PHOSMET (103)

96. Le Comité a noté que la JMPR 2002 a considéré que la dose de référence aiguë est prudente et peut être perfectionnée.

97. Le Comité **a décidé** d'avancer à l'étape 5 les projets de LMR pour les airelles ; les agrumes ; la nectarine ; les fruits à pépins et les fruits à coque d'espèce arborescente et de renvoyer à l'étape 6 le projet de LMR pour l'abricot.

ÉTHÉPHON (106)

98. Le JMPR 2002 a noté des problèmes d'ingestion aiguë pour les enfants en ce qui concerne le cantaloup, les piments, l'ananas et la tomate, mais pas les raisins secs. Le Comité **a décidé** d'avancer à l'étape 8 le projet de LMR pour les raisins secs et a suggéré que le groupe de travail sur l'ingestion aiguë envisage l'examen de cette substance.

PROPARGITE (113)

99. Le Comité est **convenu** d'envisager, sur recommandation de la JMPR 2002, la suppression des limites Codex à sa prochaine session.

100. L'observateur de la CE s'est opposé à des LMR de groupe pour les agrumes en raison de l'insuffisance de documentation et a fait remarquer qu'il y avait des exigences minimales de données à respecter aux fins d'extrapolation et de tolérance de groupe.

101. Le Comité **a décidé** d'avancer à l'étape 5 tous les avant-projets de LMR, notant les inquiétudes de la CE concernant les risques d'ingestion pour les enfants dus au jus de raisin.

ALDICARBE (117)

102. L'observateur de la CE a informé le Comité que cette substance doit être retirée du marché dans l'UE où seules les utilisations indispensables seront autorisées pendant un temps limité.

103. Le Comité **a décidé** d'avancer à l'étape 5 le projet de LMR pour la banane et de renvoyer à l'étape 6 le projet de LMR pour la pomme de terre et, compte tenu des problèmes d'ingestion aiguë pour

la banane et la pomme de terre, a considéré que le groupe de travail sur l'ingestion aiguë pourrait étudier cette substance.

OXAMYL (126)

104. Le Comité **a décidé** d'avancer à l'étape 5 tous les avant-projets de LMR et d'examiner à sa prochaine session, la suppression des limites Codex comme l'a recommandé la JMPR 2002.

DIFLUBENZURON (130)

105. La délégation française a exprimé son inquiétude sur la définition du résidu parce qu'il n'aurait pas été tenu compte de deux métabolites importants, en particulier dans les produits transformés. La délégation s'est aussi inquiétée de ce que l'évaluation n'ait pas pris en compte des études animales appropriées.

106. Le Comité **a décidé** d'avancer à l'étape 5 les avant-projets de LMR et d'envisager à sa prochaine session la suppression des limites Codex pour les choux de Bruxelles, les choux cabus, la graine de coton ; les prunes (y compris les pruneaux) ; le soja (sec) et la tomate.

DELTAMÉTHRINE (135)

107. Le Comité a noté qu'il y avait des problèmes d'ingestion aiguë pour les légumes feuillus et que la CE avait une définition différente du résidu pour le composé de départ.

108. Le Comité **a décidé** d'avancer à l'étape 5 tous les avant-projets de LMR et d'étudier à sa prochaine session la suppression des limites Codex existantes comme l'a recommandé la JMPR 2002.

BENDIOCARBE (137)

109. Le Comité a été informé que cette substance ne serait plus appuyée et a décidé d'étudier la suppression de toutes les limites Codex à sa prochaine session.

BITERTANOL (144)

110. Le Comité a noté que la JMPR 2002 a confirmé la limite Codex pour l'abricot de 1 mg/kg; la limite Codex est donc maintenue.

CARBOSULFAN (145)

111. Le Comité **a décidé** de renvoyer à l'étape 6 tous les projets de LMR en attendant l'évaluation des risques aigus de la JMPR 2003.

MÉTHOPRÈNE (147)

112. Le Comité **a décidé** de recommander la suppression des limites Codex pour les champignons et les arachides, celles-ci n'étant plus appuyés par le fabricant. La délégation australienne a informé le Comité qu'elle fournira des données pour S méthoprène à l'appui des limites Codex pour les céréales ; le son de blé, non transformé ; la farine de blé et la farine de blé complet.

113. Le Comité a convenu de maintenir les limites Codex pour les œufs et l'huile de maïs, comestible étant donné leurs liens avec les produits de céréales ci-dessus.

DIMÉTHIPIN (151)

114. Le Comité **a décidé** d'avancer à l'étape 5/8 tous les avant-projets de LMR et d'annuler les limites Codex associées, en même temps que celles pour la graine de lin, l'huile de tournesol non raffinée et l'huile comestible de tournesol.

PACLOBUTRAZOL (161)

115. Le Comité a noté à sa dernière session que le fabricant n'appuyait plus cette substance et **a donc décidé** de retirer toutes les limites Codex existantes.

TOLYLFLUANIDE (162)

116. Le Comité a noté les inquiétudes des délégations française et canadienne concernant la non disponibilité de la monographie de la JMPR 2002 et **a décidé** d'avancer à l'étape 5 tous les avant-projets de LMR. Le Comité **a aussi décidé** d'étudier le retrait de la limite Codex pour le cornichon lors de sa prochaine session.

OXYDÉMÉTON-MÉTHYLE (166)

117. Le Comité **a décidé** de renvoyer à l'étape 6 toutes les LMR en attendant les calculs d'ingestion à court terme de la JMPR. Le Comité a été informé par le fabricant que des données seront soumises à la JMPR 2004 également pour une révision de la définition du résidu.

HEXACONAZOLE (170)

118. Le Comité a été informé à sa dernière session que cette substance n'était plus appuyée par le fabricant. Cependant l'observateur de la CE et les délégations espagnole et canadienne ont informé le Comité que la substance était appuyée dans l'Union européenne et au Canada. La délégation suisse a informé le Comité que l'utilisation est appuyée par le fabricant dans les États membres mais ne l'est pas dans le système Codex.

119. Le Comité **a décidé** d'étudier la suppression de toutes les limites Codex à sa prochaine session (voir aussi 182), et de demander aux États membres de communiquer, à titre d'information, le statut de cette substance au niveau national.

PENCONAZOLE (182)

120. Le Comité a été informé que la substance n'est plus appuyée et qu'il est donc possible d'envisager la suppression de toutes les limites Codex lors des prochaines sessions. L'observateur de la CE a informé le Comité que le fabricant a notifié la substance aux fins d'évaluation dans la Communauté et qu'elle est utilisée dans tous les États membres de l'UE.

121. L'observateur a fait objection à la suppression de cette substance. La délégation suisse a informé le Comité que, comme pour l'hexaconazole (voir 170), l'utilisation n'est plus appuyée dans le système Codex par le fabricant.

122. Plusieurs délégations se sont inquiété de cette évolution de la situation, à savoir que des substances sont appuyées au niveau national mais ne le sont pas dans le système Codex.

Le Comité a noté les incidences possibles d'une telle situation sur l'accessibilité et la disponibilité des données.

123. Le Comité **a décidé** d'étudier la suppression des limites Codex à sa prochaine session et de traiter cette question dans un document de politique que le président élaborera (voir par. 144).

CLÉTHODIME (187)

124. Le Comité **a décidé** d'avancer à l'étape 8 toutes les LMR, notant qu'une méthode d'analyse permet maintenant de différencier la substance du séthoxydime.

FENPYROXIMATE (193)

125. Le Comité **a décidé** de renvoyer à l'étape 6 les LMR en attendant l'évaluation toxicologique de la JMPR 2004 en vue de la fixation d'une dose de référence aiguë .

HALOXYFOP (194)

126. Le Comité a noté les inquiétudes de plusieurs délégations en ce qui concerne l'ingestion aiguë et **a donc décidé** de renvoyer à l'étape 3 les LMR pour la luzerne fourragère (en vert) ; les rognons de bovins ; le foie de bovins ; la viande bovine ; le lait de bovins ; les fanes ou verts de betterave fourragère et de renvoyer à l'étape 6 toutes les autres LMR en attendant que la JMPR 2004 fixe une dose de référence aiguë. Le Comité a aussi noté les informations de l'observateur de la CE, à savoir que le fabricant soumettra de nouvelles données de résidus et que la définition du résidu pour le mélange racémique sera remplacée par l'Isomère R.

TÉBUFENOZIDE (196)

127. Le Comité a noté que la JMPR avait indiqué des problèmes d'ingestion et **a donc décidé** de renvoyer à l'étape 6 la LMR pour les raisins et d'avancer toutes les autres LMR à l'étape 5.

128. Le Comité a noté que le fabricant soumettra d'autres données toxicologiques qui permettront de perfectionner la dose de référence aiguë.

129. Le Comité a noté que la délégation australienne a demandé à la JMPR d'étudier l'extrapolation des produits bovins à toutes les espèces mammifères.

KRÉSOXIM-MÉTHYLE (199)

130. Le Comité **a décidé** d'avancer à l'étape 5/8 les LMR pour les pamplemousses ; l'huile d'olive, vierge ; les olives et les oranges, douce, amères.

CHLORPROPHAM (201)

131. Le Comité a noté qu'il y avait des problèmes d'ingestion aiguë pour les pommes de terre. Plusieurs délégations se sont inquiétées des problèmes d'ingestion par le régime alimentaire qui risquent de survenir compte tenu de la LMR élevée fixée pour la pomme de terre.

132. Le Comité a noté que la LMR pour la pomme de terre reposait sur les données des États-Unis et les BPA de ce pays, que la dose de référence aiguë des États-Unis était considérablement plus élevée que celle recommandée par la JMPR et que la pomme de terre est aussi utilisée dans l'alimentation animale.

133. Le Comité **a décidé** d'avancer à l'étape 5 toutes les LMR et de demander à la JMPR d'examiner à nouveau la toxicité aiguë, en tenant compte de l'évaluation des États-Unis.

FIPRONIL (202)

134. Le Comité **a décidé** d'avancer à l'étape 5/8 tous les avant-projets de LMR.

SPINOSAD (203)

135. Le Comité **a décidé** d'avancer à l'étape 5/8 tous les avant-projets de LMR à l'exception des légumes du genre brassica, du lait de bovins et des légumes feuillus qui ont été avancés à l'étape 5, en notant les inquiétudes formulées par l'observateur de la CE sur les évaluations des résidus et de la délégation française relatives à la LMR élevée pour le lait (équivalent à 25 mg/kg dans les matières grasses du lait).

ESFENVALERATE (204)

136. La délégation australienne **a noté** que fenvalérate et esfenvalérate avaient tous deux la même définition de résidu, mais des LMR différentes pour un certain nombre de produits.

Compte tenu de ce qui précède, et en attendant que l'évaluation de la JMPR 2002 soit disponible, le Comité **a décidé** d'avancer seulement à l'étape 5 toutes les propositions.

FLUTOLANIL (205)

137. Le Comité a **décidé** d'avancer à l'étape 5 toutes les propositions en attendant que l'évaluation de la JMPR 2002 soit disponible

IMIDACLOPRID (206)

138. Le Comité a **décidé** d'avancer à l'étape 5 toutes les propositions en attendant que l'évaluation de la JMPR 2002 soit disponible.

DDT (021)

139. Le Comité a rappelé que le Comité exécutif a renvoyé à l'étape 3 la LMRE de 0,1 – 0,3 mg/kg pour la chair de volaille compte tenu des inquiétudes exprimées par le Coordinateur pour la région Asie et que le CCPR devait en poursuivre l'examen. Les délégations thaïlandaise et indonésienne étaient favorables à une limite de 0,3 mg/kg.

140. Le Comité a **décidé** d'avancer à l'étape 8 la LMRE de 0,3 mg/kg pour la chair de volaille.

POLITIQUES EN MATIÈRE D'ANALYSE DES RISQUES APPLIQUÉES POUR ÉTABLIR LES LMR CODEX POUR LES PESTICIDES (point 8 de l'ordre du jour)¹¹

141. Le Comité a rappelé qu'il était convenu d'étudier les politiques en matière d'analyse des risques utilisées pour établir les limites maximales de résidus de pesticides Codex, suite au Plan d'Action pour l'analyse des risques dans le système du Codex adopté par la Commission en 1997, étant entendu qu'une fois les principes de travail adoptés à l'échelle du Codex, les comités concernés élaboreraient leurs propres directives spécifiques. Le Secrétariat du Codex a informé le Comité que le document n'avait pas été préparé pour des raisons d'ordre pratique et qu'il fallait préciser la portée du document par rapport aux politiques et aux procédures.

142. Le Comité a aussi été informé que le Comité du Codex sur les Principes Généraux étudierait le *Projet de principes de travail pour l'application de l'analyse des risques dans le cadre du Codex Alimentarius* et que la Commission du Codex Alimentarius devrait donner des orientations précises après mise au point définitive desdits Principes sur la façon dont les Comités du Codex devraient procéder en matière d'analyse des risques dans leurs domaines respectifs.

143. Il a été remarqué qu'il fallait un document cadre précis du CCPR, que certaines questions générales étudiées sous les points 6 et 17 de l'ordre du jour pourraient être utilisées dans cet objectif et que la relation entre l'évaluation des risques et la gestion des risques devrait être précisée.

144. Le Comité est convenu que le Président préparerait un document sur les politiques d'analyse des risques utilisées par le Comité pour établir les limites maximales de résidus de pesticides, document qui serait étudié à la prochaine session. Le Comité est aussi convenu que le document tiendrait compte des Principes de travail mentionnés ci-dessus et de toutes les décisions pertinentes déjà prises par le CCPR.

QUESTIONS RELATIVES AUX MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE DES RÉSIDUS DE PESTICIDES (point 9 de l'ordre du jour)¹²

145. Le président du groupe de travail ad hoc sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage, M. Piet Van Zoonen (Pays-Bas) a présenté le rapport du groupe de travail (CRD 2) et résumé les discussions et conclusions du groupe.

VALIDATION DES METHODES ET ANALYSES DE LABORATOIRE UNIQUE

146. Le Comité a rappelé que, à sa vingt-quatrième session, le Comité sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage a examiné les critères de sélection des méthodes d'analyse validées par un laboratoire

¹¹ CX/PR 03/6

¹² CRD 2

unique et est convenu d'informer le CCPR de ses discussions. Le Comité est convenu de proposer au CCMAS d'examiner les critères suivants aux fins d'insertion dans le Manuel de procédure pour refléter le fait que les méthodes validées par un laboratoire unique pouvaient être sélectionnées sous certaines conditions.

Critères généraux de sélection des méthodes d'analyse validées par un laboratoire unique (à inclure après les Critères généraux)

147. Des méthodes validées entre laboratoires ne sont pas toujours disponibles ou applicables, en particulier dans le cas des méthodes pour les analyses multiples//substrats multiples et les nouveaux composés. Les critères devant être utilisés pour sélectionner une méthode sont inclus dans les Critères généraux régissant le choix des méthodes d'analyse. En outre, les méthodes validées par un laboratoire unique doivent répondre aux critères suivants :

- i. *La méthode est validée conformément à un protocole reconnu au niveau international(par ex. les directives CCPR sur les bonnes pratiques de laboratoire pour d'analyse des résidus de pesticides ou les directives de l'UICPA) ;*
- ii. *L'utilisation de la méthode est intégrée dans un système de garantie de qualité conformément à la norme ISO 17025 ou aux principes de bonnes pratiques de laboratoire;*

148. La méthode devrait être complétée par des informations sur l'exactitude démontrée, par exemple par :

- *participation régulière aux programmes de compétence, là où ils sont disponibles ;*
- *calibrage utilisant des matériaux de référence certifiés, chaque fois qu'il convient*
- *études de récupération effectuées au niveau de concentration prévu des composés*
- *vérification des résultats par d'autres méthodes validées.*

149. Le Comité a noté que le CCMAS avait recommandé à la Commission l'adoption par référence des directives harmonisées pour la validation des méthodes d'analyse par laboratoire unique de l'UICPA (avec un amendement).¹³

PROJET DE RÉVISION DES DIRECTIVES SUR LES BONNES PRATIQUES DE LABORATOIRE POUR L'ANALYSE DES RÉSIDUS DE PESTICIDES A L'ÉTAPE 7 (Point 9a de l'ordre du jour)¹⁴

150. Le Comité a rappelé que le Projet de directives avait été adopté à l'étape 5 par le Comité exécutif à sa cinquantième session et avait été diffusé pour observations à l'étape 6 par lettre circulaire CL 2002/35-PR. Le Comité a fait siennes les recommandations du groupe de travail visant à amender la section 3.2.6, conformément aux propositions de l'Iran dans ses observations. Certains amendements mineurs ont également été apportés aux sections 3.2.6 et 4.2.2 à des fins de clarification.

ÉTAT D'AVANCEMENT DU PROJET DE REVISION DES DIRECTIVES SUR LES BONNES PRATIQUES DE LABORATOIRE POUR L'ANALYSE DES RESIDUS

151. Le Comité est convenu d'avancer le projet de révision des directives à l'étape 8 pour adoption par la Commission du Codex Alimentarius à sa vingt-sixième session (voir annexe II).

152. Le Comité est convenu d'entreprendre un nouveau travail sur les directives sur l'utilisation de la spectrométrie de masse (MS) pour identification, confirmation et détermination quantitative des résidus, sous réserve de l'approbation de la Commission du Codex Alimentarius. Le Centre de formation et de référence (FAO/AIEA) serait chargé d'élaborer un premier projet en collaboration avec les délégations d'Australie, de la Belgique, du Danemark, des Pays-Bas et du Royaume-Uni.

¹³ ALINORM 03/23, Annexes III et V

¹⁴ ALINORM 03/24A, Annexe VI, CX/PR 03/7 (observations de l'Iran et de Cuba), CX/PR 03/7-Add.1 (observations des Pays-Bas), CRD 4 (observations de la Communauté européenne)

153. Le Comité a approuvé également la révision, à intervalles réguliers, des textes sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage figurant dans le Volume 2A du Codex Alimentarius, afin d'y incorporer de nouveaux principes et de nouvelles pratiques, sous réserve de l'approbation de cette démarche par la Commission.

DOCUMENT DE TRAVAIL SUR L'ESTIMATION DU DEGRÉ D'INCERTITUDE DES MESURES (Point 9b de l'ordre du jour)

154. Le Comité a noté que le document CX/PR 03/8 n'avait pas été préparé en raison de la non disponibilité des données et d'exemples élaborés et convient que cette question sera examinée conjointement avec les questions couvertes par le point 9c de l'ordre du jour, à sa prochaine session.

155. Le Comité a été informé que le Comité du Codex sur les Méthodes d'analyse et d'échantillonnage avait avancé à l'étape 5 l'avant-projet de directives sur le degré d'incertitude des mesures.

DOCUMENT DE TRAVAIL SUR LE BALAYAGE MULTIPLE DE PICS COMME MÉTHODE POUR ESTIMER LE DEGRÉ D'INCERTITUDE (Point 9c de l'ordre du jour)¹⁵

156. Le Comité a noté que le document préparé par le représentant de la FAO/AIEA sur l'estimation du degré d'incertitude des résultats était un bon point de départ pour élaborer des lignes directrices, sous réserve de l'approbation de la Commission au titre de nouvelle activité. Le Comité a accueilli avec satisfaction l'offre du représentant de la FAO/AIEA de préparer un document révisé, en collaboration avec les délégations d'Australie, de la Belgique, du Danemark, des Pays-Bas et du Royaume-Uni, qui sera étudié lors de la prochaine session.

DOCUMENT DE TRAVAIL SUR LA RÉVISION DE LA LISTE DES MÉTHODES D'ANALYSE DES RÉSIDUS DE PESTICIDES (Point 9d de l'ordre du jour)¹⁶

157. Le Comité a noté que les informations fournies par les pays membres dans le document CX/PR 03/10 seront publiées sur le site Web du Centre de formation et de référence (FAO/AIEA) et qu'une liste des pesticides non couverts par les méthodes actuelles pour les résidus multiples sera préparée.

158. Le Comité est convenu d'inclure cette liste dans une lettre circulaire invitant les pays membres à proposer de nouvelles méthodes d'analyse, en particulier pour les pesticides qui ne sont pas encore couverts par les méthodes existantes. Un modèle préparé par le Centre de formation et de référence (FAO/AIEA) sera utilisé pour recueillir les informations sous un format normalisé et la délégation néerlandaise se chargera de la compilation de la liste révisée qui sera examinée lors de la prochaine session.

PROPOSITIONS CONCERNANT DE NOUVEAUX FRUITS ET LÉGUMES TROPICAUX (Point 9e de l'ordre du jour)¹⁷

159. Le Comité a noté les problèmes identifiés dans certains pays relatifs à l'échantillonnage des jupes et la préparation d'échantillon de noix de coco, durian et jupes ; il a approuvé les recommandations du groupe de travail selon lesquelles, pour générer des données sur les résidus qui permettent de fixer des LMR, il faut analyser séparément la chair et le jus de la noix de coco; en ce qui concerne la jupe et le durian, il convient d'analyser des morceaux représentatifs du fruit entier, coupés dans le sens longitudinal.

160. Vu la valeur élevée et la grande taille/le gros poids de ces fruits, et le faible volume de production des cultivateurs individuels, le Comité est convenu qu'une partie représentative d'un fruit sur 5 peut être sélectionnée au hasard dans un lot, à condition que l'on puisse éviter la contamination et/ou la détérioration des résidus dans l'échantillon.

161. Le Comité a exprimé son appréciation à M. Van Zoonen et au groupe de travail pour leur excellent travail et les progrès considérables réalisés sur plusieurs questions complexes. Le Comité est

¹⁵ CX/PR 03/8

¹⁶ CX/PR 03/9

¹⁷ CX/PR 03/11

convenu que le groupe de travail se réunira à sa prochaine session sous la présidence de M. Van Zoonen.

ÉTABLISSEMENT DES LISTES CODEX DE PESTICIDES À ÉVALUER EN PRIORITÉ (point 10 de l'ordre du jour)¹⁸

162. Le président du groupe de travail ad hoc sur les priorités, M. T. Doust (Australie) a présenté le rapport du groupe de travail et attiré l'attention sur les principales questions discutées par le groupe ainsi que les changements suggérés à apporter au calendrier provisoire des composés.

163. Une nouvelle substance chimique, *diméthomorphe*, a été proposée par la France et inscrite provisoirement pour évaluation en 2006. Les produits à évaluer incluent le raisin, pomme de terre, houblon, tomate, oignons, piments, litchi et ail. Les données seront prêtes pour soumission en 2004/2005.

164. Le calendrier provisoire pour la JMPR a été modifié à la suite des discussions sur les pesticides au point 7 de l'ordre du jour et d'autres considérations. Parmi ces changements :

2003: *tébufenozide* pour toxicité aiguë ; *dodine* pour réévaluation périodique.

2004: *chlorpyrifos*, *bentazone*¹⁹, *dimethipin*²⁰, *fenpropimorphe*²¹ pour toxicité aiguë ; *méthomyl* (piments), *folpet* (fraises) et *carbofuran* (maïs) pour évaluation des résidus,

2005: *thiabendazole*, *chlorpropham*, et *carbendazime* pour toxicité aiguë ; *spinosad* (raisins et céréales)²² pour évaluation des résidus.

2007: *Lambda-cyhalothrine* pour réévaluation toxicologique

165. Le Comité est convenu de retirer le penconazole (182) et l'éthion (034), ces substances n'étant plus appuyées.

166. Le Comité a approuvé les changements proposés à la liste prioritaire et décidé de les transmettre à la Commission pour approbation au titre de nouvelle activité (voir Annexe VIII).

167. En ce qui concerne le concept de partage du travail, il a été suggéré qu'un tel partage entre la JMPR et les agences nationales ou multinationales pourrait permettre de réduire la charge de travail des évaluateurs de la JMPR. L'observateur de CropLife International a informé le Comité que les récentes évaluations de l'UE et de l'Agence pour la protection de l'environnement (États-Unis) pour *trifloxystrobin*, *fenhexami*, *indoxacarb* et *bifenazate* pourraient être mises à la disposition de la JMPR. Il a été proposé que la JMPR reçoivent l'ensemble des données habituelles pour évaluation et des copies des rapports nationaux d'évaluation et une documentation résumée préparée par le demandeur qui sont fournis à l'origine pour l'examen.

168. Le Comité est **convenu** qu'un groupe de travail ad hoc sur les priorités se réunira à sa prochaine session sous la présidence de l'Australie (M. Doust)

¹⁸ CX/PR 03/12, CRD 1

¹⁹ Initialement prévue pour 2005

²⁰ Initialement prévue pour 2005

²¹ Initialement prévue pour 2005

²² Initialement prévue pour 2004

CRITÈRES DE PRIORITÉ (Point 10a de l'ordre du jour)²³

169. Le Président du groupe de travail ad hoc sur les priorités, M. T. Doust (Australie) a informé le Comité que le groupe avait révisé les critères régissant l'inscription d'une substance chimique sur la liste des priorités de la JMPR et a proposé d'apporter plusieurs modifications à ces critères.

170. L'observateur de la CE, appuyé par plusieurs délégations, a demandé d'établir des règles précises pour le groupe de travail sur les priorités, d'ajouter d'autres critères à la liste actuelle, en particulier pour le retrait des substances chimiques de la liste des priorités. L'observateur a aussi proposé, en ce qui concerne l'évaluation de nouvelles substances, que le Comité envisage d'ajouter les critères suivants: disponibilité de données, disponibilité d'examen aux niveaux international et national, et coordination avec d'autres listes nationales/internationales.

170. Le Comité a été informé que, compte tenu de la lourde charge de travail de la JMPR, le groupe de travail avait reconnu que la proposition du point 1 visant à procéder à l'examen périodique tous les 15 ans au lieu de 10, présentait de nombreux avantages. Les délégations danoises et australiennes ont appuyé ce point de vue en principe, mais ont suggéré que l'on maintienne un cycle de révision de 10 ans lorsque la chose est possible.

171. Les spécifications établies par la réunion conjointe FAO/OMS sur les spécifications de pesticides (JMPS) ne sont pas considérées comme un critère de priorité, le Comité ayant décidé, à sa trente-quatrième session, que l'élaboration des spécifications ne devait pas retarder les évaluations de la JMPR.

172. Le Comité a appuyé la proposition selon laquelle les substances à réévaluer sont choisies parmi celles n'ayant pas fait l'objet d'analyse toxicologique importante ou d'examen des résidus depuis plus de 15 ans, à condition que le Comité revienne au critère de période de 10 ans une fois le retard de la JMPR comblé.

173. Le Comité est convenu de distribuer les critères révisés figurant à l'Annexe IX pour observations et d'examiner cette question à sa prochaine session.

174. Répondant à la demande d'examen du calendrier de réévaluation périodique des LMRE (ALINORM 03/24, paragraphe 173), il a été noté que des données de contrôle des résidus en provenance de l'Australie, la CE, la Norvège et les États-Unis étaient disponibles mais qu'il n'existait pas ou peu de données toxicologiques récentes sur les LMRE ; que la politique actuelle du CCPR était de faire une réévaluation quinquennale ; et que la question du taux de violation n'avait pas encore été résolue.

175. Le Comité est convenu que, tant qu'une politique n'aura pas été mise au point sur la façon de traiter les évaluations de la JMPR en ce qui concerne les LMRE, et tant que la question du taux de violation n'aura pas été résolue, il faudrait accorder une faible priorité à la révision des LMRE. Le président a suggéré d'inclure ces deux points et d'autres questions pertinentes dans le document sur les politiques d'analyse des risques en préparation pour la prochaine réunion (par. 144).

DOCUMENT DE TRAVAIL SUR LE PROJET PILOTE CONSISTANT À ÉTUDIER LA POSSIBILITÉ D'UTILISER DES LMR NATIONALES COMME LMR CODEX PROVISOIRES POUR DES PESTICIDES DE SUBSTITUTION PLUS SÛRS (Point 11 de l'ordre du jour)²⁴

176. Vu l'absence de la délégation des États-Unis, le président a présenté le document CX/PR 03/14 et a rappelé que le Comité avait eu une discussion approfondie lors de la dernière session sur la question de la longueur du processus requis pour l'élaboration de LMR pour de nouveaux pesticides qui sont

²³ CX 03/13, CRD 1

²⁴ CX/PR 03/14, CRD 7 (observations de la CE)

souvent plus sûrs. Le Comité a décidé d'étudier la possibilité d'utiliser les LMR nationales en tant que LMR provisoires pour tenir compte de la vulnérabilité commerciale.

177. Le Comité a été informé que des critères et procédures étaient proposés dans le document afin de démarrer un projet pilote visant à fixer des LMR provisoires, notamment :

- La norme provisoire serait utilisée pour un nouveau pesticide s'il s'agit d'un produit plus sûr susceptible de remplacer un pesticide existant ;
- Les produits concernés doivent faire l'objet d'un commerce international et jouer un rôle important dans le régime alimentaire humain ;
- La norme provisoire serait désignée comme étape 8 (1) avec le même statut qu'une LMR à l'étape 8 et considérée comme une norme provisoire pendant une période de temps déterminée, à moins que la Commission du Codex Alimentarius ne la rejette.
- La désignation d'un pesticide à l'attention du Groupe de travail sur les priorités du Comité est le fait d'un gouvernement national et doit inclure la documentation d'appui requise. Le Groupe de travail ne fournira que des mécanismes de sélection et formulera des recommandations au CCPR sur l'exhaustivité des données présentées. Les LMR proposées à l'étape 8 (1) au CCPR seront distribuées pour observations des gouvernements des pays membres. Le CCPR prendra acte de la désignation et programmera le pesticide pour examen complet des LMR provisoires à sa prochaine réunion.
- Une proposition de LMR provisoire à l'étape 8 (1) pour un pesticide/produit donné ne sera examinée qu'une seule fois.
- Le CCPR n'aura pas besoin de faire approuver la LMR provisoire par la Commission du Codex Alimentarius avant de l'appliquer. Cependant, la Commission du Codex Alimentarius devrait être consultée et informée des projets du CCPR dans ce domaine.

178. Certaines délégations ont appuyé le programme pilote proposé pour la fixation de LMR provisoires, notant qu'il présentait suffisamment de garanties pour protéger l'intégrité du programme. L'observateur de Croplife International a également appuyé cette proposition et a indiqué que la procédure détaillée pourrait être perfectionnée pendant la durée du projet pilote.

179. Plusieurs délégations, tout en ne s'opposant pas au projet dans son principe, ont exprimé certaines inquiétudes en ce qui concerne :

- les difficultés pratiques lorsqu'il existe de grandes différences entre les LMR nationales
- la distinction peu claire faite entre l'évaluation et la gestion des risques
- l'acceptation de la LMR provisoire par la Commission du Codex Alimentarius et son statut juridique dans le contexte des accords SPS de l'OMC.
- le degré d'indépendance et de transparence associé à l'élaboration des LMR provisoires
- le travail supplémentaire nécessaire au niveau national pour évaluer la soumission des LMR provisoires
- l'incertitude quant à la façon dont les exigences de protection des données sont traitées
- la possible variabilité de la qualité des évaluations nationales fournies à l'appui des LMR provisoires
- la manière dont la réussite du projet sera évaluée.

180. L'observateur de la Communauté européenne a suggéré que le Comité pourrait parvenir au même résultat par d'autres mesures telles que l'acceptation mutuelle des LMR nationales sur une base bilatérale et a conclu que les pays membres de l'Union européenne pourraient appuyer le lancement d'un projet pilote à condition que l'on tienne compte de leurs inquiétudes.

181. Le Secrétariat du Codex a indiqué que les LMR provisoires n'étaient pas définies dans la procédure d'élaboration Codex et n'avaient de ce fait pas de statut dans le Codex. La fixation de LMR provisoires demanderait un amendement de la procédure actuelle, qui devrait être examiné par le Comité sur les principes généraux et adopté par la Commission du Codex Alimentarius. Le Comité a également été informé que le paragraphe 3(a) de l'Annexe A – Définitions de *l'Accord sur l'application des mesures sanitaires et phytosanitaires (SPS)* fait référence "aux normes, directives et recommandations établies par la Commission du Codex Alimentarius concernant les additifs alimentaires, les médicaments vétérinaires et les résidus de pesticides, les contaminants, les méthodes d'analyse et d'échantillonnage, et les codes d'usages et directives en matière d'hygiène".

182. Il a été demandé au Secrétariat du Codex de demander et de fournir des avis sur le statut juridique de ces LMR provisoires, si le programme pilote devait progresser et à cette fin de fournir des avis aux pays membre avant la prochaine session du CCPR. Ces avis sont indispensables pour le démarrage d'un projet pilote. Le Secrétariat a indiqué que ces avis seraient fournis uniquement par la Commission du Codex Alimentarius.

183. Comte tenu des modifications importantes formulées par le Groupe de travail, la délégation française appuyée par plusieurs délégations, a noté que le meilleur moyen de traiter cette question serait de l'examiner dans le cadre de la suite à donner à l'Évaluation du Codex. La délégation française a ajouté que cette question ne devait pas être traitée par le CCPR de manière isolée car ce Comité n'était pas le seul à établir des LMR dans le Codex et qu'il fallait demander aux autres comités concernés de formuler leurs observations.

184. Le représentant de la FAO a rappelé que, à sa vingt-cinquième session (extraordinaire), la Commission avait examiné *l'Évaluation conjointe FAO/OMS du Codex Alimentarius et d'autres activités de la FAO et de l'OMS sur les normes alimentaires* qui comprenaient des recommandations sur les avis scientifiques donnés par la FAO et l'OMS. La Commission a réaffirmé l'importance fondamentale de l'avis d'expert donné au Codex et aux pays membres et a appuyé une augmentation de l'allocation de la FAO et de l'OMS à l'évaluation du risque scientifique.

185. Se référant au projet pilote proposé pour l'élaboration de LMR provisoires, le représentant a déclaré qu'après acceptation d'une telle approche, les pays membres pourraient alors demander une LMR provisoire sur la base d'une soumission de données complètes. Le représentant a aussi déclaré qu'il fallait éviter toute incohérence éventuelle, se rapportant par exemple aux définitions ou à la terminologie, entre l'approche pour les LMR provisoires et la procédure normale. A cette fin, il a exprimé le souhait du secrétariat de la JMPR de participer au groupe de rédaction.

186. Après d'autres discussions, le Comité est convenu en principe de démarrer le projet à sa prochaine session mais de demander des travaux préparatoires pour cette session. Le Comité a demandé au groupe de rédaction créé à sa dernière session, et complété par la France, les Pays-Bas et le secrétariat de la JMPR, de réviser le document à la lumière des discussions reprises ci-dessus, afin qu'il soit possible de démarrer le projet à la prochaine session du CCPR. Il serait demandé aux Etats-Unis de coordonner ces travaux. Le Comité est aussi convenu de demander l'avis de la Commission sur cette initiative.

EXAMEN DE L'ÉLABORATION DE LMR POUR LES ÉPICES (Point 12 de l'ordre du jour)²⁵

187. La délégation d'Afrique du Sud a présenté le document et informé le Comité que conformément à la décision du Comité, à sa trente-quatrième session, elle avait préparé un document révisé afin de fournir d'autres informations sur la définition des épices sur la base de la Classification du Codex (Groupe 028) ; les critères à appliquer pour utiliser des données de suivi pour fixer les LMR pour

²⁵ CX/PR 03/15; CRD 3 (observations de l'Australie); CRD 4 (observations de la Communauté européenne); CRD 6 (observations de la Thaïlande); CRD 8 (observations de l'Indonésie); CRD 10 (observations de l'Inde).

les épices ; et des informations sur le type et l'origine des résidus étrangers de pesticides persistants tels que le DDT, BHC et lindane.

188. De nombreuses délégations ont appuyé l'utilisation des données de suivi pour la fixation de LMR pour les épices en règle générale.

189. La délégation chinoise a suggéré d'utiliser la même approche pour établir des LMR pour le thé, qui est un élément important du commerce international; la délégation a noté qu'il existait peu de LMR pour ce produit, ce qui risquait d'être une source de difficultés dans le commerce international.. Cependant plusieurs délégations ont fait objection à cette proposition et ont indiqué qu'une décision avait déjà été prise pour limiter la portée des discussions aux épices.

190. Certaines délégations se sont demandées s'il fallait inclure des produits tels que le persil, la racine de gingembre, les câpres ou le poivre de Cayenne (piments forts) dans la catégorie des "épices", estimant qu'il ne s'agissait pas d'épices.

191. Certaines délégations ont fait remarquer qu'il existait déjà des LMR pour les piments forts et qu'il serait possible de calculer des LMR pour les piments forts séchés en appliquant un facteur de transformation comme c'est le cas pour les légumes transformés. D'autres délégations étaient d'avis que les piments forts séchés étaient largement commercialisés et que, compte tenu des problèmes existants, le Comité devrait adopter une approche pragmatique afin d'éviter toute perturbation dans les échanges. La CE a donc suggéré de calculer des LMR pour les piments forts séchés à partir des piments frais en utilisant un facteur approprié de transformation/déshydratation.

192. Certaines délégations ont fait remarquer qu'il serait nécessaire de regrouper les épices selon qu'elles proviennent ou non de semences, de racines et tubercules, et de feuilles, ce qui pourrait faciliter l'élaboration de LMR de groupe.

193. Le Comité a noté que les concentrations de résidus dans les épices n'étaient généralement pas de niveaux comparables, en fonction des caractéristiques des épices ; il a ajouté qu'il était nécessaire de réviser et de préciser le nombre et la distribution des données ponctuelles de résidus proposées.

194. Certaines délégations n'ont pas approuvé une proposition énoncées dans le document visant à fixer, pour les épices, des LMR au lieu de LMRE pour des pesticides persistants comme le DDT, le HCH (hexachlorocyclohexane) et le lindane, étant donné que leur utilisation n'est pas homologuée en agriculture.

195. Le représentant de l'OMS a informé le Comité que la Convention de Stockholm sur les polluants organiques persistants, avait pour but d'arrêter la production et l'utilisation de certains composés organochlorés, y compris le DDT et le HCH, mais pas le lindane. En raison de son importance pour la santé publique, l'OMS a obtenu une prolongation de 5 ans pour l'utilisation du DDT comme agent de lutte antivectorielle contre le paludisme, en application sur les murs intérieurs des bâtiments. En conséquence, le fait que le DDT continue à être utilisé à des fins de santé publique ne devrait pas résulter en une contamination de l'environnement et des cultures. Une prolongation similaire n'a pas été demandée pour le BHC.

196. L'observateur de l'Organisation internationale de l'association du commerce des épices (IOSTA) a mentionné les difficultés rencontrées pour compiler la liste actuelle parce que certaines des épices y figurant n'étaient pas importantes alors que d'autres épices importantes n'y figurent pas.

197. Le cosecrétaire FAO de la JMPR a informé le Comité que la section 2.7 du rapport de la JMPR 2002 fournissait des orientations relatives à la soumission des données de suivi des pesticides pour les épices et que la JMPR mettrait au point des directives pour la conduite d'enquêtes sélectives sur le terrain à l'appui de l'élaboration de LMR en cas de données insuffisantes, si le Comité approuve l'utilisation des données de suivi pour la fixation de LMR pour les épices.

198. Le Comité a confirmé sa décision selon laquelle l'élaboration de LMR sur la base des données de suivi devait se limiter aux épices et a noté qu'il y avait un large accord sur la possibilité de créer des sous-groupes pour les épices.

199. Le Comité est convenu que la délégation d'Afrique du Sud²⁶ réviserait le document sur la base des discussions ci-dessus. Le document révisé devrait identifier les épices concernées (qu'elles fassent ou non partie du groupe des épices dans le système de classification du Codex). La réunion est convenu que ce document révisé serait examiné à sa prochaine session.

200. Il a également été convenu qu'il fallait établir des LMRE et non des LMR pour les pesticides organochlorés persistants.

DOCUMENT DE TRAVAIL SUR LA NÉCESSITÉ D'UNE RÉVISION DE LA CLASSIFICATION CODEX DES PRODUITS DESTINÉS À L'ALIMENTATION HUMAINE ET ANIMALE (Point 13 de l'ordre du jour)²⁷

201. Le Comité a noté que la révision de la classification Codex des produits destinés à l'alimentation humaine et animale avait été examinée à sa dernière session et que cette révision avait recueilli l'appui général. Cependant différents points de vue ayant été exprimés quant à l'étendue de la révision, la délégation néerlandaise, à la demande du Comité, a préparé un document traitant cette question.

202. La délégation néerlandaise a noté que seuls les États-Unis et l'Australie avaient formulé des observations. La délégation a signalé que les États-Unis appuyaient une actualisation extensive de la classification et avaient fait des suggestions pour le regroupement des produits bruts et des produits transformés. Les problèmes pratiques de la version électronique de classification pourraient être résolus en utilisant soit la base de données électroniques de l'Australie, soit celle des États-Unis pour la poursuite des travaux. La délégation australienne a proposé d'étudier la possibilité d'afficher une version électronique de la classification actuelle sur le site web du Codex le plus rapidement possible afin d'aider les délégations à déterminer les améliorations qui pourraient être apportées à la classification du Codex.

203. Le secrétariat du Codex a suggéré que si le Comité convenait d'entreprendre une révision, la première étape serait de demander à un concepteur de base de données d'évaluer la classification actuelle du Codex pour les produits destinés à la consommation humaine et animale. Il a été indiqué que le système doit être capable d'être agrandi à de nouveaux domaines et de traiter des jeux secondaires de données.

204. Le Comité a été informé que la délégation néerlandaise préconisait une actualisation limitée de la classification et se portait volontaire pour diriger la révision. Il a été noté que, dans une première phase, cette révision ne devrait pas avoir une incidence notable sur les limites Codex existantes.

205. Le Comité est convenu que la délégation néerlandaise, avec l'assistance d'autres parties intéressées²⁸, commencerait les travaux sur la révision limitée, y compris le regroupement potentiel. Le groupe de travail devrait évaluer les bases de données électroniques, proposer celle qui conviendrait le mieux, et préparer un document pour examen à la prochaine session du Comité.

²⁶ En coopération avec l'Inde, les Pays-Bas et IOSTA.

²⁷ CX/PR 03/16; CRD 9 (réponses de l'Australie et des États-Unis soumises au CL 2002/16-PR).

²⁸ Australie, Canada, Allemagne, Japon, Nouvelle-Zélande, Suède, Secrétariat du Codex et OMS. Le comité a noté que le gouvernement des États-Unis pourrait souhaiter contribuer aux travaux du groupe précité.

LIMITES MAXIMALES DE RÉSIDUS POUR LES PRODUITS TRANSFORMÉS OU PRÊTS À LA CONSOMMATION DESTINÉS À L'ALIMENTATION HUMAINE OU ANIMALE (point 17 de l'ordre du jour)²⁹

206. En l'absence de la délégation des États-Unis, le président a présenté un document préparé par le gouvernement des États-Unis relatant les pratiques et politiques antérieures du Comité concernant la fixation des LMR pour les produits transformés ou prêts à la consommation. Le document fait remarquer que, depuis 1981, cette question a été examinée à plusieurs reprises par le CCPR et la JMPR et que l'élaboration de ces LMR présentait certaines incohérences.

207. Lors de l'examen des conclusions du document, le Comité a débattu en détail le premier point rapportant la décision prise par le présent Comité, à sa douzième session, à savoir que « les LMR pour les produits agricoles bruts s'appliquaient à tous les produits transformés destinés à l'alimentation humaine ou animale dérivés de ceux-ci, à moins qu'il n'existe des LMR distinctes supérieures pour des produits de base spécifiques ».

208. Certaines délégations ont soutenu cette approche, faisant remarquer que la protection du consommateur était couverte de façon adéquate par les calculs de l'apport par le régime alimentaire et qu'il n'y avait pas besoin de LMR spécifiques pour les produits alimentaires transformés à moins qu'il n'y ait concentration des résidus pendant la transformation. D'autres délégations estimaient qu'il était important d'élaborer des LMR pour les produits alimentaires transformés qu'il y ait ou non concentration des résidus, et ceci afin de faciliter la mise en application des BPA et de reconnaître que certains produits de base sont généralement commercialisés ou consommés uniquement après transformation. Il a également été signalé qu'il fallait tenir compte des différences entre les applications de pesticides avant et après la récolte.

209. D'autres points soulevés dans les débats incluaient la possibilité d'utilisation de différentes méthodes de traitement pouvant résulter en des quantités de résidus différentes, et que les BPA pouvaient être différentes selon que les produits agricoles sont cultivés pour la transformation ou pour la consommation directe. Il a également été suggéré qu'une méthode générale sur la façon d'appliquer les LMR des produits agricoles bruts aux produits transformés qui en dérivent, comme c'est le cas dans la législation de l'UE, couvrirait tous les cas et serait plus efficace que la détermination cas par cas des LMR pour des produits transformés.

210. Après d'autres discussions, le Comité est convenu d'inviter la délégation des États-Unis à remanier le document concernant la politique à suivre pour la fixation des LMR pour les produits alimentaires transformés en fonction de la discussion ci-dessus et ce avec l'assistance de la délégation néerlandaise.

SUPPRESSION D'UNE TACHE ACCESSOIRE DU PROGRAMME DE TRAVAIL DE LA JMPR (Point 18 de l'ordre du jour)³⁰

210. En l'absence de la délégation des États-Unis, le président a présenté le document préparé par le gouvernement des États-Unis pour aborder certaines des questions liées à l'excessive charge de travail de la JMPR. Le document rappelle que la *Révision des procédures de travail de la JMPR*³¹ examinée par le Comité à sa dernière session suggère que certaines des données exigées pour la JMPR sont inutiles, y compris les informations sur le destin des pesticides dans l'environnement. Compte tenu de cette suggestion, les États Unis ont proposé que le CCPR envisage de conseiller à la JMPR de restreindre l'examen concernant le destin des pesticides dans l'environnement aux domaines se rapportant spécifiquement à l'estimation de l'exposition d'origine alimentaire et à l'estimation des LMR.

211. Certaines délégations ont appuyé la proposition parce qu'elle permet de rationaliser le travail de la JMPR. D'autres délégations, tout en reconnaissant la nécessité de réduire la charge de travail de la JMPR, ont fait remarquer que certaines informations sur le destin des pesticides dans l'environnement

²⁹ CX/PR 03/17, CRD 3 (observations de l'Australie)

³⁰ CX/PR 03/18

³¹ CX/PR 02/12

sont pertinentes pour la rotation des cultures et pour la fixation des LMRE le cas échéant. Ces informations constituent également une référence importante pour les gouvernements, en particulier pour les pays qui ne peuvent pas réaliser de telles études au niveau national.

212. Le Comité a noté que l'examen du destin des pesticides dans l'environnement fait partie des termes de référence de la JMPR et que pour leur amendement nécessite l'examen du Conseil de la FAO. Le Comité est convenu que la JMPR devrait continuer à tenir compte du destin des pesticides dans l'environnement, mais devrait se concentrer sur les aspects qui sont les plus pertinents pour la fixation des LMR et que les exigences actuelles en matière de données seraient révisées en conséquence.

213. Le Cosecrétaire FAO de la JMPR a informé le Comité que la JMPR reverrait les dispositions du chapitre 3 du *Manuel de la FAO sur la soumission et l'évaluation des concentrations de résidus de pesticides dans les aliments destinés à l'alimentation humaine ou animale* à la décision ci-dessus.

AUTRES QUESTIONS ET TRAVAUX FUTURS (Point 14 de l'ordre du jour)

Exigences minimales concernant les données

214. L'observateur de la Communauté européenne a informé le Comité que les rapports de l'atelier CE/OCDE sur les exigences minimales concernant les données pour les limites maximales de résidus et du groupe directeur OCDE/FAO sur la division en zone climatique étaient disponibles sur le site web OCDE/FAO et a proposé qu'il y ait un suivi sur ces questions importantes.

215. Le représentant de la FAO a informé le Comité qu'il avait été proposé que la FAO engage un consultant, sous réserve de fonds disponibles, qui serait chargé de réviser les rapports et d'identifier les questions telles que le nombre minimum d'essais, l'extrapolation entre les cultures et les études de transformation, pour lesquelles il n'y a pas eu d'accord international et de préparer un document pour examen par le Comité à sa prochaine session.

AVE ATQUE VALE

216. Le Comité a noté le prochain départ à la retraite de M. Bernard Declerq (France) et de M. Angel Yagüe Martínez de Tejada (Espagne). Il a exprimé sa plus chaleureuse appréciation pour l'excellente contribution que M. Declerq et M. J. Angel Yagüe ont faite au travail du Comité au fil de nombreuses années. Il leur a ensuite exprimé ses meilleurs vœux de bonne santé et souhaité bonne chance pour leur vie future.

DATE ET LIEU DE LA PROCHAINE SESSION (Point 15 de l'ordre du jour)

217. Le Comité a été informé que l'Inde a invité le Comité à tenir sa trente-sixième session en Inde du 19 au 24 avril 2004, sous réserve de confirmation de la part du gouvernement du pays d'accueil et du secrétariat du Codex.

ÉTATS D'AVANCEMENT DES TRAVAUX

Objet	Étape	Suite à donner par	Document de référence ALINORM 03/24A
Projet de révision des directives sur les bonnes pratiques de laboratoire en matière d'analyse de résidus	8	Vingt-sixième session de la Commission du Codex Alimentarius	Par. 163, Annexe II
Projets et projets révisés de LMR	8	Vingt-sixième session de la Commission du Codex Alimentarius	Par. 51 – 155, Annexe III
Projets et projets révisés de LMR	5/8	Vingt-sixième session de la Commission du Codex Alimentarius	Par. 51-155, Annexe IV
Avant-projets de LMR	5	Vingt-sixième session de la Commission du Codex Alimentarius	Par. 51-155 Annexe V
Limites maximales de résidus Codex dont la révocation est recommandée		Vingt-sixième session de la Commission du Codex Alimentarius	Par. 51-155 Annexe VI
Projets et Avant-projets de LMR	6 / 3	Gouvernements, 36ème session CCPR	Par. 51 - 155, Annexe VII
Nouvelle activité:			
Liste des pesticides à évaluer en priorité (nouveaux pesticides et pesticides faisant l'objet d'un examen périodique)	1	Vingt-sixième session de la Commission du Codex Alimentarius, Gouvernements, Australie, 36ème session CCPR	Par. 166, Annexe VIII
Avant-projet de directives sur l'utilisation de la spectrométrie de masse pour l'identification, la confirmation et la détermination quantitative des résidus	1/2/3	Vingt-sixième session de la Commission du Codex Alimentarius, Centre formation et référence FAO/AIEA ³² , Gouvernements, 36ème session CCPR	Par. 152
Examen périodique des textes en vigueur concernant les méthodes d'analyse et d'échantillonnage des résidus aux fins de conformité avec les LMR	1/2/3	Vingt-sixième session de la Commission du Codex Alimentarius, Gouvernements, 36ème session CCPR	Par. 153
Avant-projet de directives sur l'estimation du degré d'incertitude des résultats	1/2/3	Vingt-sixième session de la Commission du Codex Alimentarius, FAO/AIEA, Gouvernements, 36ème session CCPR	Par. 156
Projet de révision des critères relatifs à l'établissement des priorités pour les substances chimiques dont l'évaluation est demandée à la JMPR		Vingt-sixième session de la Commission du Codex Alimentarius, Secrétariat du Codex, Gouvernements, 36ème session CCPR	Par. 173, Annexe IX
Documents de travail:			
Politiques d'analyse des risques utilisées pour établir les LMR Codex		Président, 36ème session CCPR	Par. 144

³² Australie, Belgique, Danemark, Pays-Bas, et Royaume-Uni.

Objet	Étape	Suite à donner par	Document de référence ALINORM 03/24A
Estimation de l'incertitude des mesures		FAO/AIEA	Par. 166
Projet pilote sur l'examen de l'utilisation des LMR nationales en tant que LMR Codex provisoires pour des pesticides de remplacement plus sûrs		Vingt-sixième session de la Commission du Codex Alimentarius, États-Unis ³³ , 36ème session CCPR	Par. 186
Élaboration de LMR pour les épices		Afrique du Sud ³⁴	Par. 209
Révision de la Classification Codex des produits destinés à l'alimentation humaine et animale		Pays-Bas ³⁵ , 36ème session CCPR	Par. 205
Établissement de limites maximales pour les produits transformés ou prêts à la consommation destinés à l'alimentation humaine ou animale		États-Unis, Pays-Bas	Par. 210

³³ Afrique du Sud, Argentine, Australie, Canada, Chili, Égypte, France, Nouvelle-Zélande, Pays-Bas, Soudan, Communauté européenne, Secrétariat JMPR, Consumers International et CropLife International.

³⁴ Afrique du Sud, Inde, Pays-Bas et IOSTA.

³⁵ Allemagne, Australie, Canada, Japon, Nouvelle-Zélande, Suède, Secrétariat Codex et OMS.

**LIST OF PARTICIPANTS
LISTE DES PARTICIPANTS
LISTA DE PARTICIPANTES**

ANNEXE I

**Chairman of the Session
Président de la Session
Président de la Reunión**

Dr Hans JEURING

Inspectorate for Health Protection and
Veterinary Public Health
Ministry of Health, Welfare and Sport
PO Box 16108
2500 BC Den Haag
Tel.: +31 70 340 5585
Fax: +31 70 340 5435
E-mail: hans.jeuring@kvw.nl

**ALGERIA
ALGÉRIE
ARGELIA**

Mrs Farida ABDA

Responsable du Bureau des Homologations
Ministère de l'Agriculture et du Développement Rural
12 Boulevard. Colonel Amiroiche
Alger
Algerie
Tel.: 021-71-17-12/213-21-71-17-12
Fax: 021-42-93-49/213-21-42-93-49

**ARGENTINA
ARGENTINE**

Ms S.A. Raiola

Counsellor
Embassy of Argentina
Javastraat 20
2085 AN DEN HAAG
Tel.: +31 (0)70 3654836
Fax:
E-mail: sar@mrecic.gov.ar

**AUSTRIA
AUSTRICHE**

Mrs Dipl.Ing. Hermine REICH

Australian Agency for Health and Food Safety
Spargelfeldstrasse 19
1226 Vienna
Tel.: +43 1 73216 5130
Fax: +43 1 73216 5194
E-mail : hermine.reich@lwwie.ages.at

**AUSTRALIA
AUSTRALIE**

Dr Angelo VALOIS

Manager - Technical and International Policy
Department of Agriculture, Fisheries and
Forestry – Australia
Product Integrity, Animal and Plant Health
Group
GPO Box 858
CANBERRA ACT 2601
Tel.: +61 2 6272 5566
Fax: +61 2 6272 5697
Email: angelo.valois@affa.gov.au

Mr Ian REICHSTEIN

Manager – Plant Programs
National Residue Survey
Product Integrity, Animal and Plant Health
Group
Department of Agriculture, Fisheries and
Forestry - Australia
GPO Box 858
CANBERRA ACT 2601
Tel.: +61 2 6271 6642
Fax: +61 2 6272 4023
Email: ian.reichstein@affa.gov.au

Mr Steve CROSSLEY

Food Standards Australia New Zealand
Food Monitoring and Evaluation
PO Box 7186
CANBERRA BC ACT 2601
Tel.: +61 2 6271 2624
Fax: +61 2 6272 2278
Email:
steve.crossley@foodstandards.gov.au

Dr Trevor DOUST

Program Manager
Chemistry and Residues
Australian Pesticides & Veterinary Medicines Authority
PO Box E 240
KINGSTON ACT 2604
Tel.: +61 2 6272 3208
Fax: +61 2 6272 3551
Email: Trevor.doust@avpma.gov.au

Mr Graham ROBERTS

Representatives of States and Territories
4 Allipol Court
BRIAR HILL Vic. 3088
Australia
Tel. : +61 3 94350863
E-mail : grarob@bigpond.net.au

Dr Pieter SCHEELINGS

Queensland Health Scientific Services
39 Kessels Road
COOPERS PLAINS QUEENSLAND 4108
Tel.: +61 7 3274 9095
Fax: +61 7 3274 9816
Email: pieter_scheelings@health.qld.gov.au

Mr Bill MURRAY

Grains Research and Development Corporation
22 Thornley Close
FERNTREE GULLY VICTORIA 3156
Tel.: +61 3 9763 8696
Email: murraywj@alphalink.com.au

**BELGIUM
BELGIQUE
BÉLGICA**

Mrs Ir. Samira JARRAH

Service Public Federal Sante Publique
Securite de la Chaine Alimentaire et Environnement
Direction générale Animaux, Végétaux et Alimentation
Division Matières premières et Protection des végétaux
Quartier Arcades – 5ème étage
Boulevard Pachéco 19bte 5
1010 Bruxelles
Belgium
Tel.: +02 210 5123
Fax: +02 2105115
E-mail: samira.jarrah@health.fgov.be

Ir Olivier PIGEON

Ministère de la Région Wallonne
Centre de Recherches Agronomiques
Département Phytopharmacie
Rue du Bordia 11
B-5030 Gembloux
Tel.: +32 81 625262
Fax: +32 81 62 52 72
E-mail: pigeon@era.wallonie.be

Mr Alain LACROIX

AFSCA Agence Fédérale pour la Sécurité de la
chaîne alimentaire
Boulevard Simone Bolivar, 30
WTC III- 8eure étage Tel. :+ 02
2088033
1000 Bruxelles - Belgium
Fax : 020208 3866
E-mail : Alain.lacroix@afsce.fed.be

**BRAZIL
BRÉSIL
BRASIL**

Mr Arlindo BONIFÁCIO

Ministry of Agriculture
Esplanada dos Ministerios-Bloco D
Anexo A-3º Andar Sala 343
CEP-70.043-900 Brasilia / DF
Brazil
Tel.: + 55 61 218 2445
Fax: + 55 61 225 5341
E-mail: arlindo@agricultura.gov.br

Mrs Heloisa Helena Barretto de TOLEDO

Chemist
Head of Department of Pesticide Residues
Instituto Adolfo Lutz
Av. Dr. Arnaldo 355
01246-902- Sao Paulo – SP
Brazil
Tel.: +55 11 30682945
Fax: +55 11 30641527
E-mail: hetoledo@hotmail.com

Mr Lucas MEDEIROS DANTAS

(GERENCIA GERAL DE ALIMENTOS)
ANVISA/MS
SEPN, Q, 515, Bloco B
Ed.Ômega, 3 Andar
CEP: 70.770-502 Brasilia- DF
Brazil
Tel.: +55 61 4481116
Fax: +55 61 4481080
E-mail: lucas.medeiros@anvisa.gov.br

Luiz Claudio MEIRELLES

Gerente Geral de Toxicologia
ANVISA/MS
SEPN, Q, 515, Bloco B
Ed.Ômega, 3 Andar
CEP: 70.770-502 Brasilia- DF
Brazil
Tel.: +55 61 4481082
Fax: +55 61 4481076
E-mail: luiz.claudio@anvisa.gov.br

Mr Guilherme Luiz GUIMARAES
Especialista em Regulamentação e Registro
SINDAG
Av. Irai 393
11 Andar cj 114 – moema/sp
Brazil
Tel.: +55 11 55432168
Fax: +55 11 50967333
E-mail: glguimaraes@dow.com

BULGARIA
BULGARIE

Mrs Selver YUMER
Senior Expert
Human Rights and Internaional Humanitarian Organization
Ministry of Foreign Affairs
2, Al. Zhendov Street
1040 Sofia
Tel.: +359 2948 2482
Fax: +359 2 971 2434
Email: syumer@mfa.government.bg

CANADA

Dr Ariff ALLY
Section Head, FREAS
Health Evaluation Division
Pest Management Regulatory Agency
Health Canada
Sir Charles Tupper Building
2270 Riverside Drive(6605E)
Ottawa, Notario
K1A 0K9
Tel.: +1 613 736-3549
Fax: +1 613 736-3509
E-mail: ariff_ally@hc-sc.gc.ca

Ms Donna J. GRANT
Chemist, Pesticide Residues
Calgary Laboratory
Canadian Food Inspection Agency
CFIA – Calgary Laboratory
3650 – 36 St., N.W.
Calgary, Alberta
T2L 2L1
Tel.: +403 2997636
Fax: +403 2213293
E-mail: grantd@inspection.gc.ca

CHILE
CHILI

Mr Arturo C. CORREA BRIONES
Jefe Subdepartamento de Plaguicidas Y
Fertilizantes, Ministerio de Agricultura
Dirección Avenida Bulnes N° 140
Tercer Piso 8
Santiago
Tel.: +56 2 6950805
Fax: + 56 2 6879607
E-mail: arturo.correa@sag.gob.cl

Dr Roberto H. GONZALEZ
Académico
Consultor y Asesor
Universidad de Chile
Facultad de Ciencias Agronómicas
Casilla 1004
Santiago
Chile
Tel : + 56-2 6785714-6785715
Fax : + 56-2 6785812
E-mail : rgonzale@uchile.cl

Mrs Maria Elvira LERMANA
Gerente General
Asociación Nacional de Fabricantes e
importadores de Productos
Fit osanitarios Agrícolas A.G.
Félix de Amesti 124 Of. 32 Las Condes
Tel.: +562 2066792
Fax: + 256 2079286
E-mail: info@afipa.cl

CHINA
CHINE

Mr He YIBING, Ph.D
Deputy Director
Pesticide Residue Division
Ínstitute for the Control of Agrochemicals,
inistry of Agriculture (ICAMA)
Building 22, Maizidian Street
Chaoyang District
Beijing 100026
P.R. China
Tel: + 86 10 65936997, 64194106
Fax: + 86 10 64194107
E-mail: heyibing@agri.gov.cn

Mr Wang HAI
Engineer
Master
Quality Control
Inspection Center for Domestic Animal Products
Ministry of Agriculture
P.R. China
Tel: +86 (0)10 64194683 / 64194713
Fax : +86 (0)10 64194681
E-mail: znlxywanghai@sina.com

Mr LEE CHUNG PUI
Senior Superintendent
Food and Environmental Hygiene
Department of Hong Kong
P.R. China
Tel: (852) 28675566
Fax : (852) 25214784
E-mail: cplee@fehd.gov.hk

Mrs Bo LI

Shanghai Entry-Exit Inspection and quarantine Bureau
1208 Minsheng Road
Pudong New Area Shanghai
P.R. CHINA
Tel: 021-68563030-15121
Fax : 021-68564058
E-mail: lib@shciq.gov.cn

Mrs Wen XIE

Wen San Road No. 2
Zhejiang Entry-Exit Inspection and quarantine Bureau
Hang Zhou City
P.R. CHINA
Tel: +76 0571-88381111-62008
Fax : +76 0571-88381807
E-mail: wen_xie@hotmail.com

COLOMBIA

COLOMBIE

Mrs Ana J. TORRADO

Corrdinadora Grupo
Inocuidad Cadenas Agroalimentarias Agrícolas
Instituto Colombiano Agropecuario – ICA
Calle 37 No.8-43-4° Piso
A.A. 151123
Bogotá
Colombia
Tel. : + 571 4227364
Fax : + 571 4227363
E-mail : proyectosagricolas@ica.gov.co

CZECH REPUBLIC

RÉPUBLIQUE TCHÈQUE

REPÚBLICA CHECA

Mrs Helena MALOŇOVÁ

Head of Division for Pesticide
National Institute of Public Health
Srobárova 48
100 42 PRAHA 10
Tel.: +420 2 6708 2377
Fax: +420 2 6731 0291
E-mail: pribylova@mze.cz

DENMARK

DANEMARK

DINAMARCA

Mr Arne BÜCHERT

Deputy Head of Division, MSc
Danish Veterinary and Food Administration
Mørkhøj Bygade 19
DK-2860 Søborg
Tel: +45 339 56461
Fax: +45 339 56001
E-mail: ab@fdir.dk

EGYPT

EGYPTE

EGIPTO

Dr Mohamed Hassan Al-Elimi

Director of the Central Laboratory of
Residue Analysis of Pesticides and
Heavy Metals in Food
Ministry of Agriculture
Agriculture Research Center
7 Nadi El-Said St.
Dokki, Giza
Egypt
Tel: + 202 7601395
Fax: + 202 7611216
E-mail: alelimi@hotmail.com

FINLAND

FINLANDE

FINLANDIA

Mr Hans BLOMQVIST

Head of Division
Plant Production Inspection Centre
Pesticide Division
P.O. Box 42
00501 Helsinki
Tel.: + 358 9 57652770
Fax: + 358 9 57652780
E-mail: hans.blomqvist@kttk.fi

Ms Arja KAIPONEN

Senior Adviser
National Food Agency
P.O. Box 28
00581 Helsinki
Finland
Tel.: +358 9 393 1529
Fax: +358 9 393 1592

Mr Pekka RAVIO

Chemist
Customs Laboratory
P.O. Box 53
02151 Espoo
Finland
Tel.: +358 9 614 3276
Fax: +358 9 463 383

FRANCE

FRANCIA

Mr Bernard DECLERCQ

Ministère de l'Economie des Finances et de
l'Industrie
Laboratoire interrégional de la DGCCRF
23, Avenue de la République
91305 MASSY CEDEX
Tel.: +33 1 6953 8750
Fax: +33 1 6953 8725
E-mail:
Bernard.declercq@dgccrf.finances.gouv.fr

Mr Jean-Pierre CUGIER

Ministère de l'Agriculture, de la Pêche et de
l'Alimentation et des Affaires Rurales.
DGAL/SDPV
INRA/GRAPPA
Domaine Saint Paul
Site Agroparc
84914 AVIGNON CEDEX 9
Tel.: +33 432 72 2197
Fax: +33 4 9089 6905
E-mail: cugier@avignon.inra.fr

Mr Pascal AUDEBERT

SGCI
Secteur AGRAP/CODEX
Carré Austerlitz
2, Boulevard Diderot
75572 Paris Cedex 12
Tel.: +33 01 44 87 1603
Fax: +33 01 44 87 16 04
E-mail: pascal.audebert@sgci.finances.gouv.fr
Sgci-codex-fr@sgci.finances.gouv.fr

GERMANY

ALLEMAGNE

ALEMANIA

Dr Wilhelm VON DER HUDE

Wissenschaftlicher Oberrat
Bundesministerium für Verbraucherschutz,
Ernährung und Landwirtschaft
Rochusstrasse 1
D-53123 Bonn
Tel.: +49 1888 529 4661
Fax: +49 1888 529 4943
E-mail: Wilhelm.vonderHude@BMVEL.bund.de

Ms Anja FRIEL

Wissenschaftliche Angestellte
Bundesinstitut für Risikobewertung
Und Veterinärmedizin
Postfach 331013
D-14191 Berlin
Tel.: +49 1888 412 3653
Fax: +49 1888 412 3894
E-mail: a.friel@bfr.bund.de

Dr Ursula BANASIAK

Wissenschaftliche Direktorin
Bundesamt für Verbraucherschutz und Lebensmittelsicherheit
Abteilung 2 "Pflanzenschutzmittel"
Stahnsdorfer Damm 81
D-14532 Kleinmachnow
Tel.: +49 33203 338
Fax: +49 33203 48425
E-mail: u.banasiak@bvl.bund.de

Dr Karsten HOHGARDT

Wissenschaftlicher Direktor
Bundesamt für Verbraucherschutz
und
Lebensmittelsicherheit
Abteilung 2
"Pflanzenschutzmittel"
Referat 223 – Gesundheit
D-38104 Braunschweig
Tel.: +49 531 2993503
Fax: +49 531 2993004
E-mail: K.Hohgardt@bvl.bund.de

Mrs Nadja LOOSER

Dipl. Lebensmittelchemikerin
Chemisches und Veterinäruntersuchungsamt
tuttgart
Postfach 1206
70702 Felbach
Tel.: +49 711 957 1125
Fax: +49 711 588176
E-mail: Poststelle@CVUAS.BWL.de
Nadja.looser@cvuas.bwl.de

Dr Otto KLEIN

Bayer CropScience
Development
Global Regulatory Affairs
Landwirtschaftszentrum Monheim
D-51368 Leverkusen
Tel.: +49 2173 383463
Fax: +49 2173 383516
E-mail: otto.klein.ok@bayercropscience.com

Dr Henning H. REGENSTEIN

BASF Aktiengesellschaft
Agricultural Center Limburgerhof
APD/RC
Carl Bosch Strasse 64
D-67117 Limburgerhof
Tel.: +49 621 602 7413
Fax: +49 621 602 7604
E-mail: henning.regenstein@basf-ag.de

Mr Gerhard WEBER

Fachverband der Gewürzindustrie e.V.
Reuterstrasse 151
53113 Bonn
Tel.: +49 228 216162
Fax: +49 228 229460
E-mail: weber.verbaende@t-online.de

**GREECE
GRÈCE
GRECIA**

Dr Helen BOTITSI

Chemist
Pesticide Residue Laboratory
General Chemical State Laboratory
An. Tsoha 16
Athens
Greece
Tel.: +30 210 64 79 251
Fax: +30 210 64 25 313
E-mail: gk-foodiv@ath.forthnet.gr

Mrs Dr. C. LENTZA-RISOS

Greek Ministry of Agriculture
Researcher of National Agricultural Research
Foundation (NAGREF)
Pesticide Residue Laboratory
1 S. Venizelou str. 14123
Lycovrisi GREECE
E-mail: rizos.chaido@ntks.ontsz.hu

Mr Kafritsas THEOFANIS

Hellenic Republic
Ministry of Plant Produce Protection
Section of Pesticides
3-5 Ippocratous str.101 64,
Athens GREECE
Fax : +30 210 3617103
E-mail : t.kafritsas@minagr.gr

**HUNGARY
HONGRIE
HUNGRÍA**

Dr Katalin MATYASOVSKY

Head of the Pesticide Residue Department
National Institute for Food-Hygiene and Nutrition
Gyali ut 3-a
1097 Budapest
Tel.: +36 1 215 4130
Fax: +36 1 215 1545

Dr László GYÖRFI

Head of Chemistry Department
Plant Protection and Soil Conservation Central
Budaörsi út 141-145
H-1118 Budapest
Tel.: +36 1 309 1020
Fax: +36 1 1246 2960 / +36 1 246 2956
E-mail: novved@bendeguz.elender.hu

**ICELAND
ISLANDE
ISLANDIA**

Mrs Sesselja Maria

**SVEINSDOTTIR, B.Sc. Food
Scientist**
Environment and Food Agency of
Iceland
Division of Food
Suðurlandsbraut 24
108 Reykjavik
Iceland
Tel.: +354 591 2000
Fax: +354 591 2010
E-mail: sesselja@ust.is

**INDIA
INDE**

Mr K. Ramakrishna MENON
Scientist
Spices Board,
Sugandha Bhavan
NH Bye pass.
P.O.B. No.2277
Palari vattom
Cochin-682 025
India
Tel:+91484 333610-616
Fax: +91484331429
E-mail: spicesboard@vsnl.com

Dr C.J. JOSE

Chairman
Spices Board
Sugandha Bhavan
NH Bye pass.
P.O.B. No.2277
Palari vattom
Cochin-682 025
India
Tel:+91484 333610-616
Fax: +91484331429
E-mail: spicesboard@vsnl.com

Mr Prem NARAIN

JOINT SECRETARY
Government of India
Ministry of Agriculture
(Department of Agriculture & cooperation)
Krishi Bhavan,
New Delhi – 110001
Tel: 3385093
E-mail: pnarain@krishi.delhi.nic.in

**INDONESIA
INDONÉSIE**

Mr Syukur IWANTORO

Head of Central Standardization and Accreditation
Department of Agriculture
Tel.: 0622178842042 Ex. 115
Fax: 0622178842042 Ex. 116
E-mail: syukur@deptan.go.id

Dr Andryono KILAT

Agriculture Councillor
Indonesian Mission to EC
Boulevard de la Woluwe 38
Brussels 1200
Belgium
Tel: +32 2 779 0915
Fax: +32 2 772 8190
E-mail: attani@primebxl.be

Mr Fredrik KAMBU

Embassy of the Republic of Indonesia
The Hague
The Netherlands
Tel.: +31 (0)70 3108127
Fax: +31 (0)70 3643331
E-mail: yaharoh@yahoo.com

Mr A.F. I. LEBELAUW

Embassy of the Republic of Indonesia
The Hague
The Netherlands
Tel.: +31 (0)70 3108117
Fax: +31 (0)70 3643331
E-mail: lebelauw@diplomats.com

**IRAN, THE ISLAMIC REPUBLIC OF
IRAN, RÉPUBLIQUE ISLAMIQUE DE
IRÁN, REPÚBLICA ISLÁMICA DEL**

Dr Ghollamabbas ABDOLLAHI

Head
Plant, Pests and Diseases Research Institute
Chamran Highway, Tabnak Ave. 1
PO Box 1454
Tehran
Iran
Tel.: +9821 2401242
Fax: +9821 2403891

Dr Bahram TAFAGHODINIA

Iranian Research Organisation For Science and
echnology
Agricultural Research Center Engelab Ave.
Forsat Street
Teheran
Iran
Tel.: +9821 8838337
E-mail: tafaghodi@irost.org

**IRELAND
IRLANDE
IRLANDA**

Dr John ACTON

Agricultural Inspector
Pesticide Control Service
Department of Agriculture and Food
Abbotstown
Castleknock
Dublin 15
Tel.: +353 1 607 2609
Fax: +353 1 820 4260
E-mail: john.acton@agriculture.gov.ie

ISRAEL

Ms Rina ASHKENAZY

Head of Chemistry Department
Pesticides and Animal Feed
Plant Protection and Inspection Services
Ministry of Agriculture
P.O Box 78
Bet-Dagan, 50250
Tel.: +972 3 968 1562
Fax: +972 3 968 1582
E-mail: rinaa@moag.gov.il

ITALY

ITALIE

ITALIA

Mr Ciro IMPAGNATIELLO

Ministero delle Politiche Agricole e Forestali
VIA XX Settembre 20
00187 Roma
Tel.: +39 06 46656510-46656511
Fax: +39 06 4880273
E-mail: blturco@tiscalinet.it

JAMAICA

JAMAÏQUE

Mrs H.M. CHIN SUE

Registrar Pesticides Control Authority
Ministry of Health
Oceana Hotel
2-4 King Street
Kingston
Jamaica
Tel : (876) 9671281
Fax : (876)9671285
E-mail : chinsue@caribpesticides.net

**JAPAN
JAPON
JAPÓN**

Mr Takahiro INOUE

Chief Officer
Standards Division, Department of Food Safety
Pharmaceutical and Food Safety Bureau
Ministry of Health, Labour and Welfare
1-2-2, Kasumigaseki Chiyoda-ku
Tokyo, 100-8916
Japan
Tel.: +81 3 35952341
Fax: +81 3 35014868
E-mail: inoue-takahiroxx@mhlw.go.jp

Dr Yukiko YAMADA

Director for International Affairs (Food
Research)
Planning and Coordination Division
National Food Research Institute
2-1-12 Kannondai
Tsukuba 305-8642
Japan
Tel.: +81 298388017
Fax: +81 298388005
E-mail: yukiko.yamada@affrc.go.jp

Dr Yashuhiro KATO

Director of Chemistry
The Institute of Environmental Toxicology
4321 Uchimoriya-cho, Mitsukaido-shi
Ibaraki 303-0043
Japan
Tel.: +81 297 27 4510
Fax: +81 297 27 4517
E-mail: katoh@iet.or.jp

KENIA

Mr David Kipnetich KOECH

Senior Laboratory Analyst
Kebs Centre
PO Box 54974
Nairobi
Tel. :
Fax : +254 2 503293
E-mail: koechd@yahoo.com

**KOREA, REPUBLIC OF
CORÉE, RÉPUBLIQUE DE
COREA, REPUBÚBLICA DE**

D. BYUNG HUN SONG Ph.D.

Eds Research Team
National Institute of Agricultural
Science & Technology
Tel : 031-290-0503
Fax : 031-290-0521
E-mail : bhsong@rda.go.kr

Dr LEE CHANG-GYU

General Manager
Products Planning Team
Kyung Nong Corporation
20th FL. Mijing Plaza B/D 825
Yoksam-Dong, Kangnam-Gu
Seoul
KOREA
Tel : 3469-1345
Fax : 3469-1337
E-mail : cklee@dongoh.co.kr

Dr I.G. HWANG

Chief Research Officer
Pesticide Residues Division
Korea Food & Drug
Administration
5 Nokbun-dong, Eunpyung-gu
Seoul, 122-104
KOREA
Tel : +82 2 380 1675
Fax : +82 2 382-4882
E-mail : inghwang@kfda.go.kr

Dr KEE-SUNG KYUNG, Ph.D.

Chemist/Pesticide Residue Lab.
Pesticide Safety Division
Crop Protection Department
National Institute of Agricultural
Science and Technology
Rural Development
Administration
249, Seondun-dong, Kwonseon-
Ku
Suwon 441-707
KOREA
Tel : +82-31-290-0504
Fax : + 82-31-290-0521
E-mail : kskyung@rda.go.kr

Dr KANG-BONG LEE, Ph.D.

Researcher
Pesticide Residues Division
Korea Food & Drug
Administration
5 Nokbun-dong, Eunpyung-gu
Seoul, 122-704
KOREA
Tel : +82-2-380-1674~5
Fax : +82-2-382-4892
E-mail : lkb9703@kfda.go.kr

Mr S.M. BAE

Senior Researcher
Food Sanitation Council
Codex Office
Korea Food & Drugs
Administration
Nokbun-Dong Eunpyung-gu
Seoul 122-704
KOREA
Tel : 82 2 380 1558
Fax : 82 2 383 8321
E-mail : codexkorea@kfda.go.kr

Mr C.S. SEOK

Researcher, Residue Research
Control Research Institute
Kyung Zong Corporation
1512-Whang sung dong, Kyung-jusi, Kyung Puok
SOUTH KOREA
Tel : 8254 179 1052
E-mail : csseok@dongoh.co.kr

Mr KYUNG DOO KIM

1 Guachon Gyeongido
KOREA
E-mail : kz@maf.go.kr

LATVIA

Aija KAZOCINA

Senior Officer
Ministry of Agriculture
Republikas Laukums 2
Riga, LV-1981
LATVIA
Tel.: +371 7027022
Fax: +371 7027205
E-mail: Aija.kazocina@zm.gov.lv

Dace TETEROVSKA

Senior Officer
Plant Protection Products
Evaluation and Authorization
Division
Republikas Laukums 2
Riga, LV-1981
LATVIA
Tel.: +371 7027438
E-mail: dace.teterovska@vaad.gov.lv

MALAYSIA

MALAISIE

MALASIA

Ms Shamsiah MUHAMMAD

Director Pesticide Control Division
Department of Agriculture
Jalan Gallagher
50480 Kuala Lumpur
Malaysia
Tel : +603-2697 7220
Fax : +603-2697 7225
E-mail: shamsiah@doa.moa.my

Mr Ngoh Sum YEOH

Pesticide Control Division
Department of Agriculture
Jalan Gallagher
50480 Kuala Lumpur
Malaysia
Tel : +603-2697 7240
Fax : +603-2697 7225
E-mail: yeohns@doa.moa.my

Dr Ainie KUNTOM

Malaysian Palm Oil Board
Ministry of Primary Industries
6, Persiaran Institusi
Bandar Baru Bangi
43000 Bangi, Selangor
Malaysia
Tel : +603-89252789
Fax : +603-89259446
E-mail: ainie@mpob.gov.my

MOROCCO

MAROC

MARRUECOS

Mr Mekki CHOUBANI

Chef de la Division des Contrôles Techniques et
Phytosanitaires
Ministere de L'Agriculture, et Développement
Rural
DPVCTRF Station Dbagh
Avenue Hassan II Rabat – B.P. 1308
Morocco
Tel.: +212 37299931
Fax: +212 37297544
E-mail: choubani@smint.net.ma.
(choubani@smirt.net.ma.)

Mr Mostapha TARHY

Chef du Service Pesticides
Laboratoire Officiel d'Analyses et de
echerches Chimiques (LOARC)
Rue Nichakra Rahal nr.25
Casablanca
Morocco
Tel.: +212 22302196/98
Fax: +212 22301972
E-mail: loarc@casanet.net.ma.

Mr Mohamed BENZINE

Chef de la Division Laboratoire Produits
Etablissement Autonome de contrôle
Et de Coordination des Exportations.
72, Rue Mohamed Smiha
Casablanca
Morocco
Tel: +212 2 2.31.44.80/30.51.04
Fax: +212 2 2.30.25.67/30.51.68
E-mail : mbenzine@yahoo.com

NETHERLANDS

PAYS-BAS

PAISES BAJOS

Drs David G. KLOET

Residue Adviser
RIKILT (Wageningen UR)
P.O. Box 230
6700 AE Wageningen
Tel.: +31 317 475 562
Fax: +31 317 417 717
E-mail: david.kloet@wur.nl

Dr Bernadette OSSENDORP

National Institute of Public
Health and the Environment
P.O. Box 1
3720 BA Bilthoven
Tel.: +31 30 274 3970
Fax: +31 30 274 4475
E-mail: bernadette.ossendorp@rivm.nl

Dr Gijs KLETER

Senior Veterinary
Public Health Officer
Ministry of Health, Welfare and Sport
PO Box 16108
2500 BC THE HAGUE
Tel.: +31 70 3406933
Fax: +31 70 3405435
E-mail : gijs.kleter@kvw.nl

Mrs Ir. Erica MULLER

Plant Protection Expert
Ministry of Agriculture, Nature
Management and Fisheries
Plant Protection Service
P.O. Box 9102
6700 HC Wageningen
Tel.: +31 317 496 881
Fax: +31 317 421 701
E-mail: e.muller@pd.agro.nl

Dr Piet VAN ZOONEN

Head of Laboratory
National Institute of Public Health
and the Environment
P.O. Box 1
3720 BA Bilthoven
Tel.: +31 30 274 2876
Fax: +31 30 274 4424
E-mail: piet.van.zoonen@rivm.nl

Mrs ir Monique MELLEMA

Product Board for Horticulture
P.O. Box 280
2700 AG Zoetermeer
Tel.: +31 79 347 0707
Fax: +31 79 347 0404
E-mail: m.mellema@tuinbouw.nl

Dr Lindy MESSCHENDORP

CTB Board for the authorisation of pesticides
P.O.Box 217
6700 AE WAGENINGEN
Tel: +31 317 471833
Fax: +31 317 471899
E-mail: l.messchendorp@ctb.agro.nl

Dr Jan Hendrik KROOK

CTB Board for the Authorisation
of pesticides
P.O.Box 217
6700 AE WAGENINGEN
Tel:+31 317471870
Fax: +31 317471899
E-mail: j.h.krook@ctb.agro.nl

Dhr Henk VAN DER SCHEE

Senior Surveillance Officer
Inspectorate for Health Protection
Hoogte Kadijk 401
1018 BK AMSTERDAM
Tel : +31 20 5244600
Fax : +31 20 5244700
E-mail :
henk.van.der.schee@kvw.nl

Drs Paula VAN HOEVEN

Nat. Inst. of Public health and the
Environment
PO Box 1
3720 BA BILTHOVEN
Tel : +31 30 2743263
Fax : +31 30 2744475
E-mail :
paula.van.hoeven@rivm.nl

NEW ZEALAND

NOUVELLE-ZELANDE

NUEVA ZELANDIA

Mr David W. LUNN

Programme Manager (Residues Plant)
Dairy & Plants Products Group
P.O. Box 2835
Wellington
Tel.: +64 4 463 2510
Fax: +64 4 463 2675
E-mail: dave.lunn@nzfsa.govt.nz

NIGERIA

NIGERIA

NIGERIA

Mrs Ir. L.H. LOMBIN

Director of Research
National Veterinary research Institute
VOM-Plateau State
Federal Ministry of Agriculture & Rural
development
Tel : 08037150272
Fax : 073 280142

**NORWAY
NORVÈGE
NORUEGA**

Ms Cécile BLOM

Higher Executive Officer
Section for Food Additives and Contaminants
Department for Food Additives, Contaminants,
Food Labelling and Quality
Norwegian Food Control Authority
P.O. Box 8187 Dep
N-0034 Oslo
Norway
Tel.: +47 23217000
Fax: +47 23217001
E-mail: cbl@snt.no

Mr Børge HOLEN

Laboratory Manager
Norwegian Crop Research Institute
Pesticide Laboratory
Oslovn.1
N-1430 ÅS
Tel.: +47 64 949569
Fax: +47 64 95 9579
E-mail: borge.holen@planteforsk.no

PERU

**PERU
PERÚ**

Dr Fredy RIVERA CANALES

Asesor Técnico de Epidemiología Toxicología Ambiental
Ministerio de Salud
Dirección General de Salud Ambiental (DIGESA)
Las Amapolas 350 Lince
Tel. : +442 8353
E-mail : postmast@digesa.sld.pe

PHILIPPINES

Mr Noel SERVIGON

First Secretary and Cónsul
Philippine Embassy
Laan Copes van Cattenburch 125
2585 EZ The Hague
The Netherlands
Tel.: +31 70 3604820
Fax: +31 70 3560030
E-mail: nservigon@dfa.gov.ph

POLAND

**POLOGNE
POLONIA**

Ms Anna BIENIEK

Agricultural and Food Quality Inspection
30 Wispólna Street
00-930 Warsaw
Poland
Tel.: +4822 216421
Fax: +48226214858
E-mail : kodeks@uhgar-s.gov.pl

Ms Katarzyna GÓRALCZYK, Ph.D.

Head of Laboratory
National Institute of Hygiene
Chocimska str. 24
00-791 Warsaw
Tel.: +48 22 849 3332
Fax: +48 22 849 7441
E-mail: kgoralczyk@pzh.gov.pl

Ms Anna NOWACKA

Institute of Plant Protection
Head of Department of Pesticide Residue
Research
Miczurina str. 20
60-824 Poznan
Tel.: +48 61 86 49054
Fax: +48 61 86 76301
E-mail: a.nowacka@ior.poznan.pl

ROMANIA

ROUMANIE

RUMANIA

Mrs Serin AGIACAI

Pesticide Residue Laboratorium
Ministry of Agriculture, Food and Forest
Bvd. Ion Ionescu de la Brad no. 8
Bucharest
Romania
Tel.: +402 12317491
Fax: +402 12317492

SOUTH AFRICA

AFRIQUE DU SUD

SUDÁFRICA

Ms Neervana KHELAWANLALL

Technical Advisor
Department of Agriculture
Private Bag X343
0001 Pretoria
REPUBLIC OF SOUTH AFRICA
Tel.: +27 12 319 7301
Fax: +27 12 319 6764

SPAIN

ESPAGNE

ESPAÑA

Dr Santiago GUTIERREZ DEL ARROYO

Tecnico Superior de la Subdireccion General
de Seguridad Alimentaria
D.G. Salud Pública
Ministerio de Sanidad y Consumo
Paseo del Prado 18-20
28014 Madrid
Tel.: +34 91 596 1996
Fax: +34 91 596 4487
E-mail: sgutierrez@msc.es

Dr Angel YAGÜE MARTINEZ DE TEJADA

Jefe de Servicio de Residuos de Plaguicidas
S.G. Medios de Produccion Agrícolas DGA
Mº de Agricultura, Pesca y Alimentación
Av. Ciudad de Barcelona 118
28071-Madrid
Spain
Tel.: 34 91 347 8273
Fax: 34 51 347 8316
E-mail : mpaniagu@mapya.es

Dr Fernando VÁRES MEGINO

Jefe de Sección de Inspeccion
Sud. Gral. De Medios de Producción Agrícolas. GA
Mº de Agricultura, Pesca Y Alimentation
Av. Ciudad de Barcelona 118
28071-Madrid
Spain
Tel.: 34 91 347 4088
Fax: 34 91 347 8316
E-mail : jvaresme@mapya.es

Dr Enrique CELMA

AEPLA
Director De Asuntos Publicos Y Reglamentarios
Syngenta Agro, S.A.
Ribera del Loira 8-10
28042 Madrid
Spain
Tel.: +34 91 3876410
Fax: +34 91 7350180
E-mail: enrique.celma@syngenta.com

SWEDEN

SUÈDE

SUECIA

Dr David CARLANDER

Food Division
Ministry of Agriculture, Food and Fisheries
SE-103 33 Stockholm
SWEDEN
Tel:+46 8 405 2134
Fax:+ 46 8 206496
Mobile:+ 46 70 205 6859
E-mail: david.carlander@agriculture.ministry.se

Mr Arne ANDERSSON

Chief Government Inspector
National Food Administration
P.O. Box 622
SE-751 26 Uppsala
Tel.: +46 18 175500
Fax: +46 18 105848
E-mail: livsmedelsverket@slv.se

Mrs Ingegärd BERGMAN

Principal Administrative Officer
National Food Administration
P.O. Box 622
SE -751 26 Uppsala
Tel.: +46 18 175500
Fax: +46 18 105848
E-mail: livsmedelsverket@slv.se

SWITZERLAND

SUISSE

SUIZA

Dr Claude WÜTHRICH

Head of Section
Federal Office of Public Health,
Division of Food Science
Schwarzenburgstrasse 165
CH-3003 Bern
Tel.: +41 31 322 95 69
Fax: +41 31 322 95 74
E-mail: claude.wuethrich@bag.admin.ch

Dr Werner KOBEL

Swiss Society of Chemical Industry
c/o Syngenta Crop Protection AG
R1058-7.48
Postfach
CH-4002 Basel
Tel.: +41 61 323 6239
Fax: +41 61 323 5334
E-mail: werner.kobel@syngenta.com

Dr Richard STADLER

Nestec ltd
Vers-chez-les-Blanc
1000 Lausanne 26
Tel.: +41 21 785 8360
Fax: +41 21 785 8553
E-mail: richard.stadler@rdls.nestle.com

TANZANIA

Mr Habib Salum MKALANGA

Head of Government Delegation
Senior Scientific Officer
Tanzania Pesticides Research Institute
PO Box 3024 Arusha
Tanzania
Fax:+255 27 2508217

THAILAND

THAILANDE

TAILANDIA

Dr Nuansri TAYAPUTCH

Director
Division of Agricultural Toxic Substances
Department of Agriculture
Bangkok 10900
Thailand
Tel.: +66 2 5793 579, 66 2 9405390
Fax: +66 2 5614 695
E-mail: nuantaya@doa.go.th

Mrs Nitaya VEERAKUL
Senior Scientist
Division of Agricultural Toxic
Substances
Department of Agriculture
Bangkok 10900
Thailand
Tel.: +66 25743577
Fax: +66 25614695
E-mail: veer@doa.go.th

Mr Pisan PONGSAPITCH
Standards Officer
National Codex Contact Point
Office of Commodity and System Standards
National Bureau of Agricultural Commodity and Food Standards
Ministry of Agriculture and Cooperatives
Ragatamnern NOK Avenue
Bangkok 10200
Thailand
Tel.: +66 2 2803905
Fax: +66 2 2801542
E-mail: pisanp@yahoo.com

Mr Athi PUNPLENG
Senior Subject Matter Specialist
Bureau of Agricultural Product Quality Development
Department of Agricultural Extension
Bangkok 10900
Thailand
Tel.: +662 9551514
Fax: +662 9551515
E-mail: punpleng@yahoo.com

Ms Monthicha SANPA ASA
Standards Officer
National Codex Contact Point
Office of Commodity and System Standards
National Bureau of Agricultural Commodity and Food Standards
Ministry of Agriculture and Cooperatives
Ragatamnern NOK Avenue
Bangkok 10200
Thailand
Tel.: +66 2 2803905
Fax: +66 2 2801542
E-mail: m_toom7242@yahoo.com

Ms. Ponthip MEESAT
Manager of Food Processing Industry Club
The Federation of Thai Industries

TUNISIA
TUNISIE
TÚNEZ
Mr Hammadi DEKHIL
Chief engineer
Agence Nationale de Contrôle
Sanitaire et Environmental des Produits
Tunisia
Tel.: +216 71 960222
Fax: +216 71 960146
E-mail : hammadi.dekhil@rns.tn

Mrs Zohra SOUALHIA
Engineer
Agence National de Controle Sanitair
et Environment des Produits (ANCSEP)
Tunisia
Tel.: 216 71 960222
Fax: 216 71 960146
E-mail :Zohra_soualhia@yahoo.tn

TURKEY
Ms Sibel SEVAL
Ministry of Agriculture and Rural Affairs
General Directorate of Protect and Control
Food Codex
Akay St. 3
Bakanlýklar, Ankara
Turkey
E-mail: seval@kkgm.gov.tr

UGANDA
Dr Kyokwijuka BENON
Ministry of Agriculture
Animal Industry and Fisheries
Tel.: +256 077 586710
Fax: +256 041 320428
E-mail: kyokwijukabenon@hotmail.com

UNITED KINGDOM
ROYAUME-UNI
REINO UNIDO
Dr J. NORMAN
Head of Branch 3
Chemical Safety & Toxicology Division
Food Standards Agency
Room 503C, Aviation House
125 Kingsway
London WC2B 6NH
England
Tel.: +44 207 276 8506
Fax: +44 20 7276 8514
E-mail: Julie.Norman@foodstandards.gsi.gov.uk

Mr Simon TUDOR

Policy Expert
Chemical Safety & Toxicology Division
Food Standards Agency
Room 515C, Aviation House
125 Kingsway
London WC2B 6NH
England
Tel.: +44 207 276 8552
Fax: +44 20 7276 8514
E-mail: Julie.Norman@foodstandards.gsi.gov.uk

Mr S. REYNOLDS

Department for Environment, Food and Rural
Affairs
Central Science Laboratory
Sand Hutton
York YO4 1LZ
Tel.: +44 1904 462447
Fax: +44 1904 462253
E-mail: s.Reynolds@csf.gov.uk

COUNCIL OF THE EUROPEAN UNION

Mr Philip LANDON

Administrator
Council of the European Union
General Secretariat
Rue de la Loi 175
B-1048 Brussels
Belgium
Tel.: +32 2 2354966
Fax: +32 2 285 6198
E-mail: secretariat.dgb2@consilium.eu.int
philip.landon@consilium.eu.int

CROPLIFE INTERNATIONAL (CLI)

Ms Theda DAMÓ

143 Avenue Louise
1050 Bruxelles
Tel.: 0032 2 542 1410
E-mail: theda@croplife.org

Mr. W. GRAHAM

Monsanto
270-272 Ave/ De Tervuren
1150 Brussels
Belgium

Dr M. KAETHNER

Food Industry & Croptraits
Syngenta Crop Protection
R 1058.8.00
CH-4002 Basel
Switzerland
Tel.: +41 61 32 32849
Fax: +41 61 32 34966
E-mail: michael.kaethner@syngenta.com

Dr Gerhard KEUCK

Documentation & Dossier Management
Bayer Crop Science GmbH
D-65926 Frankfurt/Main
Germany
Tel.: +49 69 305 3785
Fax: +49 69 305 17290
E-mail: Gerhard.keuck@bayercropscience.com

Mr J.L. KLEINHANS

Director, Development & Regulatory/Europe
Tomen France S.A.
ARYSTA Paris
75001 Paris
France
Tel.: + 33 1 4296 5008
Fax: + 33 1 4297 5291
E-mail: j.l.kleinhans@arysta-paris.fr

Mr Steve L. KOZLEN

Regulatory Affairs Manager Europe
Makhteshim Agan ICC
283 Avenue Louise
1050 Brussels
Belgium
Tel.: + 32 3 646 8606
Fax: + 32 2 646 9152
E-mail: steve.kozlen@maice.be

Dr Scott MOBLEY

Arvesta Corporation
100 First Street; Suite 1700
San Francisco
California 94105
USA
Tel.: +415 536 3476
Fax: + 415 284 9884
E-mail: smobley@arvesta.com

Mr Toshikazu MIYAKAWA

JCPA, General Manager
Nihonbashi Club Bldg.
5-8-1 Muromachi; Nihonbashi, Chuo-ku
Tokyo, Japan
Tel.: + 81 3 3241 0230
Fax: + 81 3 3241 3149
E-mail: miyakawa@jcpc.or.jp

Dr Richard NIELSSON

Consultant
Crop Life International
C/o 326 Woodside Avenue
Trenton, New Jersey 08610-USA
Tel: +1 609 888 3962
E-mail: RJNielsson@aol.com

Mr David J. OSBORN

Senior Registration Specialist
Crompton Europe Limited
Kennet House
4 Langley Quay
Slough Berkshire SL3 6EH UK
Tel.: +44 1753 603056
Fax : +44 1753 603077
E-mail: david.osborn@cromptoncorp.com

Mr Makoto SAKAKIBARA

Manager, Regulatory Affairs Group
Research Div.
SDS Biotech K.K.
2-5-6 Shiba, Minato-Ku
Tokyo 105 – 0014
Tel. : +81 3 5427 2417
Fax : +81 3 5427 2430
E-mail : Makoto _ Sakakbara@sdk.co.jp

Mr Yukiharu TANAKA

Manager, Registration & Regulatory Affairs Section
Agro Frontier Department
Arysta LifeScience Corporation
8-1, Akashi-cho, Chuo-ku, Tokyo
104-6591, Japan
Tel. : +81 35474583
Fax : +81 35474695
E-mail : tanaka_yukihary@arysta-ls.com

Dr Gabriele TIMME

Bayer CropScience AG
Development/Developmental Affairs
Alfred-Nobel-Str. 50
D-40789 Monheim/Rhein
Tel. : +49 2173 383882
Fax : +49 2173 383572
Gabriele.Timme@bayercropscience.com

Mr Arend VERMAZEREN

EMA Registration Manager
Du Pont Crop Protection
P.O. Box 145
3300 AC Dordrecht
The Netherlands
E-mail : w.vermazeren@nld.Dupont.com

Mr Bart DE WINTER

Janssen Pharmaceutica N.V.
Turnhoutseweg 30
B-2340 Beerse /Belgium
Tel. : +32 1460 3776
Fax : +32 1460 5951
E-mail : bdwinter@janbe.jnj.com

D. John Becker

FMC Corporation
1735 Market Street
Philadelphia, PA 19103 USA
Tel. : +215 299 6670
Fax : +215 299 6468
E-mail : john_becker@fmc.com

Mr George DE WILDE

Sumitomo Chemical Agro Europe S.A.
Tel. : +33 478 643250
Fax : +33 478 477005
E-mail : georges@lyon.sumitomo-chem.de

Mrs Monika EDER

SCC
Tel. : +49 6734 919129
Fax : +49 6734 919191
E-mail : monika.eder@scc-gmbh.de

Mrs Mary Jean MEDINA

FMC Corporation
Manilla, Philippines
Tel : +63 2 8175546
Fax : +63 2 8181485
e-mail : jean_medina@fmc.com

Mrs Silvia PLAK

BASF
Tel. : +3223732713
Fax : +3223732700
E-mail : Sylvia plak@central-europe.basf.org

Mrs Emilia ROSINCKY

Agan Manufacturers
Tel. : +322 643 4261
Fax : +322 646 9152
E-mail : cecile.piret@maicc.be

**EUROPEAN COMMUNITY (EC)
COMMUNAUTE EUROPEENNE
COMUNIDAD EUROPEA**

Dr Canice NOLAN

Principal Administrator
European Commission
Directorate-General Health and Consumer
Protection
200 Rue de la Loi
B-1049 Brussels
Belgium
Tel.: +32 2 29 61633
Fax: +32 2 29 65963
E-mail: canice.nolan@cec.eu.int

Dr B. DRUKKER

Europese Commissie
Directorate General Health and Consumer
Protection
Rue de la Loi 200
B-1049 Brussels
Belgium
Tel.: +32 2 2965779
Fax: +32 2 2965963
E-mail: bas.drukker@cec.eu.int

Mr Luis MARTIN PLAZA

Health and Consumer Protection Directorate-General
European Commission
200 Rue de la Loi
B-1049 Brussels
Belgium
Tel.: +32 2 2993736
Fax: +32 2 29 65963
E-mail: luis.martin—plaza@cec.eu.int

INTERNATIONAL BANANA ASSOCIATION

Mrs Caroline A. HARRIS

Manager, International Regulatory Affairs
Exponent International Ltd.
2D Hornbeam Park Oval, Harrogate
North Yorkshire HG2 8RB
United Kingdom
Tel :+44 1423 853201
Fax :+441423 810431
E-mail : charris@uk.exponent.com

INTERNATIONAL CO-OPERATIVE ALLIANCE (ICA)

Mr Kazuo ONITAKE

Safety Policy Service
Japanese Consumers Co-operative Union
Co-op Plaza 3-29-8, Shibuya, Shibuyaku
Tokyo 150-8913 Japan
Tel.: +81 3 5778 8109
Fax: +81 3 5778 8008
E-mail: kazuo.onitake@jccu.coop

INTERNATIONAL ORGANIZATION OF SPICE TRADE ASSOCIATION (IOSTA)

Elizabeth ERMAN

Executive Director
American Spice Trade Association, Inc.
2025 M Street, NW
Suite 800
Washington, DC 20036-3309
USA
Tel : +202 367 1127
Fax : +202 367 2225
E-mail: elizabeth-erman@astaspice.org

Mr Gerhard WEBER

Fachverband der Gewürzindustrie e.V.
Reuterstrasse 151
53113 Bonn
Tel.: +49 228 216162
Fax: +49 228 229460
E-mail: weber.verbaende@t-online.de

Mr Han HERWEIJER

Director
Man-Producten B.V.
P.O Box 253
3000 AG Rotterdam
Tel.: +31 10 280 1333
Fax: +31 10 4147425
E-mail: han.herweijer@wxs.nl

Ms Cecilia P. GASTON

Managing Scientist, Food and Chemicals
Exponent
1730 Rhode Island Ave, N.W.
Suite 1100 Washington, D.C. 20036
USA
Tel.: +1 202 772 4903
Fax: +1 202 772 4979
e-mail: cgaston@exponent.com

INTERNATIONAL SOCIETY OF CITRICULTURE (ISC)

Mr Charles R. ORMAN

Director, Science & Technology
Sunkist Growers, Inc.
John V. Newman Research Center
PO Box 3720
Ontario, CA 91761
Tel.: +909 9332257
Fax: +909 9332454
E-mail: corman@sunkistgrowers.com

Mr H.W.E. EWART

President of the California Citrus Quality
Council
210 Magnolia Ave., Suite 3
Auburn CA 95603
Te l. : +530885 1894
Fax : +530885 1546
E-mail : ccqc 1346@pacbell.net

INTERNATIONAL UNION OF PURE AND APPLIED CHEMISTRY (IUPAC)

Dr Sue-Sun WONG

Chief of Residue Control Department
Taiwan Agricultural Chemicals & Toxic
Substances Research
Institute
11 Kung-Ming Road
Wufong
Taichung Hsien
Taiwan
Phone: 886-4-330-2101
Fax: 886-4-332-4738
Email: sswong@tactri.gov.tw

Mr. Fred RAVENEY

Agrilex UK Ltd
P.O. Box 31
Robertsbridge
East Sussex TN32 5ZL
United Kingdom
Phone: +44 1580 882 059
Fax.: +44 1580 882 057
Email: fjr@agrilexuk.com

FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS (FAO)

ORGANISATION DES NATIONS UNIES POUR L'ALIMENTATION ET L'AGRICULTURE

ORGANIZACION DE LAS NACIONES UNIDAS PARA LA AGRICULTURA Y LA ALIMENTACION

Dr Amelia W. TEJADA

FAO Joint Secretary to JMPR
Plant Production and Protection Division
FAO

Viale delle Caracalla
00100 Rome

Italy

Tel.: +39 06 5705 4010

Fax: +39 06 5705 6347

E-mail: amelia.tejada@fao.org

Dr G. VAAGT

FAO

Viale delle Caracalla
00100 Rome

Italy

Tel.: +39 06 5705

Fax: +39 06 5705

E-mail: gero.vaagt@fao.org

FAO/IAEA

Dr Arpad AMBRUS

Head, Agrochemicals Unit

FAO/IAEA Agriculture and Biotechnology Laboratory

Agency's Laboratories (Seibersdorf and Headquarters)

Department of Nuclear Sciences and Applications

Tel: + 43 1 2600-28395

Fax: + 43 1 2600-28222

E-mail: A.Ambrus@iaea.org

WORLD HEALTH ORGANIZATION (WHO)

ORGANISATION MONDIALE DE LA SANTE (OMS)

ORGANIZACION MUNDIAL DE LA SALUD

Mr Samuel W. PAGE

Scientist

International Programme on Chemical Safety

WHO

20, Avenue Appia

CH-1211 Geneva 27

Switzerland

Tel : +41227913573

Fax : +41227914848

E-mail : pages@who.int

Dr Gerald G. MOY

Programme on Food Safety

World Health Organization

1211 Geneva 27

Switzerland

Tel.: +41 22 791 3698

Fax: +41 22 791 4807

E-mail: moyg@who.ch

Dr Yukiko Maruyama

Scientist

Traditional Medicine

Essential Drugs and Medicine Policy

WHO

20, Avenue Appia

CH-1211 Geneva 27

Switzerland

Tel.: +41 22 7912896

Fax: +41 22 7914730

E-mail: maruyamay@who.int

NETHERLANDS SECRETARIAT

SECRETARIAT PAYS-BAS

SECRETARIA PAISES-BAJOS

Dr Joop W. DORNSEIFFEN

Ministry of Health, Welfare and Sport

Directorate of Nutrition and Health Protection

P.O. Box 20350

2500 EJ The Hague

The Netherlands

Tel.: +31 70 340 6961

Fax: +31 70 340 5554

E-mail: jw.dornseiffen@minvws.nl

Mrs Karin A. SCHENKEVELD

Ministry of Health, Welfare and Sport

Directorate of Nutrition and Health Protection

P.O. Box 20350

2500 EJ The Hague

The Netherlands

Tel.: +31 70 3405080

Fax: +31 70 340 5554

E-mail: kaschenkeveld@hotmail.com

Ms Sue BAKER

Ministry of Health, Welfare and Sport

Directorate of Nutrition and Health Protection

P.O. Box 20350

2500 EJ The Hague

The Netherlands

Tel.: +31 70 340 5080

Fax: +31 70 340 5554

E-mail: s.baker@minvws.nl

Ms Anneke CORTENBACH

Ministry of Health, Welfare and Sport

Directorate of Nutrition and Health Protection

P.O. Box 20350

2500 EJ The Hague

The Netherlands

Tel.: +31 70 340 6880

Fax: +31 70 340 5554

E-mail: at.cortenbach@minvws.nl

Mrs Peggy POEPEON

Ministry of Health Welfare and Sport
Directorate of Nutrition and Health Protection
P.O. Box 20350
2500 EJ The Hague
The Netherlands
Tel.: +31 70 340 7285
Fax: +31 70 340 7303
E-mail: tp.poepon@minvws.nl

Ir Peter D.A. OLTTHOF

Ministry of Health, Welfare and Sport
Directorate of Nutrition and Health Protection
P.O. Box 20350
2500 EJ The Hague
The Netherlands
Tel.: +31 70 340 6957
Fax: +31 70 340 5554
E-mail: pda.olthof@worldonline.nl

Mr Wout BUITENWEG

Ministry of Social Affairs and Employment
Diepenhorstlaan 24
2288 EW Rijswijk
The Netherlands
Tel.: +31 70 3196980
E-mail: wbuitenweg@minszw.nl

Dr Renske HITTENHAUSEN-GELDERBLOM

Ministry of Health, Welfare and Sport
Inspectorate for Health Protection
Hoogte Kadijk 401
1018 BK Amsterdam
The Netherlands
Tel.: +31 20 524 4600
Fax: +31 20 524 4700
E-mail: renske.hittenhausen-gelderblom@kvw.nl

Ir Rob TOP

Ministry of Health, Welfare and Sport
Directorate of Nutrition and Health Protection
P.O. Box 20350
2500 EJ The Hague
The Netherlands
Tel.: +31 70 340 6963
Fax: +31 70 340 5554
E-mail: r.top@minvws.nl

Dr Carin E.J. CUIJPERS

Ministry of Health, Welfare and Sport
Directorate of Nutrition and Health Protection
P.O. Box 20350
2500 EJ The Hague
The Netherlands
Tel.: +31 70 340 5578
Fax: +31 70 340 5554
E-mail: ce.cuijpers@minvws.nl

Ir. Bas VAN DER HEIDE

Ministry of Health, Welfare and Sport
Directorate of Nutrition and Health Protection
P.O. Box 20350
2500 EJ The Hague
The Netherlands
Tel.: +31 70 340 5619
Fax: +31 70 340 5554
E-mail: : b.vd.heide@minvws.nl

Dr Henk ROELFZEMA

Ministry of Health, Welfare and Sport
Directorate of Nutrition and Health Protection
P.O. Box 20350
2500 EJ The Hague
The Netherlands
Tel.: +31 70 340 5695
Fax: +31 70 340 5554
E-mail: : h.roelfzema@minvws.nl

Dr Ir. Joyce M. DE STOPPELAAR

Ministry of Health, Welfare and Sport
Directorate of Nutrition and Health Protection
P.O. Box 20350
2500 EJ The Hague
The Netherlands
Tel.: +31 70 340 5695
Fax: +31 70 340 5554
E-mail: : jm.d.stoppelaar@minvws.nl

Drs Rosanne METAAL

Ministry of Health, Welfare and Sport
Directorate of Nutrition and Health Protection
P.O. Box 20350
2500 EJ The Hague
The Netherlands
Tel.: +31 70 3406957
Fax: +31 70 340 5554
E-mail: : r.metaal@minvws.nl

JOINT FAO/WHO SECRETARIAT

Dr Jeronimas MASKELIUNAS

Food Standards Officer
Joint FAO/WHO Food Standards Programme
FAO
Viale delle Terme di Caracalla
00100 Rome
Italy
Tel.: +39 06 5705 3967
Fax: + 39 06 570 54593
E-mail: jeronimas.maskeliunas@fao.org

Dr Selma DOYRAN

Food Standards Officer

Joint FAO/WHO Food Standards Programme

FAO

Viale delle Terme di Caracalla

00100 Rome

Italy

Tel.: +39 06 570

Fax: +39 06 570

E-mail: selma.doyran@fao.org

Mr Yoshihide ENDO

Food Standards Officer

Joint FAO/WHO Food Standards Programme

FAO

Viale delle Terme di Caracalla

00100 Rome

Italy

Tel. : +39-06-57054796

Fax: +39-06-57054593

E-mail: yoshihide.endo@fao.org

PROJET DE DIRECTIVES RÉVISÉES CONCERNANT LES BONNES PRATIQUES DE LABORATOIRE EN MATIÈRE D'ANALYSE DES RÉSIDUS DE PESTICIDES

(A l'étape 8 de la procédure)

AVANT-PROPOS

L'objectif des présentes directives est d'aider à assurer la fiabilité des résultats d'analyse en vérifiant la conformité avec les limites maximales de résidus se trouvant dans les aliments faisant l'objet d'un commerce international. Des résultats d'analyse fiables sont essentiels pour protéger la santé des consommateurs et faciliter le commerce international.

Outre les présentes directives, il existe d'autres recommandations pertinentes du Codex élaborées par le Comité du Codex sur les résidus de pesticides (CCPR) dans le domaine de l'application des limites maximales de résidus, à savoir:

- 1 Méthodes d'échantillonnage recommandées pour la détermination des résidus de pesticides (CAC/GL 33-1999, Volume 2A, Partie 1, deuxième édition, Rome, 2000).
- 2 Portion des produits à laquelle s'appliquent les limites maximales de résidus et qui est soumise à l'analyse (CAC/GL 33-1999, Volume 2A, Partie 1, deuxième édition, Rome, 2000).
- 3 Limites maximales de résidus Codex pour les pesticides (Codex Alimentarius, Volume 2, Résidus de pesticides dans les denrées alimentaires, Rome, 1993).
- 4 Méthodes d'analyse recommandées pour la détermination des résidus de pesticides (CAC/GL 33-1999, Volume 2A, Partie 1, deuxième édition, Rome, 2000)
- 5 Classification Codex des aliments destinés à l'alimentation humaine et animale (Codex Alimentarius, Volume 2, Résidus de pesticides dans les denrées alimentaires, Rome, 1993).

1. INTRODUCTION

L'objectif ultime des pratiques loyales en matière de commerce international dépend, entre autres, de la fiabilité des résultats de l'analyse. Ce facteur est conditionné à son tour - notamment lorsqu'il s'agit du dosage des résidus de pesticides - non seulement par l'existence de méthodes d'analyse sûres, mais aussi par la compétence de l'analyste et le respect des bonnes pratiques en matière d'analyse des résidus de pesticides.

Les présentes directives définissent ces bonnes pratiques d'analyse et sont examinées en trois volets interdépendants:

L'analyste (section 2);

Ressources de base (section 3);

L'analyse (section 4).

Les spécifications concernant les installations, la gestion, le personnel, l'assurance et le contrôle de la qualité, la documentation des résultats et les données brutes, ainsi que les thèmes connexes, qui sont considérés comme des conditions préalables pour obtenir des résultats fiables et vérifiables sont décrites en général dans la norme ISO/IEC 17025 (1999) et dans une série de documents directifs sur les bonnes pratiques de laboratoire de l'OCDE, ainsi que dans les lois et règlements nationaux correspondants. Ces directives Codex, qui ne sont pas exhaustives, décrivent les principes et les pratiques essentiels à suivre dans l'analyse des résidus de pesticides.

2. L'ANALYSTE

2.1 L'analyse des résidus consiste en une série d'opérations dont les modalités sont le plus souvent bien connues, ou faciles à comprendre par un chimiste qualifié, mais du fait que les concentrations sont de l'ordre de μg à mg/kg et que les analyses sont parfois difficiles, il est indispensable de veiller à tous les détails. L'analyste responsable doit avoir les qualifications professionnelles, l'expérience et les compétences requises en matière d'analyse des résidus. Le personnel doit être entraîné au maniement correct des appareils et aux techniques de laboratoire de base. En outre, l'analyste qui utilise la méthode pour la première fois doit

effectuer les essais décrits aux sections 4.4.5 du tableau 4 pour montrer qu'il peut utiliser la méthode en suivant les paramètres de performance prévus et établis durant la validation de la méthode avant l'analyse des échantillons. Il doit être bien informé des principes de l'analyse des résidus et des exigences des systèmes d'assurance de la qualité de l'analyse. Il doit par ailleurs connaître l'objet de chaque étape de la méthode utilisée et savoir qu'il est important de se conformer exactement aux méthodes prescrites et de noter tout écart inévitable. Il doit également être formé à l'évaluation et à l'interprétation des données qu'il produit. Il sera bon de noter sur un registre la formation et l'expérience de tout le personnel de laboratoire.

2.2 Lorsque l'on installe un laboratoire d'analyse des résidus, une partie de la période de formation du personnel devrait se passer dans un laboratoire bien rodé où aide consultative et formation seraient dispensées par des personnes expérimentées. Si le laboratoire est appelé à analyser une large gamme de résidus de pesticides, le personnel devra peut-être se perfectionner dans plusieurs laboratoires spécialisés.

3. RESSOURCES DE BASE

3.1 LE LABORATOIRE

3.1.1. Le laboratoire et ses installations devraient être conçus de manière que les opérations puissent être réparties entre des zones bien définies, en vue de garantir un maximum de sécurité et un minimum de risques de contamination des échantillons. Les laboratoires et leurs installations devraient être construits en (et utiliser des) matériaux résistants aux produits chimiques dont l'utilisation paraît probable à l'intérieur de ceux-ci. Ainsi, il faudrait théoriquement installer des pièces distinctes pour la réception et le stockage des échantillons, pour la préparation des échantillons, pour l'extraction et la séparation et pour le rangement des instruments qui serviront à l'analyse elle-même. La zone destinée aux opérations d'extraction et de purification devrait être conforme aux normes établies pour les laboratoires utilisant des solvants et toutes les installations d'évacuation des vapeurs et fumées devraient être d'excellente qualité. La réception, le stockage et la préparation des échantillons devraient avoir lieu dans des zones réservées exclusivement à l'analyse des résidus. Il faudra en priorité garantir l'intégrité des échantillons et la sécurité personnelle.

3.1.2 La sécurité du laboratoire doit aussi être envisagée sous l'angle de ce qui est nécessaire et souhaitable car il faut reconnaître que les normes très strictes, appliquées dans les laboratoires d'analyse des résidus de certains pays du monde en ce qui concerne les conditions de travail, seraient totalement irréalistes ailleurs. Il doit être interdit de fumer, de manger, de boire et de se maquiller dans la zone de travail. De petites quantités seulement de solvants doivent y être conservées et la majeure partie de ces produits doit être stockée dans une pièce séparée, éloignée de la zone de travail principale. Il convient d'éviter chaque fois que possible l'emploi de solvants et de réactifs ayant des propriétés toxiques aiguës. Tous les solvants usés doivent être gardés en lieu sûr et évacués en toute sécurité et sans porter atteinte à l'environnement, en tenant compte des éventuels règlements nationaux en vigueur.

3.1.3 La zone de travail principale doit être conçue et équipée pour l'utilisation d'une gamme appropriée de solvants destinés à l'analyse. Tout le matériel tel que dispositifs d'éclairage, macérateurs et réfrigérateurs doit être d'un type ne produisant ni étincelles ni explosions. Les opérations d'extraction, de purification et de concentration doivent être menées dans un espace bien ventilé, de préférence dans des hottes fermées.

3.1.4 Il convient d'utiliser des écrans protecteurs lorsque la verrerie est employée sous vide ou sous pression. Il y a lieu de prévoir un ample stock de lunettes protectrices, de gants et autres vêtements de protection, des installations pour se laver en cas d'urgence et les fournitures nécessaires pour le traitement des débordements. Un matériel adéquat de lutte contre les incendies est également indispensable. Le personnel doit savoir que de nombreux pesticides ont des propriétés toxiques aiguës ou chroniques et qu'il faut donc manipuler les produits étalons avec beaucoup de précautions.

3.2 MATERIEL ET FOURNITURES

3.2.1 Le laboratoire doit être bien alimenté en électricité et en eau. Des réserves suffisantes de réactifs, de solvants, de verrerie pour les gaz, de chromatographes, etc. sont indispensables.

3.2.2 Il faut assurer l'entretien et l'étalonnage réguliers des chromatographes, balances, spectrophotomètres, etc., et consigner dans un registre toutes les interventions d'entretien ou de réparation. L'étalonnage est indispensable pour la mesure des performances du matériel. Des courbes d'étalonnage et des comparaisons avec les substances étalons peuvent suffire.

3.2.3 Il faut procéder à l'étalonnage et au ré-étalonnage réguliers du matériel lorsque le changement éventuel dans la valeur nominale peut contribuer sensiblement à l'incertitude de la mesure. Les balances et les pipettes/distributeurs automatiques et matériel similaire doivent être régulièrement étalonnés. On surveillera en permanence ou vérifiera à intervalles réguliers les températures de fonctionnement des réfrigérateurs et des congélateurs. Toutes les données doivent être mises à jour et consignées.

3.2.4 LE MATERIEL DOIT ETRE ADAPTE A L'USAGE PREVU

3.2.5 Tous les laboratoires doivent disposer de normes de références de pesticides ayant un degré de pureté connu et acceptable. Celui-ci doit comprendre tous les composés initiaux dont le laboratoire surveille les concentrations dans des échantillons de produits, ainsi que leurs métabolites pour lesquels des LMR ont été fixées.

3.2.6 Les produits de référence, les solutions de réserve et les réactifs doivent tous être correctement étiquetés y compris la date de préparation, l'identification de l'analyste, les solvants employés, les conditions de stockage, et les composés dont l'intégrité pourrait être altérée par des processus de dégradation, doivent porter une étiquette indiquant clairement la date limite d'utilisation et être stockés dans des conditions appropriées. Les composés de référence doivent être conservés de manière à minimiser le taux de dégradation, par exemple à basse température, dans un endroit sec et à l'abri de la lumière. On veillera également à ce que les solutions de pesticides de référence ne soient pas décomposées sous l'effet de la lumière ou de la chaleur durant le stockage ou ne deviennent concentrées par l'évaporation des solvants.

4. L'ANALYSE

Les méthodes appliquées pour le dosage des résidus de pesticides devraient en général satisfaire aux critères présentés au tableau 3.

4.1 RISQUES DE CONTAMINATION

4.1.1 L'analyse des résidus de pesticides diffère considérablement de la micro-analyse en raison du problème de la contamination et des interférences. Des quantités infimes de contaminants dans les échantillons finals utilisés pour le dosage peuvent donner lieu à des erreurs telles que des faux résultats positifs et des faux résultats négatifs, et causer une perte de sensibilité, ce qui peut empêcher l'analyste de détecter le résidu. La contamination peut être imputable à tout ce qui sert à l'échantillonnage, au transport et au stockage des échantillons, comme aux analyses. Il faut vérifier avant usage que la verrerie, les réactifs, les solvants organiques et l'eau ne contiennent pas de contaminants, en procédant à l'analyse d'un blanc de réactifs.

4.1.2 Les produits d'entretien, les crèmes protectrices, les savons contenant des antiseptiques, les insecticides en aérosols, les parfums et les cosmétiques peuvent tous causer des problèmes d'interférence et sont particulièrement gênants lorsqu'on utilise un détecteur à capture électronique. Il n'y a pas d'autre solution au problème que d'interdire l'utilisation de ces produits dans le laboratoire.

4.1.3 Les lubrifiants, les produits de scellement, les matières plastiques, les caoutchoucs naturels et synthétiques, les gants de protection, l'huile provenant des conduites d'air et les impuretés de fabrication dans les cuvettes d'extraction, les papiers filtres et l'ouate peuvent aussi être sources de contamination.

4.1.4 Les réactifs chimiques, les adsorbants et les solvants utilisés en laboratoire peuvent renfermer, adsorber ou absorber des constituants susceptibles de gêner l'analyse. Il faut parfois purifier les réactifs et les adsorbants et il est généralement nécessaire d'utiliser des solvants redistillés. L'eau déionisée est souvent suspecte et on lui préférera l'eau redistillée. L'eau du robinet ou celle d'un puits est souvent utilisable.

4.1.5 La contamination de la verrerie, des seringues et des colonnes de chromatographie gazeuse peut provenir d'échantillons ou d'extraits précédents. Toute la verrerie doit être nettoyée avec un détergent, rincée à fond avec de l'eau distillée (ou autre eau propre), puis rincée avec le solvant qui sera utilisé. La verrerie qui servira à l'analyse des traces doit être gardée séparément et ne pas être utilisée à d'autres fins.

4.1.6 Il faudrait toujours conserver les pesticides de référence à une température appropriée dans une pièce séparée du laboratoire principal. Les solutions et extraits concentrés de référence devraient être placés ailleurs.

4.1.7 Il faut se méfier des appareils contenant du polychlorure de vinyle (PVC) et, s'il a été démontré qu'ils sont une source de contamination, il faut en interdire l'introduction dans le laboratoire d'analyse des

résidus. D'autres matières contenant des plastifiants sont également suspectes, mais le PTFE et les caoutchoucs de silicone sont en général acceptables, ainsi que d'autres produits dans certaines conditions. Les récipients de stockage des échantillons peuvent provoquer une contamination, aussi faut-il toujours utiliser des flacons en verre munis de bouchons rodés. Les instruments d'analyse devraient toujours être rangés dans une pièce séparée. La nature et l'importance de la contamination peuvent varier selon les techniques de détermination utilisées et les concentrations de résidus de pesticides à déterminer. On peut réduire ces problèmes de contamination, qui sont importants si l'on utilise la chromatographie gazeuse ou la chromatographie liquide à haute résolution en complétant la détermination par une analyse spectrophotométrique ou inversement. Si les concentrations de résidus sont relativement élevées, les interférences dues aux solvants et à d'autres substances peuvent être insignifiantes par rapport à la quantité de résidus présente, mais de nombreux problèmes peuvent être résolus à l'aide de détecteurs spécifiques. En outre, si le contaminant ne gêne pas la détermination du résidu recherché, sa présence peut être tolérée.

4.1.8 Les analyses de résidus et de préparations doivent se faire dans des installations de laboratoire complètement séparées. Les échantillons et la préparation des échantillons doivent être séparés de toutes les opérations de laboratoire de résidus afin d'empêcher toute contamination croisée.

4.2 RECEPTION ET STOCKAGE DES ECHANTILLONS

4.2.1 Chaque échantillon reçu en laboratoire devrait être accompagné de renseignements complets sur l'origine de l'échantillon, sur l'analyse requise et sur les dangers potentiels associés à sa manipulation.

4.2.2 À la réception, il faut attribuer immédiatement à l'échantillon un code d'identification unique qui l'accompagnera à toutes les étapes de l'analyse jusqu'à la présentation des résultats. On utilisera un système approprié de contrôle de l'élimination des échantillons, pour lequel on tiendra un registre complet.

4.2.3 La transformation des échantillons et le sous-échantillonnage devraient être effectués à l'aide de procédés qui fournissent des portions d'essai représentatives et n'ont pas d'effet sur la concentration de résidus présents.

4.2.4 Si des échantillons ne peuvent être analysés immédiatement mais doivent être analysés rapidement, ils doivent être réfrigérés à une température de 1 à 5°C, à l'abri de la lumière solaire directe et analysés dans les jours qui suivent. Toutefois, les échantillons reçus surgelés doivent être conservés à ≤ -16 °C jusqu'à l'analyse. Dans certains cas, il peut être nécessaire de stocker les échantillons pendant une période plus longue avant l'analyse. La température de stockage doit alors être d'environ -20°C, température à laquelle la dégradation enzymatique des résidus de pesticides est habituellement très lente. Si l'on ne peut éviter un stockage prolongé, on en vérifiera les effets en analysant des échantillons enrichis dans les mêmes conditions et pendant le même laps de temps. Des informations utiles sur la stabilité au stockage des résidus de pesticides figurent dans les publications annuelles de la FAO intitulées Résidus de pesticides – Évaluations préparées par la JMPR FAO/OMS, complétées par les renseignements fournis par les fabricants pour appuyer l'homologation de leurs pesticides.

4.2.5 Lorsqu'il faut congeler des échantillons, il est recommandé de prélever des portions d'essai avant la congélation afin de réduire au minimum l'effet possible de la séparation de l'eau en cristaux de glace durant le stockage. Il faudra aussi faire en sorte que toute la portion d'essai soit utilisée dans l'analyse.

4.2.6 Les récipients doivent être étanches. Ni les récipients utilisés pour le stockage ni leurs couvercles ou bouchons ne doivent permettre une fuite de ou des analyse(s).

4.3 PROTOCOLES NORMALISES

4.3.1 Il faut utiliser des protocoles normalisés pour toutes les opérations. Ceux-ci doivent contenir des instructions de travail complètes ainsi que des informations sur l'applicabilité, les performances prévues, les exigences en matière de contrôle de qualité interne (vérification des performances) et le calcul des résultats. Ils devraient également contenir des informations sur tout danger découlant de la méthode, des produits étalons ou des réactifs.

4.3.2 Tout écart par rapport à un protocole normalisé doit être autorisé par l'analyste responsable et consigné.

4.4 VALIDATION DES METHODES¹

4.4.1 Des directives ont été publiées pour la validation de procédures d'analyse de différents types. Les principes décrits dans la présente section sont considérés comme pratiques et adaptés à la validation de méthodes d'analyse des résidus de pesticides. Il ne s'agit pas de directives normatives. L'analyste devrait décider du degré de validation requis pour montrer que la méthode est adaptée à l'objectif prévu, et devrait fournir les données de validation en conséquence. Par exemple, les spécifications concernant les essais de conformité avec les LMR ou la fourniture de données pour l'estimation de l'apport peuvent être forts différentes.

4.4.2 On entend par méthode d'analyse la série de procédés à suivre depuis la réception d'un échantillon jusqu'à la production du résultat final. La validation est le processus permettant de vérifier qu'une méthode est adaptée au but recherché. La méthode peut être élaborée sur place, prise dans la documentation ou obtenue auprès d'un tiers. Elle sera ensuite adaptée ou modifiée afin de répondre aux exigences et aux capacités du laboratoire et/ou au but dans lequel la méthode sera utilisée. En général, la validation a lieu une fois que l'élaboration de la méthode est terminée et l'on suppose que des spécifications telles que l'étalonnage, la pertinence du système, la stabilité de l'analyte, etc., ont été établis de manière satisfaisante. Lorsqu'on valide et qu'on utilise une méthode d'analyse, il faut prendre des mesures dans la fourchette étalonnée du système de détection utilisé. Généralement, la validation précède l'application pratique de la méthode à l'analyse des échantillons, mais la vérification de performance ultérieure est un aspect de continuité important du processus. Les spécifications concernant les données de vérification des performances constituent une sous-série de celles requises pour la validation de la méthode.

Les essais d'efficacité (ou d'autres méthodes d'essais inter-laboratoires), chaque fois que possible, constituent un important moyen de vérifier l'exactitude générale des résultats fournis par une méthode et donnent des informations sur la variabilité des résultats d'un laboratoire à l'autre. Toutefois, les essais d'efficacité ne portent pas habituellement sur la stabilité ou l'homogénéité de l'analyte ni sur l'extractibilité des analytes dans l'échantillon traité.

Lorsque des données sur l'incertitude sont nécessaires, elles doivent inclure des données sur la vérification des performances et ne pas s'appuyer uniquement sur les données de validation de la méthode.

4.4.3 Chaque fois qu'un laboratoire entreprend d'élaborer et/ou de modifier une méthode, les effets des variables analytiques devraient être établis, par exemple en recourant à des essais de robustesse avant la validation. Des contrôles rigoureux doivent être effectués en respectant tous les aspects de la méthode qui peuvent influencer sur les résultats tels que: taille des échantillons, coefficients de partage; variations dans la performance des dispositifs de purification utilisés, stabilité des réactifs ou des dérivés préparés; effets de la lumière, de la température, des solvants et du stockage sur les analyses dans les extraits; effets des solvants, des injecteurs, des systèmes de séparation sur colonne, des caractéristiques des phases mobiles (composition et vitesse d'écoulement), température, système de détection, co-extractifs, etc. sur le procédé de détermination. Il est très important que les rapports qualitatifs et quantitatifs entre le signal mesuré et l'analyte recherché soient établis sans la moindre équivoque.

4.4.4 On donnera la préférence aux méthodes applicables aux analyses multi-résidus ou multi-matrices. L'emploi d'analytes ou de matrices représentatifs est un outil important pour valider les méthodes. A cette fin, il conviendra de différencier suffisamment les produits, mais pas inutilement. Ainsi, certains produits sont disponibles dans une vaste gamme de variantes manufacturées mineures ou de variétés cultivées, ou de races, etc. En général, mais pas obligatoirement, une variante unique d'un produit particulier peut être considérée comme en représentant d'autres du même produit mais, par exemple, une seule espèce de fruit ou une seule espèce de légume ne doit pas être considérée comme représentant tous les fruits ou tous les légumes (tableau 5). Chaque cas doit être considéré en fonction des avantages qu'il présente, mais lorsque l'on sait que des variantes dans un produit diffèrent des autres dans leurs effets sur les performances de la méthode, ces variantes doivent être analysées. Il peut y avoir de très grandes différences d'une espèce à l'autre dans l'exactitude et la précision des méthodes, en particulier concernant le stade de la détermination.

¹ Cette section est fondée sur les recommandations élaborées par une Consultation AOAC/FAO/AIEA tenue à Miskolc, Hongrie, en 1999. Le document intégral est disponible sur www.iaea.org/trc et dans A. Fajgelj & A. Ambrus Principles and Practices of Method Validation, Royal Society of Chemistry, 2000.

4.4.4.1 Lorsque l'expérience affiche les mêmes performances en ce qui concerne l'extraction et la purification entre des produits/matrices d'échantillons similaires, une approche simplifiée peut être adoptée pour la validation des performances. Un produit représentatif peut être choisi dans le tableau 5 pour représenter chaque groupe de produits ayant des propriétés communes, et utilisé pour la validation du procédé ou de la méthode. Dans le tableau 5, les produits sont classés selon la Classification Codex².

Les données sur la validation d'une méthode peuvent être étendues à d'autres produits de la manière suivante:

- **céréales**, la validation pour les céréales complètes ne peut être considérée comme s'appliquant au son ou au pain, mais la validation pour les grains de blé peut s'appliquer aux grains d'orge ou à la farine de blé;
- **produits animaux**, la validation pour le muscle ne devrait pas être considérée comme s'appliquant à la graisse ou aux abats, mais la validation pour la graisse de poulet peut s'appliquer à la graisse de bovins;
- **fruits et légumes**, la validation pour un produit frais entier ne peut être considérée comme s'appliquant au produit séché, mais la validation pour les choux peut s'appliquer aux choux de Bruxelles.

4.4.4.2 De la même manière, on peut utiliser des analytes représentatifs pour évaluer les performances d'une méthode. Il faut sélectionner des composés pour couvrir les propriétés physiques et chimiques des analytes devant être déterminés par la méthode. La sélection des analytes représentatifs doit être faite sur la base de l'objectif et du champ d'application de l'analyse en tenant compte des éléments suivants:

- (a) Les analytes représentatifs sélectionnés devraient:
 - (i) Posséder une gamme suffisamment large de propriétés physico-chimiques pour inclure celles des analytes représentés;
 - (ii) Figurer parmi ceux qui ont le plus de chances d'être détectés régulièrement, ou pour lesquels des décisions critiques doivent être prises sur la base des résultats.
- (b) Dans la mesure du possible, tous les analytes inclus dans le processus de validation initial devraient être ceux qui doivent être testés régulièrement et qui peuvent être déterminés simultanément par le système de dosage utilisé.
- (c) La concentration des analytes utilisés pour caractériser une méthode devrait être choisie de manière à couvrir les limites acceptées (LA, voir Glossaire) de tous les analytes devant être recherchés dans tous les produits. Il s'ensuit que les analytes représentatifs sélectionnés devraient comprendre, entre autres, ceux qui ont des LA élevées et basses. Il s'ensuit que les niveaux d'enrichissement utilisés dans les essais de performance avec des analytes/produits représentatifs pourraient ne pas correspondre aux LA réelles.

4.4.5 Lorsque des données appropriées sont déjà disponibles, il n'est pas nécessaire que l'analyste effectue tous les essais. Néanmoins, toutes les informations requises doivent être incluses ou mentionnées dans les registres de validation. Le tableau 1 donne une vue d'ensemble des paramètres à évaluer pour la validation d'une méthode selon le statut de la méthode à valider. Des paramètres et critères spécifiques à évaluer sont énumérés au tableau 2. On évaluera uniquement les paramètres convenant à la fois à la méthode et à l'objectif pour lequel la méthode particulière doit être appliquée. Dans de nombreux cas, les caractéristiques de performance par rapport à plusieurs paramètres peuvent être obtenues simultanément en utilisant une seule expérience. Les plans d'expérience où différents facteurs sont modifiés en même temps (plans expérimentaux factoriels), peuvent aider à réduire au minimum les ressources nécessaires. Les performances de la méthode d'analyse devraient être vérifiées, d'abord durant son élaboration, et ensuite durant son utilisation, comme il est indiqué à la section 4.5, selon les critères mentionnés au tableau 3.

4.4.6 Les méthodes individuelles (pour un seul résidu) doivent être entièrement validées avec tous les analytes et les produits à analyser spécifiés à cette fin, ou à l'aide de matrices d'échantillon représentatives de celles qui seront testées par le laboratoire.

² Codex Alimentarius, Volume 2, deuxième édition, Résidus de pesticides dans les denrées alimentaires, pp. 147-365, FAO, 1993.

4.4.7 Les méthodes spécifiques de groupe (GSM) devraient être validées au départ avec un ou plusieurs produits représentatifs et un minimum de deux analytes représentatifs choisis dans le groupe.

4.4.8 Les méthodes multi-résidus (MRM) peuvent être validées avec des produits représentatifs et des analytes représentatifs.

4.5 VERIFICATION DES PERFORMANCES

4.5.1 Les principaux objectifs de la vérification des performances sont les suivants:

- *Suivre les performances de la méthode dans les conditions réelles d'utilisation;*
- *Prendre en compte l'effet des variations inévitables dues, par exemple, à la composition des échantillons, aux performances des instruments, à la qualité des substances chimiques, aux performances variables des analystes et aux conditions d'essai en laboratoire;*
- *Démontrer que les caractéristiques de performance de la méthode sont en grande partie similaires à celles établies au moment de la validation de la méthode, montrant que la méthode est sous « contrôle statistique », et l'exactitude et l'incertitude des résultats sont comparables à ceux attendus de la méthode. Dans ce but, les données obtenues durant la validation de la méthode peuvent être mises à jour avec les données collectées à partir de la vérification des performances durant l'utilisation normale de la méthode.*

Les résultats du contrôle interne de la qualité fournissent des informations essentielles sur la reproductibilité à long terme et d'autres caractéristiques de performance de la méthode, y compris les analytes et les produits qui sont incorporés durant l'extension de la méthode.

Les caractéristiques de performance fondamentales à tester et les procédés appropriés sont décrits au tableau 2.

Pour une vérification efficace des performances, il faut procéder simultanément à l'analyse des échantillons et aux analyses de contrôle de la qualité appropriées (détermination des témoins et des taux de récupération, matériaux de référence, etc.). Afin de vérifier les tendances des performances de la méthode et faire en sorte que le contrôle statistique soit maintenu, on utilisera des diagrammes de contrôle.

4.5.2 Établissement et utilisation des diagrammes de contrôle

4.5.2.1 Le diagramme de contrôle peut être un instrument utile pour démontrer les performances d'une méthode et la reproductibilité du paramètre sélectionné. Exemple, le diagramme de contrôle pour les taux de récupération. Son application sera fonction des tâches du laboratoire. Lorsqu'un grand nombre du même type d'échantillon est analysé pour les mêmes ingrédients actifs, le diagramme de contrôle s'appuie sur le taux de récupération moyen et son écart type obtenus durant l'utilisation normale de la méthode. Lorsqu'un petit nombre de chaque type d'une grande variété d'échantillons est analysé pour un grand nombre d'analytes avec une procédure multi-résidus, les diagrammes de contrôle peuvent être appliqués de la façon habituelle. Dans de tels cas, au départ, un diagramme de contrôle est établi avec le taux de récupération moyen (Q) des analytes représentatifs dans des matrices représentatives et le coefficient de variation ($CV_{A_{typ}}$) de la reproductibilité type en laboratoire, obtenu comme décrit ci-dessous. Lorsque les données sur le taux de récupération moyen et leur coefficient de variation obtenu durant la validation de la méthode pour des analytes/matrices d'échantillon ne sont pas statistiquement différentes, chacune peut être considérée comme une estimation du taux de récupération réel et de la précision de la méthode; en les combinant de façon appropriée, on peut déterminer le taux de récupération type (Q_{typ}) et le coefficient de variation ($CV_{A_{typ}}$) de la méthode et les utiliser pour établir le premier diagramme de contrôle. Les limites d'avertissement et d'action sont $Q_{typ} \pm 2 * CV_{A_{typ}} * Q$ et $Q_{typ} \pm 3 * CV_{A_{typ}} * Q$, respectivement.

4.5.2.2 Lorsque la méthode est appliquée pour l'analyse normale de diverses combinaisons analyte/matrice représentées durant la validation de la méthode, chaque taux de récupération est indiqué sur le diagramme. La reproductibilité de la méthode durant son utilisation normale pourrait être légèrement supérieure à celle obtenue durant la validation de la méthode. Par conséquent, si certains taux de récupération dépassent occasionnellement les limites d'avertissement, les limites d'action, mais qu'ils sont dans les fourchettes calculées à partir des valeurs CV_A spécifiées au tableau 3, il n'y a aucune mesure spéciale à prendre.

4.5.2.3 Sur la base des 15-20 essais de récupération supplémentaires effectués durant l'utilisation normale de la méthode, dans le cadre de la vérification des performances, le taux de récupération moyen ou type et le CV_A devront être recalculés et un nouveau diagramme de contrôle sera établi reflétant la reproductibilité à long terme de l'application de la méthode. Les nouveaux paramètres établis doivent se situer dans les fourchettes acceptables spécifiées au tableau 3.

4.5.2.4 Si cela est difficile à réaliser, par exemple dans le cas d'analytes particulièrement problématiques, les résultats obtenus à partir des échantillons devraient être signalés comme présentant une exactitude et une précision moindres que celles qui sont normalement associées à la détermination des résidus de pesticides.

4.5.2.5 Durant l'utilisation normale de la méthode, si la moyenne des ≥ 10 premiers essais de récupération pour un analyte/matrice d'échantillon particulier s'écarte sensiblement ($P=0,05$) du taux de récupération moyen obtenu pour les analytes/matrices d'échantillons représentatifs, les Q_{typ} et CV_{typ} ne sont pas applicables. Il faut alors calculer les nouvelles limites d'avertissement et d'action pour l'analyte/matrice d'échantillon particulier, en appliquant le nouveau taux de récupération moyen et les valeurs de coefficient de variation mesurées.

4.5.2.6 Si les données relatives à la vérification des performances dépassent à plusieurs reprises les limites d'avertissement (sur 20 mesures, on peut en accepter une dépassant la limite), il faut vérifier les conditions d'application de la méthode, détecter les sources d'erreur(s) et prendre les mesures correctrices qui s'imposent avant de continuer à utiliser cette méthode.

4.5.2.7 Si les données relatives à la vérification des performances dépassent les limites d'action affinées établies comme aux points 4.5.2.1 à 4.5.2.3, il faudra répéter l'essai sur le lot analytique (ou du moins sur les échantillons dans lesquels on trouve des résidus $\geq 0,7$ LA ou $0,5$ LA, pour des analytes détectés régulièrement ou occasionnellement, respectivement).

4.5.2.8 Procéder à une deuxième analyse des portions d'essai d'échantillons positifs pour mieux vérifier les performances. Les résultats peuvent servir à calculer la reproductibilité globale en laboratoire de la méthode (CV_{Ltyp}) en général ou pour un analyte/matrice d'échantillon particulier. Dans ce cas, le CV_{Ltyp} comprendra aussi l'incertitude du traitement de l'échantillon, mais n'indiquera pas si l'analyte est perdu durant ce processus.

4.6 EPREUVES DE CONFIRMATION

4.6.1 Lorsque les analyses sont effectuées à des fins de suivi ou de contrôle de l'application, il est particulièrement important de produire des données de confirmation avant de signaler que des échantillons contiennent des résidus de pesticides qui normalement, ne devraient pas se trouver dans le produit en cause ou que les LMR semblent dépassées. Les échantillons peuvent contenir des substances chimiques perturbatrices qui peuvent être prises à tort pour des pesticides. En chromatographie gazeuse par exemple, on peut mentionner la réponse des détecteurs à capture électronique aux esters de phthalate et celle des détecteurs spécifiques du phosphore aux composés contenant du soufre et de l'azote. Comme première étape, on peut répéter l'analyse en utilisant la même méthode, si une seule portion a été analysée au départ. Cela confirmera la répétabilité du résultat, si le résidu est confirmé. On notera que la seule preuve à l'appui de l'absence de résidus détectables est fournie par les données de vérification des performances.

4.6.2 Les épreuves de confirmation peuvent être quantitatives et/ou qualitatives mais, dans la majorité des cas, il faudra fournir les deux types d'information. Des problèmes particuliers se posent lorsque les résidus doivent être confirmés au seuil de détermination ou à proximité; toutefois, bien qu'il soit difficile de quantifier les résidus à ce niveau, il est essentiel de fournir une confirmation adéquate tant sur le niveau que sur l'identité.

4.6.3 Les épreuves de confirmation nécessaires peuvent être fonction du type d'échantillons et des faits antérieurs connus. Dans un certain nombre de plantes cultivées ou de produits, on trouve presque toujours certains résidus. Dans le cas d'une série d'échantillons de même origine, qui contiennent des résidus du même pesticide, il peut suffire de confirmer l'identité des résidus dans une petite proportion des échantillons choisis au hasard. De manière analogue, lorsque l'on sait qu'un pesticide déterminé a été appliqué au produit échantillonné, la confirmation de l'identité du résidu peut être superflue; il convient néanmoins d'y procéder sur une partie d'échantillons choisis au hasard. Si l'on dispose d'échantillons à blanc, on s'en servira pour déceler la présence éventuelle de substances perturbatrices.

4.6.4 Suivant la technique de détermination utilisée au départ, il peut être nécessaire d'utiliser une autre procédure (qui peut être une technique de détection différente) pour une vérification de la quantité. S'il s'agit d'une confirmation qualitative (identité) il est souhaitable d'utiliser des données de masse spectrale, ou une combinaison de techniques comme tenu des différentes propriétés physico-chimiques (voir tableau 6).

4.6.5 L'analyste doit décider lui-même de la marche à suivre pour identifier un résidu de façon certaine; il s'efforcera tout particulièrement de choisir une méthode permettant d'amoindrir les effets des substances perturbatrices. Dans le choix de la (des) technique(s), il faudra également tenir compte du matériel et des compétences techniques disponibles. D'autres méthodes de confirmation sont présentées au tableau 6.

4.7 SPECTROMETRIE DE MASSE

4.7.1 Les données de résidus obtenues à l'aide de la spectrométrie de masse peuvent représenter la preuve déterminante et, si l'on dispose d'un matériel approprié, elle est la technique de choix. Cette technique peut également servir pour le dépistage des résidus. Elle est en général appliquée conjointement avec une technique de séparation chromatographique, ce qui permet d'obtenir des données sur le temps de rétention, le rapport masse/charge des ions et l'abondance de ceux-ci. La technique de séparation particulière, la spectrométrie de masse, l'interface et la gamme de pesticides à analyser sont en général interdépendants et il n'y a pas de combinaison unique se prêtant à l'analyse de tous les composés. La transmission quantitative d'analytes labiles dans le système chromatographique et l'interface pose des problèmes analogues à ceux posés par d'autres détecteurs. La présence d'un résidu est confirmée de façon certaine avec la formation de son spectre complet de masse moyennant ionisation par impact électronique (dans la pratique généralement de m/z 50 à un niveau dépassant la région des ions moléculaires). L'abondance relative d'ions dans le spectre et l'absence d'ions perturbateurs jouent un rôle important pour confirmer l'identité. Cette méthode d'analyse est l'une des moins sélectives; il faudrait éviter très soigneusement les perturbations dues à des contaminants introduits durant la production ou le stockage d'extraits. Les systèmes de données de spectrométrie de masse permettent de supprimer les signaux de perturbation de fond (par exemple, perte de colonne) moyennant "soustraction" de ces perturbations, mais il faudra utiliser cette technique avec prudence. On peut en général renforcer la sensibilité par une exploration dans une gamme de masses délimitée ou le contrôle d'ions déterminés, mais plus le nombre d'ions surveillés est petit (particulièrement si leur masse est faible), moins les données obtenues seront définitives. On aura une confirmation supplémentaire de l'identité i) en utilisant la colonne de chromatographie; ii) en utilisant une autre technique d'ionisation (par exemple ionisation chimique); iii) en surveillant les autres produits de réaction d'ions déterminés par spectrométrie de masse par tandem (SM/SM ou SMⁿ); ou iv) en surveillant certains ions à une résolution de masse accrue. Concernant la quantification, les ions surveillés devraient être ceux qui sont les plus spécifiques de l'analyte, qui sont sujets à moins de perturbation et fournissent de bons rapports signal-bruit. Les déterminations par la spectrométrie de masse devraient satisfaire aux mêmes critères de contrôle de la qualité de l'analyse que ceux appliqués aux autres systèmes.

4.7.2 La confirmation des résidus détectés après séparation à l'aide de la CLHR pose généralement plus de problèmes que la chromatographie gazeuse. Si la détection se fait par absorption de rayons UV, la production d'un spectre complet peut fournir une bonne preuve de l'identité. Toutefois, les spectres UV de certains pesticides ne sont pas très utiles pour le diagnostic, étant semblables à ceux produits par de nombreux autres composés possédant des groupes ou structures fonctionnels semblables, et la coélution de composés perturbateurs peut créer d'autres problèmes. Les données sur l'absorption d'UV produites à de multiples longueurs d'onde peuvent appuyer ou réfuter l'identification mais, en général, elles ne sont pas suffisamment caractéristiques par elles-mêmes. Les données sur la fluorescence peuvent être utilisées pour appuyer celles obtenues par l'absorption de rayons UV. La CPL-SM peut fournir de bonnes preuves mais, du fait que les spectres produits sont généralement très simples, montrant peu de fragmentation caractéristique, les résultats obtenus avec cette technique n'ont guère de chances d'être définitifs. La CPL-SM/SM est une technique plus efficace, associant sélectivité et spécificité, et qui fournit souvent de bonnes preuves de l'identité d'un pesticide. Les techniques CPL-SM tendent à être sujettes aux effets de matrices, en particulier la suppression, et la confirmation de la quantité pourrait donc exiger le recours à l'addition de produits étalons ou de produits isotopiquement étiquetés. La production de dérivés peut aussi être utilisée pour la confirmation de résidus détectés par la CLHR (paragraphe 4.6.5.4).

4.7.3 Dans certains cas, l'analyse chromatographique en couche mince est le moyen le plus commode de confirmer les résultats de la chromatographie gazeuse. L'identification repose sur deux critères, la valeur de R_f et la réaction de visualisation. Les méthodes de détection fondées sur les titrages biologiques (par

exemple, enzymes, moisissures, inhibition des chloroplastes) sont particulièrement adaptées à la confirmation qualitative car elles sont spécifiques de certains types de composés, sensibles et normalement très peu affectées par les co-extraits. La documentation scientifique existante contient de nombreuses références à cette technique: L'UICPA Report on Pesticides (13) (Bátora, V., Vitorovic, S.Y., Thier, H.-P. et Klisenko, M.A.; Pure & Appl. Chem., 53, 1039-1049 (1981) fait le point sur cette technique et constitue une bonne introduction. Sur le plan quantitatif toutefois, la chromatographie en couche mince donnent des résultats limités. Un prolongement à cette méthode consiste à retirer la partie de la plaque correspondant au Rf puis à procéder à une élution de la substance à analyser à partir du support, afin de poursuivre la confirmation par analyse chimique ou physique. Il convient toujours de déposer sur la plaque à côté de l'extrait d'échantillon à analyser une tache du pesticide de référence afin d'éviter tout problème de non-répétabilité du fR. Le dépôt d'une tache de pesticide de référence par-dessus la tache d'extrait peut aussi donner des informations utiles. Les avantages de la chromatographie en couche mince sont sa rapidité, son faible coût et son applicabilité à des produits sensibles à l'action de la chaleur. Ses inconvénients sont (en général) une sensibilité et une capacité de séparation inférieures à celles des techniques de détection chromatographiques au moyen d'instruments et le besoin d'une purification plus efficace dans le cas de détections fondées sur des réactions chromatiques des substances chimiques.

4.8 PRODUCTION DE DERIVES

Ces méthodes de confirmation peuvent être réparties en trois groupes principaux:

a) Réactions chimiques

On a fréquemment recours à des réactions chimiques de faible ampleur pour obtenir des produits de dégradation, d'addition ou de condensation des pesticides, qui sont ensuite réexaminés par des techniques chromatographiques. Ces produits n'ont ni le même temps de rétention ni les mêmes modalités d'apparition dans les détecteurs que les composés initiaux. Un échantillon de pesticides de référence doit être traité à côté du résidu présumé, de manière à pouvoir comparer directement les résultats. Un extrait enrichi doit également être inclus afin de prouver que la réaction s'est produite en présence d'un échantillon du produit à analyser. Il peut y avoir une perturbation lorsque des produits dérivés sont détectés par les propriétés du réactif dérivé. Un inventaire des réactions chimiques utilisées pour les épreuves de confirmation, a été fait par Cochrane, W.P. (Chemical derivatisation in pesticide analysis, Plenum Press, NY (1981)). Les réactions chimiques ont l'avantage d'être rapides et faciles à effectuer, mais il peut être nécessaire d'acheter des réactifs spéciaux et de les purifier.

b) Réactions physiques

Il peut être intéressant de déterminer une altération photochimique d'un résidu de pesticide en vue d'obtenir un ou plusieurs produits ayant un chromatogramme reproductible. Un échantillon de pesticide de référence et un extrait enrichi doivent toujours être traités parallèlement. Si les échantillons contiennent plus d'un seul résidu de pesticides, l'interprétation des résultats peut être difficile. En tels cas, on peut séparer au préalable certains résidus par chromatographie en couche mince, chromatographie en phase liquide à haute résolution ou par fractionnement de la colonne.

c) Autres méthodes

De nombreux pesticides peuvent être dégradés/transformés par des enzymes. Contrairement aux réactions chimiques normales, ces processus sont très spécifiques et entrent généralement dans l'une des catégories suivantes: oxydation, hydrolyse ou de-alkylation. Les produits de conversion ont des caractéristiques chromatographiques différentes du pesticide de départ et la comparaison avec les produits de conversion obtenus avec des pesticides de référence peut être utile pour la confirmation.

4.9 LE CONCEPT DE CONCENTRATION ETALONNEE LA PLUS FAIBLE (CEPF)

4.9.1 Lorsque l'analyse a pour objectif de suivre et de vérifier le respect des LMR ou d'autres limites acceptées (LA), les méthodes appliquées aux résidus doivent être suffisamment sensibles pour déterminer de façon fiable les résidus qui pourraient être présents dans une plante cultivée ou dans un échantillon du milieu à ou à proximité de la LMR ou des LA. Toutefois, il n'est pas nécessaire d'utiliser des méthodes ayant une sensibilité permettant de déterminer des quantités de résidus deux ou trois fois inférieures. Les méthodes élaborées pour mesurer les résidus à des concentrations très faibles sont habituellement très chères et difficiles à appliquer. L'emploi des CEPF (voir glossaire) aurait l'avantage de réduire la difficulté technique d'obtenir les données et en outre réduirait les coûts. Les propositions suivantes concernant les CEPF dans

divers échantillons pourraient être utiles et permettre aux analystes des résidus de concevoir des méthodes appropriées.

4.9.2 Pour les ingrédients actifs pour lesquels il existe des LMR, les CEPF peuvent être indiquées sous forme de fraction de la LMR. Pour faciliter l'analyse, cette fraction variera et pourrait être comme suit:

LMR (mg/kg)	CEPF (mg/kg)
5 ou plus	0,5
0,5 à 5	0,1 passant à 0,5 pour des LMR plus élevées
0,05 à 0,5	0,02 passant à 0,1 pour les LMR
moins de 0,05	0,5 x LMR

Lorsque la LMR est fixée à la limite de détermination de la méthode d'analyse, la CEPF sera également à ce niveau.

4.10 EXPRESSION DES RESULTATS

À des fins réglementaires, seules des données confirmées seront enregistrées, exprimées telles que définies par la LMR. Les valeurs nulles devraient être consignées comme étant inférieures à la concentration étalonnée la plus faible, plutôt qu'inférieures à la concentration calculée par extrapolation. En général, les résultats ne sont pas corrigés en fonction de la récupération, et ils ne peuvent être corrigés que si le taux de récupération s'écarte sensiblement de 100%. Si les résultats sont donnés corrigés en fonction de la récupération, il faut donner à la fois les valeurs mesurées et les valeurs corrigées. Il faut aussi indiquer la base adoptée pour la correction. Lorsque des résultats positifs obtenus par des déterminations répétées (par exemple sur différentes colonnes de CG, avec différents détecteurs ou sur la base d'ions différents des spectres de masse) d'une seule portion d'essai (sous-échantillon), on consignera la valeur la plus basse obtenue. Lorsque des résultats positifs dérivent de l'analyse de plusieurs portions d'essai, on enregistrera la moyenne arithmétique des valeurs les plus faibles obtenues dans chaque portion d'essai. Prenant en compte, en général, une précision relative de 20-30%, les résultats devraient être exprimés seulement avec 2 chiffres significatifs (par exemple: 0,11, 1,1, 11 et $1,1 \times 10^2$). Étant donné qu'à de plus faibles concentrations, la précision peut être de l'ordre de 50%, les valeurs de résidus inférieures à 0,1 devraient être exprimées par un chiffre significatif uniquement.

Figure II.1 Tableau synoptique de la validation de la méthode

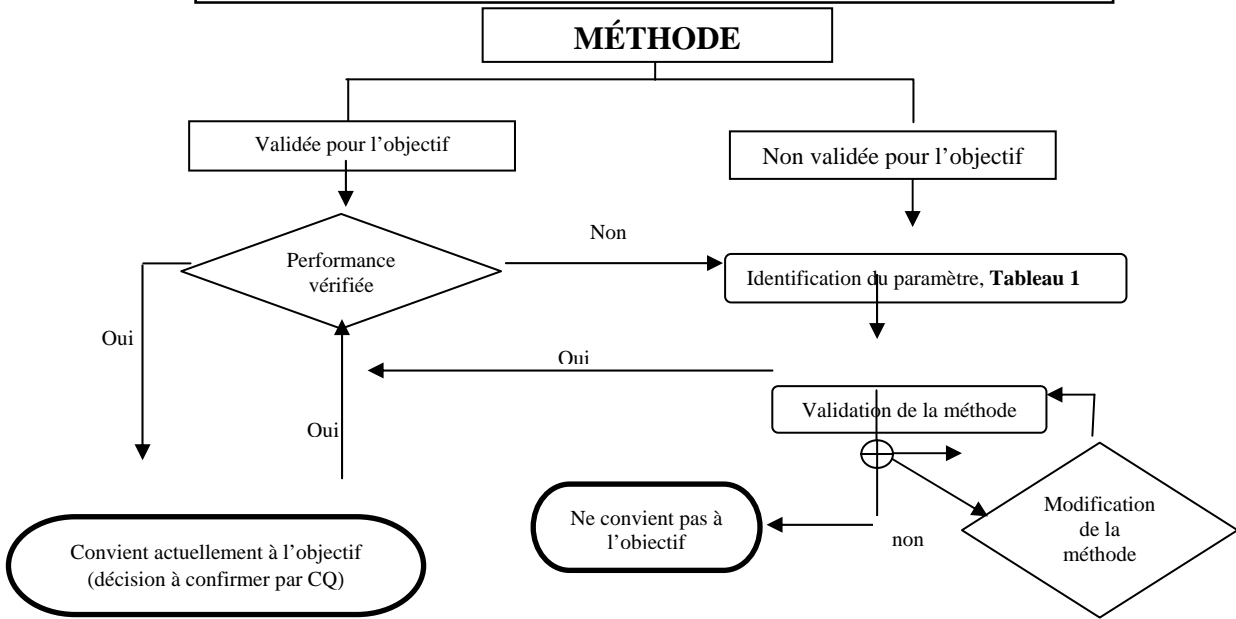


Figure II.2. Vérification de la stabilité de l'analyte

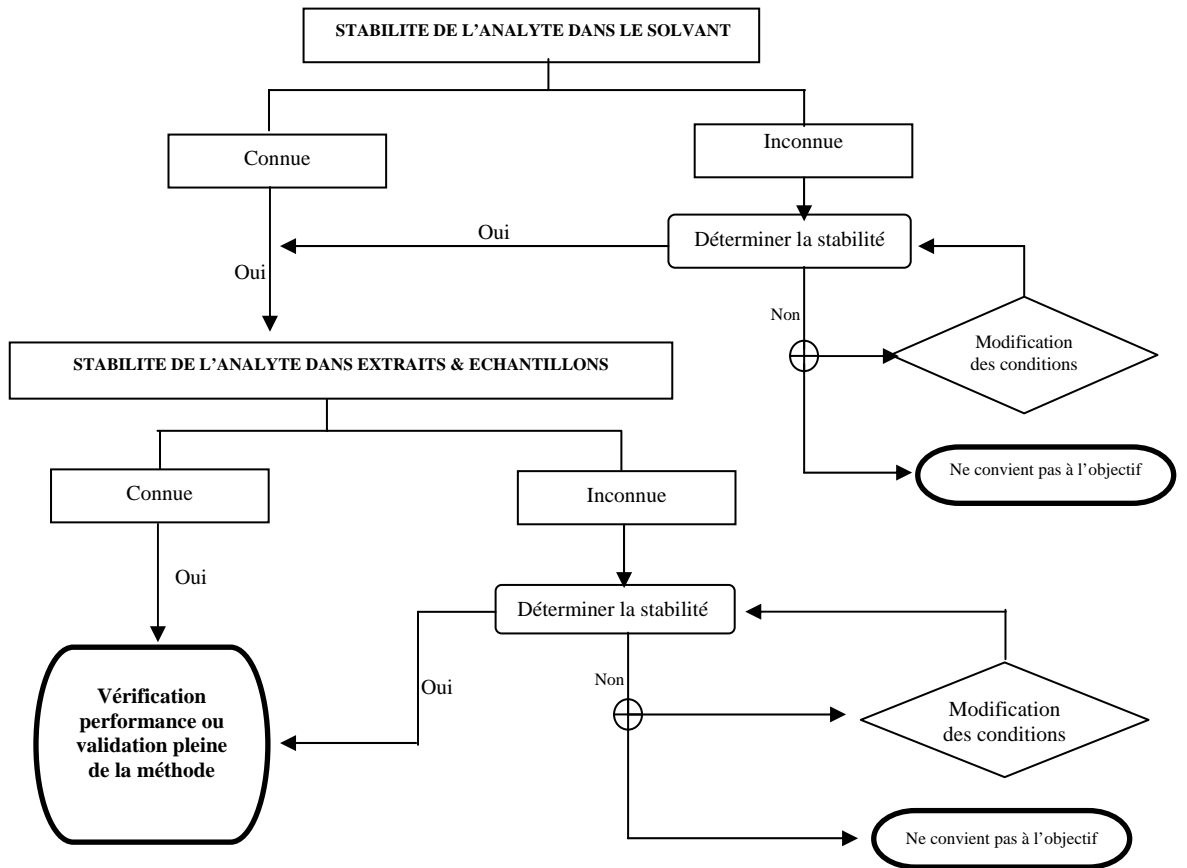


Tableau 1 Résumé des paramètres à évaluer pour la validation des méthodes

Paramètres à tester	Méthode d'analyse existante dont la validité a déjà été démontrée par des essais antérieurs du paramètre, pour une ou plusieurs combinaisons analyte/matrice					Modification d'une méthode existante	Nouvelle méthode, pas encore validée	Types d'expériences pouvant être associés
	Vérification des performances*	Matrice supplémentaire	Analyse supplémentaire	Concentration beaucoup plus basse de l'analyte	Un autre laboratoire			
Spécificité (montrer que le signal détecté est dû à un analyte et non à un composé)	Non (à condition que critères concernant matrices témoins et confirmation de l'analyte soient observés)	Oui, si le contrôle de la qualité montre l'interférence de la matrice	Oui	Oui, si le contrôle de la qualité montre l'interférence de la matrice	Contrôles rigoureux non nécessaires si la performance du système de dosage est similaire ou meilleure	Oui ou non. Des contrôles rigoureux peuvent être nécessaires si le système de dosage est fondamentalement différent ou si l'ampleur des interférences de la matrice est incertaine	Oui. Des contrôles rigoureux peuvent être nécessaires si le système de dosage est différent ou si l'ampleur des interférences des matrices est incertaine, par rapport aux méthodes existantes	
Gamme d'analyse, récupération par extraction, purification, production de dérivés et mesures	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui	Gamme d'étalonnage Gamme d'analyse LD/LQ Effet de la matrice
Gamme d'étalonnage pour la détermination de l'analyte	Non	Non	Oui	Oui	Oui, pour des analytes représentatifs	Oui, pour des analytes représentatifs	Oui, pour des analytes représentatifs analytes	Linéarité, reproductibilité et signal/bruit
LD et LQ	Non	Oui, (partiel si la matrice provient d'une classe représentée)	Oui, partiel pour les analytes représentés	Oui	Oui	Oui	Oui	Concentration étalonnée la plus faible et données de récupération de matériau enrichi à faible concentration
Limite de notification, CEPF	Oui	Non	Non	Non	Non	Non	Non	
Stabilité de l'analyte dans extraits d'échantillon ▶ ▶	Non	Oui, sauf si la matrice provient d'une classe représentée	Oui, sauf si l'analyte est représenté	Oui	Non	Non, à moins que l'extraction/solvant final soit différente, ou que la purification soit moins poussée.	Oui, si l'extraction/solvant final est différente de celle utilisée dans une méthode existante, ou si la purification est	

Paramètres à tester	Méthode d'analyse existante dont la validité a déjà été démontrée par des essais antérieurs du paramètre, pour une ou plusieurs combinaisons analyte/matrice					Modification d'une méthode existante	Nouvelle méthode, pas encore validée	Types d'expériences pouvant être associés
	Vérification des performances*	Matrice supplémentaire	Analyse supplémentaire	Concentration beaucoup plus basse de l'analyte	Un autre laboratoire			
							moins poussée par rapport aux autres méthodes utilisées.	
Stabilité de l'analyte durant le stockage de l'échantillon ▶ ▲	Oui	Oui	Oui,	Idéalement	Non	Non	Non	
Efficacité de l'extraction ▶	Non	Idéalement	Idéalement	Idéalement	Non	Non, sauf dans des conditions d'extraction différentes	Oui, sauf si on utilise une procédure d'extraction déjà testée.	
Homogénéité des échantillons à analyser	Oui ▶	Non, sauf si la matrice est sensiblement différente	Non	Non	Non, à moins que l'équipement ne soit changé	Non, à moins que l'équipement ne soit changé	Oui, sauf si on utilise un procédé de transformation de l'échantillon déjà testé	Voir plus bas
Stabilité de l'analyte dans la transformation de l'échantillon ▶	Non	Oui, à moins qu'il ne s'agisse d'une matrice représentée	Oui, à moins qu'il ne s'agisse d'un analyte représenté	Idéalement	Non	Non, à moins que le procédé ne comporte température plus élevée, laps de temps plus long, broyage plus grossier, etc.	Non, à moins que le procédé ne comporte température plus élevée, laps de temps plus long, broyage plus fin, etc. que les procédés validés.	Répétabilité, reproductibilité

* Contrôle de qualité en cours

▶ Si on ne dispose pas d'informations pertinentes

▶ Il faut choisir des analytes représentatifs sur la base des caractéristiques de l'hydrolyse, de l'oxydation et de la photolyse.

▲ Les données sur la stabilité dans/sur des produits représentatifs devraient fournir des renseignements suffisants. Des essais supplémentaires sont nécessaires, par exemple, lorsque:

a les échantillons sont stockés pendant un laps de temps dépassant la période d'essai (par exemple stabilité testée pendant 4 semaines et qu'une perte de l'analyte mesurable se produit durant cette période, échantillons non analysés dans un délai de 6 semaines),

b les essais de stabilité sont effectués à $\leq -18^{\circ}\text{C}$, mais que les échantillons sont stockés en laboratoire à $\leq 5^{\circ}\text{C}$;

c les échantillons sont normalement stockés à $\leq -15^{\circ}\text{C}$, mais la température de stockage monte jusqu'à $+5^{\circ}\text{C}$.

▶ L'information sur l'efficacité de l'extraction peut être disponible auprès du fabricant ou de la société qui s'occupe d'homologuer le composé.

▶ Occasionnellement, avec une analyse répétée de portions d'essai d'échantillons positifs.

Tableau 2 Paramètres à évaluer pour la validation de la méthode dans des conditions différentes

Paramètre	Concentration(s)	Nombre d'analyses ou type d'essai requis		Critères		Observations
			Méthode quantitative	Méthode de dépistage		
1. Performances de la méthode optimisée en laboratoire (un seul laboratoire)						
1.1 Stabilité de l'analyte dans les extraits et solutions étalons	$A \leq LA$, ou avec des résidus bien détectables	<p>≥5 répliques à chaque point approprié dans le temps (y compris zéro) et pour chaque analyte/produit représentatif. Enrichir les extraits de l'échantillon à blanc pour tester la stabilité des résidus.</p> <p>Comparer la concentration de l'analyte dans des solutions étalons stockées/ récemment préparées.</p>	Aucun changement significatif dans la concentration de l'analyte dans les extraits et produits étalons à analyser stockés (P = 0,05)	A la fin de la période de stockage, les résidus ajoutés à la CEPF sont détectables		Il faudra procéder à un essai de stabilité si la méthode d'analyse est interrompue durant le procédé de détermination, et il est probable que le matériau sera stocké plus longtemps que pour déterminer la précision, ou si l'on obtient de faibles taux de récupération durant l'optimisation de la méthode. Si les extraits de récupération sont stockés durant l'optimisation de la méthode, le taux de récupération sera mesuré par rapport aux produits d'étalonnage aussi bien "vieux" que "récemment préparés". Le temps de stockage devrait comprendre la période la plus longue qui sera probablement nécessaire pour terminer l'analyse.
1.2 Fonction d'étalonnage Effet de la matrice	CEPF à 2 (3) fois la LA	<p>Tester les fonctions de réponse de tous les analytes inclus dans la méthode avec ≥2 répliques à ≥3 concentrations de l'analyte plus échantillon à blanc. Pour réponse non linéaire, déterminer la courbe de réponse à ≥7 concentrations et ≥3 répliques.</p> <p>Tester l'effet de la matrice avec tous les analytes et matrices représentatifs. Appliquer les produits étalons préparés dans le solvant et échantillonner les extraits au hasard.</p>	<p>Pour étalonnage linéaire: coefficient de régression des solutions de produits étalons à analyser (r) ≥ 0,99.</p> <p>ET de résidus ($S_{y/x}$) ≤ 0,1</p> <p>Pour la fonction polynomiale (r) ≥ 0,98.</p> <p>L'effet de la matrice est confirmé si la différence est significative pour P = 0,05.</p>	<p>Pour étalonnage linéaire: coefficient de régression (r) ≥ 0,98. ET de résidus ≤ 0,2</p> <p>Pour la fonction polynomiale (r) ≥ 0,95</p>		<p>On peut établir des paramètres d'étalonnage durant l'optimisation du procédé, la détermination de la précision ou la capacité de détection. Préparer des solutions d'étalonnage à des concentrations différentes.</p> <p>Pour les MRM, procéder à l'étalonnage avec des mélanges d'analytes ("mélange de produits étalons"), qui peuvent être correctement séparés par le système chromatographique.</p> <p>Utiliser des produits étalons concordant avec la matrice pour de nouveaux essais si l'effet de la matrice est significatif. La validation de la méthode pourrait ne pas donner d'information définitive sur les effets de la matrice, car ceux-ci changent avec le temps, avec l'échantillon (parfois), avec la colonne, etc.</p>
1.3 Gamme à analyser, exactitude, justesse, précision, limite	CEPF à 2 (3) fois la LA*	Analyser combinaisons matrices/analytes représentatifs: ≥ 5 portions à analyser enrichies à zéro, CEPF, LA et ≥3 répliques à des concentrations de 2-3 LA. Les	<p>La LQ devrait convenir à l'objectif.</p> <p>Taux de récupération moyen et CV_A voir tableau 3.</p>	Toutes les récupérations sont détectables à la CEPF		Les analystes devraient démontrer que la méthode convient pour déterminer la présence de l'analyte à la LA appropriée, avec le maximum d'erreurs (faux négatifs et faux positifs) spécifié.

Paramètre	Concentration(s)	Nombre d'analyses ou type d'essai requis		Critères	Observations
			Méthode quantitative	Méthode de dépistage	
de détection (LD), limite de quantification (LQ)		essais de récupération devraient être partagés entre tous les analystes qui utiliseront la méthode et les instruments qui serviront pour l'analyse.	Valeur moyenne des résidus* mesurée dans le matériau de référence ne diffère pas sensiblement de la valeur convenue ($P = 0,05$).		<p>Pour les MRM, le niveau d'enrichissement des échantillons à blanc devrait comprendre les LA des analytes représentés. Par conséquent, celles-ci pourraient ne pas correspondre à la LA effective pour les analytes représentatifs. Enrichir les portions à analyser avec des mélanges de substances étalons.</p> <p>Les gammes d'exactitude et de précision déterminées pour les combinaisons analyte/matrice représentatives peuvent être considérées typiques de la méthode, et seront utilisées comme critères d'applicabilité pour l'extension à de nouveaux analytes et produits, et premières orientations pour le contrôle interne de la qualité de la méthode.</p> <p>Consigner les résultats non corrigés, le taux de récupération moyen et le CV_A des répliques. Le CV_A équivaut à la reproductibilité en laboratoire de l'analyse des échantillons.</p> <p>* Corriger les résultats pour le taux de récupération moyen si celui-ci est très différent de 100 %.</p> <p>Lorsque la méthode ne permet pas d'estimer le taux de récupération, l'exactitude et la précision seront celles de l'étalonnage.</p>
1.4 Spécificité et sélectivité de la détection de l'analyte	A la concentration étalonnée la plus faible (CEPF)	Identifier par la spectrométrie de masse, par une technique similaire ou en combinant de façon appropriée les techniques de séparation et de détection disponibles. Analyser ≥ 5 blancs de chaque produit représentatif, obtenus de préférence auprès de sources différentes. Consigner l'équivalent de l'analyte dans la	La réponse mesurée est due uniquement à l'analyte. Les résidus mesurés sur deux colonnes différentes devraient être compris dans la gamme critique des déterminations chromatographiques répétées.	Le taux d'échantillons avec de faux résultats négatifs (erreur β) à la LA devrait être en général $< 5\%$.	<p>S'applique uniquement à une combinaison particulière de techniques de séparation et de détection. Au lieu d'échantillons non traités, on pourra utiliser des échantillons qui ont été soumis à des traitements que l'on connaît, pour des analytes autres que ceux appliqués durant le traitement.</p> <p>La maturité des matrices de l'échantillon peut influencer dans une large mesure sur la réponse de l'échantillon à blanc. Il faudra contrôler régulièrement les valeurs du blanc durant la vérification des performances (voir Section 5 ci-</p>

Paramètre	Concentration(s)	Nombre d'analyses ou type d'essai requis		Critères	Observations
			Méthode quantitative	Méthode de dépistage	
		réponse du blanc. Déterminer et consigner la sélectivité (δ) du détecteur et les facteurs de réponse relatifs (fRR) des analytes représentatifs avec les détecteurs spécifiques utilisés.			dessous). Consigner les pics typiques présents dans les extraits d'échantillons à blanc. La CEPF devrait de préférence être $\leq 0,3$ LA, sauf lorsque la LA est fixée à la limite de quantification ou à proximité. L'essai peut être effectué en même temps que la détermination de la limite de décision et la capacité de détection et fournira aussi des informations sur les tRR et fRR des composés. Modifier les conditions chromatographiques si l'échantillon à blanc influe sur l'analyte ou utiliser un autre système de détection. La combinaison appropriée de détecteurs sélectifs augmente la spécificité, car la quantité d'informations sur l'analyte augmente.
1.5 Sélectivité de la séparation	A la LA	Déterminer les valeurs de tRR pour tous les analytes à tester par la méthode (pas seulement les composés de référence). Lorsqu'on utilise des techniques chromatographiques sans détection spectrométrique, il faut appliquer différents principes de séparation et/ou déterminer les tRR sur des colonnes à polarité différente. Déterminer et consigner la résolution (R_S) et les facteurs de traîne (T_T) des pics critiques.	Le pic maximal le plus proche devrait être séparé du pic désigné de l'analyte par au moins une largeur entière à 10% de la hauteur du pic; sinon, une détection plus sélective de tous les analytes est nécessaire.	Identification provisoire de tous les analytes testés (il n'est pas nécessaire de séparer tous les analytes)	A moins d'utiliser la séparation chromatographique et la détection spectrométrique en combinaison, consigner les valeurs de tRR sur des colonnes de polarité différente, qui permettent de séparer (minimum $R \geq 1,2$) tous les analytes testés. L'essai peut être associé avec la détermination de la fonction d'étalonnage et l'effet de la matrice (voir 1.7)
1.6 Homogénéité de l'analyte dans l'échantillon à analyser	A proximité de la limite acceptée ou résidus bien détectables	Analyser ≥ 5 portions identiques d'un échantillon d'essai d'un produit représentatif de chaque groupe (Tableau 5), après traitement. Déterminer le CV_{sp} avec l'analyse de la variance. On vérifiera l'homogénéité de l'analyte avec des analytes dont la	$CV_{sp} \leq 10\%$.	$CV_{sp} \leq 15\%$ Pour les méthodes de dépistage, il est parfois préférable de prélever une portion dans laquelle on peut prévoir qu'il y aura plus de résidus (par exemple peau d'agrumes) et	Utiliser de préférence des produits dont les résidus d'origine à la surface sont <u>stables</u> ou traiter la surface d'une petite partie des unités naturelles (<20%) de l'échantillon de laboratoire avant de couper ou de hacher pour représenter le scénario le plus défavorable pour le traitement de l'échantillon. Traitement validé pour l'utilisation avec tout procédé ultérieur.

Paramètre	Concentration(s)	Nombre d'analyses ou type d'essai requis		Critères	Observations
			Méthode quantitative	Méthode de dépistage	
		stabilité a été reconnue.		il n'est pas toujours nécessaire qu'elle soit homogène.	Validation applicable à d'autres produits ayant les mêmes propriétés physiques et indépendante de l'analyte. On peut en même temps tester la stabilité de l'analyte (voir Section 1.7 de ce tableau) Déterminer la constante d'échantillonnage ^{3/ 4/} Pour calculer la taille de la portion à analyser requise pour satisfaire aux critères de qualité du $CV_{sp} \leq 10\%$ spécifié. Il peut ne pas être nécessaire de déterminer séparément le CV_{sp} si le CV_L des résidus d'origine se situe dans les limites spécifiées au tableau 2.
1.7 Stabilité de l'analyte durant le traitement de l'échantillon	A proximité de la LA	Enrichir les produits avec des quantités connues d'analytes avant de traiter l'échantillon. Analyser ≥ 5 répliques de chaque produit, après traitement, Appliquer un composé marqueur théoriquement stable avec les analytes soumis à l'essai. Pour les MRM et les méthodes pour des groupes spécifiques, il est possible de tester ensemble plusieurs analytes.	Il n'est pas nécessaire de spécifier la stabilité de l'analyte si le taux de récupération global moyen de l'analyte ajouté avant le traitement de l'échantillon (y compris la récupération du procédé) et le CV_A se situent dans les fourchettes indiquées au tableau 3. Quantifier la stabilité si la récupération globale et la récupération du procédé diffèrent sensiblement ($P=0,05$).	L'analyte ajouté à la CEPF reste détectable après le traitement.	La température de l'échantillon durant le traitement peut être critique. Traitement validé pour être utilisé avec tout procédé ultérieur. La validation peut être spécifique de l'analyte et/ou de la matrice de l'échantillon. Pour tester la stabilité, déterminer le taux de récupération moyen et le CV_L des composés marqueurs labiles et stables. Utiliser ces composés pour des contrôles internes de la qualité (voir section 5). Exprimer le ratio de la concentration moyenne des composés labiles et stables pour indiquer la stabilité des résidus. Les CV des composés stables indiqueront également la répétabilité en laboratoire.

^{3/} Wallace, D. et Kratochvil, B., Analytical Chemistry, **59**, 1987, 226.

^{4/} Ambrus, A., Solymosné, E.M. et Korsós, I., J. Environ. Sci. and Health, **B31**, 1996, 443.

Paramètre	Concentration(s)	Nombre d'analyses ou type d'essai requis		Critères	Observations
			Méthode quantitative	Méthode de dépistage	
1.8 Efficacité de l'extraction	A proximité de la LA ou résidus facilement mesurables	<p>Analyser ≥ 5 portions identiques d'échantillons ou de matériau de référence avec des résidus d'origine.</p> <p>Comparer le procédé de référence (ou différent) avec celui faisant l'objet de l'essai.</p> <p>Pour les MRM, il serait préférable que les analytes testés aient une large gamme de coefficients de partage octanol/eau. On les déterminera uniquement en utilisant les résidus d'origine.</p>	<p>Pour les échantillons contenant des résidus d'origine, le résultat moyen obtenu avec le procédé de référence et le procédé à l'essai ne devrait pas différer sensiblement de la concentration $P=0,05$ en appliquant CV_L dans le calcul.</p> <p>Ou, la valeur convenue du matériau de référence et la moyenne des résidus ne devraient pas différer sensiblement à une concentration de $P=0,05$ lorsqu'elles sont calculées avec le CV_A de la méthode testée. Lorsque le CV_A de la méthode dépasse 10%, il faudrait augmenter le nombre d'analyses répétées pour maintenir l'écart-type relatif de la moyenne $< 5\%$.</p> <p>Sinon, quantifier et consigner l'efficacité de l'extraction (non compris la récupération de la phase analytique après l'extraction).</p>	La moyenne de résidus d'origine, qui sont présents à ou à proximité de la LQ ou de la CEPF, est détectable dans les échantillons.	<p>La température de l'extrait, la vitesse du mélangeur ou Ultra Turrax, la durée de l'extraction et le rapport solvant/eau/matrice peuvent avoir un effet sensible sur l'efficacité de l'extraction. On peut vérifier l'effet de ces paramètres en effectuant un essai de robustesse. Les conditions optimisées devraient être maintenues constantes autant que possible.</p> <p>La validation est généralement applicable aux produits appartenant à un même groupe et aux analytes représentés ayant des propriétés physiques et chimiques similaires. La validation est indépendante des procédés qui seront appliqués ultérieurement.</p> <p>Le taux de récupération moyen de chaque méthode devra être déterminé sur des portions à analyser enrichies. Corriger les résultats avec un taux de récupération moyen de l'analyse s'il est très différent de 100%.</p> <p>Selon certains règlements, la capacité des nécessaires de dépistage doit être testée pour détecter un résultat positif avec un taux de confiance de 95%.</p>
1.9 Stabilité de l'analyte durant le stockage de l'échantillon	A proximité de la limite acceptée	Analyser des échantillons venant d'être homogénéisés contenant des résidus d'origine, ou homogénéiser et enrichir des échantillons à blanc (temps 0), puis analyser les échantillons	Aucune perte significative de l'analyte durant le stockage ($P = 0,05$)	L'analyte ajouté à la concentration étalonnée la plus faible (CEPF) reste détectable après le stockage	L'entreposage est validé pour l'emploi avec tout procédé ultérieur. La validation est propre à l'analyte. Toutefois, en général, les données sur la stabilité à l'entreposage obtenues avec des matrices d'échantillons représentatifs peuvent être considérées valides pour des matrices

Paramètre	Concentration(s)	Nombre d'analyses ou type d'essai requis		Critères		Observations
			Méthode quantitative	Méthode de dépistage		
		stockés selon les procédés normaux du laboratoire (en général à ≤ -18 °C). La durée du stockage devrait être \geq à l'intervalle le plus long prévu entre l'échantillonnage et l'analyse. ≥ 5 répliques à chaque point dans le temps. Quand les portions stockées sont analysées ≥ 4 occasions, tester ≥ 2 portions enrichies, et ≥ 1 portion témoin enrichie au moment de l'analyse. Les portions à analyser devraient être dégelées juste avant ou pendant l'extraction.				semblables. Les matrices devront être choisies compte tenu de la stabilité chimique (par exemple hydrolyse) de l'analyte et l'utilisation prévue de la substance. L'information utile sur la stabilité durant le stockage peut être obtenue avec les évaluations de la JMPR ^{5/} ou dans la documentation présentée pour l'enregistrement des composés. Consigner la concentration initiale de résidu, la concentration du résidu restante et la récupération de l'analyte dans le procédé. On évitera de stocker inutilement l'échantillon en planifiant soigneusement l'échantillonnage et l'analyse consécutive, moyennant un arrangement administratif qui ne fait pas partie de la méthode d'analyse.
2. Extension de la méthode validée						
2.1 Stabilité de l'analyte durant le stockage et la transformation des échantillons, et dans les extraits et solutions de substances étalons.	Voir 1.1, 1.2 et 1.9					Seulement si on ne dispose pas encore de données sur la stabilité dans les conditions de transformation et sur la matrice représentative.
2.2 Fonction d'étalonnage effet de la matrice	CEPF à 2 (3) fois la LA:	Étalonnages en trois points qui comprennent la limite acceptée avec et sans substances étalons à analyser concordant avec la matrice	Pour l'étalonnage linéaire: coefficient de régression pour les solutions de substances étalons à analyser $(r) \geq 0,99$. ET des résidus relatifs $(S_{y/x}) \leq 0,1$ Pour la fonction polynomiale $(r) \geq 0,98$.	Pour l'étalonnage linéaire: coefficient de régression $(r) \geq 0,98$. ET des résidus relatifs $\leq 0,2$ Pour la fonction polynomiale $(r) \geq 0,95$.		La validation de la méthode peut ne pas donner d'informations précises sur les effets de la matrice, du fait que ceux-ci changent dans le temps, avec l'échantillon (parfois), avec la colonne, etc.

5/ FAO, Résidus de pesticides dans les aliments – Évaluations; publié annuellement dans la série FAO Production végétale et protection des plantes

Paramètre	Concentration(s)	Nombre d'analyses ou type d'essai requis		Critères	Observations
			Méthode quantitative	Méthode de dépistage	
2.3 Exactitude, précision, LD, LQ	A la LA	<p>Dans le cas d'une détection prévue:</p> <p>a) Analyser 3 portions de matrices d'échantillons représentatifs intéressant l'analyste enrichis à la limite acceptée.</p> <p>Dans le cas d'une détection imprévue:</p> <p>b) Enrichir deux ou, mieux, trois portions supplémentaires de l'échantillon à analyser à peu près à la concentration du nouvel analyte. Calculer le taux de récupération de l'analyte ajouté. Utiliser une matrice d'échantillon similaire pour l'essai de récupération si on ne dispose pas d'une quantité suffisante d'échantillon à analyser.</p>	<p><i>Les résidus récupérés devraient se situer dans les limites de répétabilité de la méthode:</i></p> <p>Trois portions: $C_{\max} - C_{\min} \leq 3.3CV_{Atyp}Q$</p> <p>Deux portions: $C_{\max} - C_{\min} \leq 2.8*CV_{Atyp}Q$</p> <p>CV_{Atyp} est le coefficient de répétabilité type de variation de la méthode à adapter.</p> <p>Q =récupération moyenne du nouvel analyte; il doit être conforme au tableau 3.</p>	<p>Les analytes ajoutés aux échantillons à blanc à la concentration visée indiquée devraient être mesurables dans tous les essais.</p>	<p>Utiliser le CV_{Atyp} établi durant la validation de la méthode.</p> <p>La méthode ne devrait être testée qu'avec des produits représentant l'utilisation prévue (mauvaise utilisation possible) de l'analyte.</p>
2.4 Spécificité et sélectivité de la détection de l'analyte	A la CEPF	<p>Identifier par spectrométrie de masse, ou en combinant de façon appropriée les techniques de séparation et de détection disponibles.</p> <p>Dans le cas d'une détection prévue:</p> <p>a) Analyser un échantillon à blanc représentatif de chaque groupe de produits intéressant l'analyste (dans lesquels le nouvel analyte sera probablement présent). Analyser une nouvelle matrice avec des composés représentatifs.</p> <p>Dans le cas d'une détection imprévue:</p>	<p>La réponse mesurée est due uniquement à l'analyte.</p> <p>Le système de détection utilisé devrait afficher une performance du détecteur égale ou supérieure à celle appliquée durant la validation de la méthode.</p> <p>Les résidus mesurés sur deux colonnes différentes devraient se situer dans la fourchette critique des déterminations par chromatographie des répliques. Les tRR des analytes représentatifs obtenus durant la validation de la méthode</p>	<p>Le taux d'échantillons donnant de faux résultats négatifs (erreur β) à la limite acceptée devrait être < 5%.</p>	<p>Lorsque l'on prévoit d'étendre la méthode à un nouvel analyte, il faut vérifier l'applicabilité de la méthode pour toutes les matrices d'échantillons représentatifs dans lesquelles l'analyte peut être présent.</p> <p>Lorsqu'un analyte est détecté de façon imprévue, le contrôle de la performance peut être effectué pour la matrice réelle seulement Voir aussi 1.4.</p> <p>Les réponses des échantillons à blanc ne doivent pas interférer avec les analytes, qui seront probablement mesurés dans l'échantillon.</p> <p>Consigner les pics typiques présents dans les extraits d'échantillons à blanc.</p> <p>Le bruit de fond d'un extrait d'une nouvelle matrice doit être compris dans la fourchette obtenue pour les produits/matrices d'échantillon représentatifs.</p> <p>Si la sélectivité de la détection n'élimine pas la</p>

Paramètre	Concentration(s)	Nombre d'analyses ou type d'essai requis		Critères	Observations
			Méthode quantitative	Méthode de dépistage	
		b) Vérifier la réponse de l'échantillon à blanc (si disponible), ou démontrer que la réponse obtenue correspond seulement à l'analyte, en utilisant la meilleure technique disponible au laboratoire. Vérifier δ et la fRR de détection ainsi que les tRR des analytes représentatifs. Comparer les tRR et la réponse du nouvel analyte avec d'autres analytes testés durant la validation de la méthode et avec les réponses des blancs obtenues durant l'extension de la méthode et la validation antérieure de la méthode.	ne devraient pas dépasser 2 % pour la détermination par CPG et 5 % pour la détermination par CLHR.		réponse de la matrice, utiliser une combinaison appropriée de colonnes de chromatographie qui permet de séparer les analytes des pics de la matrice. Voir d'autres options au tableau 6.
2.5 Sélectivité de la séparation	Voir 1.5	Voir 1.5	Voir 1.5	Voir 1.5	Voir 1.5 Seulement si on ne dispose pas d'informations
2.6 Efficacité de l'extraction	Voir 1.8	Voir 1.8	Voir 1.8	Voir 1.8	Voir 1.8 Seulement si on ne dispose pas d'informations
3. Adaptation de la méthode validée dans un autre laboratoire					
3.1 Pureté et adéquation des substances chimiques, réactifs et ad(ab)sorbants		Tester un blanc de réactif et l'applicabilité des ad(ab)sorbants et réactifs. Produire des dérivés avec et sans échantillon.	Aucune réponse d'interférence dépassant 0,3 CEPF.	Aucune réponse d'interférence dépassant 0,5 CEPF.	Quelques-uns des problèmes les plus communs dans le transfert des méthodes concernant des différences dans le choix des réactifs, des solvants, des milieux de chromatographie ou dans les dotations en équipement. Chaque fois que possible, essayer de confirmer les matériels et l'équipement utilisés par le concepteur de la méthode, si cette information n'est pas fournie avec la méthode ou la publication reçue. Une fois que la méthode fonctionne dans le laboratoire, on peut essayer d'effectuer des substitutions.
3.2 Stabilité de l'analyte dans	Voir 1.10	Voir 1.1	Voir 1.1	Voir 1.1	Cet essai peut être omis si des informations complètes sont fournies avec la méthode sur la

Paramètre	Concentration(s)	Nombre d'analyses ou type d'essai requis		Critères	Observations
			Méthode quantitative	Méthode de dépistage	
des extraits et solutions de substances étalons					stabilité de l'analyte ou si la méthode en remplace une autre utilisée précédemment pour l'analyte, et que des données sur la stabilité de l'analyte ont déjà été fournies pour la méthode précédente.
3.3 Fonction d'étalonnage Effet de la matrice	CEPF à 2 (3) fois la LA	Tester les fonctions de réponse des analytes représentatifs inclus dans la méthode à ≥ 3 concentrations d'analytes plus le blanc. Pour une réponse non linéaire, déterminer la courbe de réponse à ≥ 7 concentrations et ≥ 3 répliques. Tester l'effet de la matrice avec des analytes et matrices représentatifs.	Pour l'étalonnage linéaire: coefficient de régression pour des solutions de substances étalons à analyser ($r \geq 0,99$). ET des résidus relatifs ($S_{y/x}$) $\leq 0,1$ Pour la fonction polynomiale ($r \geq 0,98$).	Pour l'étalonnage linéaire: coefficient de régression ($r \geq 0,98$). ET des résidus relatifs $\leq 0,2$ Pour la fonction polynomiale ($r \geq 0,95$).	Voir: 1.2
3.4 Gamme d'analyse Exactitude et précision, limite de détection, limite de quantification	Extrait en blanc et/ou à la LA	Analyser des combinaisons analyte/matrice représentatives: ≥ 5 portions à analyser de chaque échantillon à blanc enrichi à 0 et à la LA, et 3 portions enrichies à 2 LA. Les essais de récupération doivent être répartis entre tous les analystes qui utiliseront la méthode et les instruments qui serviront à l'analyse.	La récupération moyenne et le CV_A doivent être compris dans les fourchettes indiquées au tableau 3.	Toutes les récupérations seront détectables à la CEPF. Matériels de référence à la LA: analyte détecté.	Voir observations à la section 1.3.
3.5 Spécificité et sélectivité de la détection de l'analyte	A la LA	Vérifier les caractéristiques de performance des détecteurs utilisés et les comparer avec celles spécifiées dans la méthode. Vérifier la réponse d'un blanc de chaque produit représentatif, ou effectuer l'essai selon la description à la section 1.4.	La réponse mesurée est due uniquement à l'analyte. Les performances du détecteur (sensibilité et sélectivité) doivent être égales ou supérieures à celles spécifiées dans la	Le taux d'échantillons donnant de faux résultats négatifs (erreur β) à la LA doit être en général $< 5\%$.	La réponse relative des détecteurs spécifiques peut varier sensiblement d'un modèle à l'autre. Une vérification correcte de la spécificité de la détection est critique pour obtenir des résultats fiables. Comparer la réponse du blanc observée avec les pics typiques signalés dans les extraits en blanc. Voir d'autres observations à la section 1.4.

Paramètre	Concentration(s)	Nombre d'analyses ou type d'essai requis		Critères	Observations
			Méthode quantitative	Méthode de dépistage	
			méthode. Voir section 1.4		
3.6 "Homogénéité" de l'analyte	A proximité de la LA ou résidus bien détectables	Tester deux produits représentatifs de nature différente	$CV_{sp} < 10\%$	$CV_{sp} < 15\%$ Pour les méthodes de dépistage, il est parfois préférable de prélever une portion dans laquelle on peut prévoir qu'il y aura plus de résidus (par exemple peau d'agrumes) et il n'est pas toujours nécessaire qu'elle soit homogène.	Les essais sont menés pour confirmer la similitude des conditions d'application et l'applicabilité des paramètres obtenus par le laboratoire validant la méthode. Quand l'essai donne des résultats indiquant un CV_{sp} similaire, les conditions de transformation de l'échantillon peuvent être considérées analogues et il ne sera pas nécessaire de procéder à d'autres essais pour la validation de la méthode.
3.7 Stabilité de l'analyte dans les extraits et solutions étalons	Voir 1.1	Voir 1.1	Voir 1.1	Voir 1.1	Cet essai peut être omis si des informations complètes sont fournies avec la méthode sur la stabilité de l'analyte ou si la méthode en remplace une autre utilisée précédemment pour l'analyte, et que des données sur la stabilité de l'analyte ont déjà été fournies pour la méthode précédente.

Tableau 3. Critères pour la validation en laboratoire des méthodes d'analyse de résidus de pesticides

Concentration	Répétabilité		Reproductibilité		Justesse ²
	CV _A % ³	CV _L % ⁴	CV _A % ³	CV _L % ⁴	Gamme de taux moyens de récupération
≤1 µg/kg	35	36	53	54	50–120
> 1 µg/kg ≤ 0,01 mg/kg	30	32	45	46	60–120
> 0,01 mg/kg ≤ 0,1 mg/kg	20	22	32	34	70–120
> 0,1 mg/kg ≤ 1 mg/kg	15	18	23	25	70–110
> 1 mg/kg	10	14	16	19	70–110

1. Avec les méthodes multi-résidus, il peut y avoir des analytes dans lesquels ces critères de performance quantitatifs ne peuvent pas être strictement observés. L'acceptabilité des données produites dans ces conditions dépendra du but des analyses, par exemple lorsque l'on vérifie la conformité aux LMR, les critères indiqués devraient être observés dans la mesure où cela est techniquement possible, tandis que toute donnée au-dessous de la LMR pourrait être acceptable avec la plus grande incertitude.
2. Ces gammes de taux de récupération sont appropriées pour les méthodes multi-résidus. Des critères plus stricts peuvent être nécessaires dans certains buts, par exemple méthodes pour des analytes uniques ou des résidus de médicaments vétérinaires (voir Codex Volume 3, 1996).
3. CV_A: Coefficient de variation pour l'analyse excluant la transformation de l'échantillon. Le paramètre peut être estimé à l'aide d'essais effectués avec des matériaux de référence ou des portions à analyser enrichies avant l'extraction. En l'absence d'un matériel de référence certifié, on peut utiliser un matériel de référence préparé au laboratoire.
4. CV_L: C'est le coefficient de variation global d'un résultat de laboratoire, prévoyant jusqu'à 10% de variabilité des résidus entre les portions à analyser (CV_{Sp}). Note: On peut calculer la variabilité des résidus entre les portions à analyser à partir de l'incertitude de la mesure des portions réplique des échantillons (CV_L) contenant des résidus; $CV_L^2 = CV_{Sp}^2 + CV_A^2$.

Tableau 4 Spécifications pour la vérification des performances

Paramètre	Concentration(s)	Nombre d'analyses ou type d'essai requis		Critère	Observations
			Méthode quantitative	Méthode de dépistage	
4. Contrôle de la qualité (vérification des performances)					
4.1 Méthodes utilisées régulièrement					
4.1.1 Adéquation des substances chimiques, adsorbants et réactifs		Pour chaque nouveau lot: tester un blanc de réactifs, l'applicabilité des ad(ab)sorbants et des réactifs. Procéder à la production de dérivés sans échantillon.	Pas de réponse d'interférence $\geq 0,3$ CEPF.	Pas de réponse d'interférence $\geq 0,5$ LA.	Autrement, si l'échantillon à blanc, l'étalonnage et la récupération sont satisfaisants, l'adéquation des réactifs, etc. est confirmée.
4.1.2 Étalonnage et gamme de l'analyse		L'étalonnage en un point unique peut être utilisé avec des mélanges de substances -étalons, si l'intersection de la fonction d'étalonnage est proche de 0. Appliquer l'étalonnage en des points multiples (3x2) pour la confirmation quantitative.	Le lot à analyser peut être considéré comme étant sous contrôle statistique si les substances-étalons à analyser et les extraits d'échantillon sont injectés alternativement, et l'écart-type calculé des résidus relatifs est $\leq 0,1$.	L'analyte est détecté à la CEPF.	La solution étalon et les échantillons doivent être injectés alternativement. L'échelonnement avec des injections de substances-étalons appropriées peut constituer une alternative à l'étalonnage multipoints qui fera gagner du temps, en particulier si on ne dispose pas d'un échantillonneur automatique. Etant donné que la réponse du système change souvent, on peut procéder à un étalonnage multipoints régulièrement pour confirmer que l'intersection est proche de zéro. L'étalonnage multipoints n'est pas nécessaire pour la confirmation quantitative si le produit étalonné a une concentration très proche de celle de l'échantillon.
4.1.3 Exactitude et précision	Dans la gamme de l'analyse	Inclure dans chaque lot à analyser ≥ 1 échantillon enrichi avec un mélange de substances étalons, ou effectuer une nouvelle analyse d'une portion réplique d'un échantillon positif,	La performance du détecteur et la colonne de chromatographie seront égales ou supérieures à celles spécifiées dans la méthode. Il est préférable que tous les taux de récupération restent dans la limite d'avertissement du diagramme de contrôle établi selon la section 4.5.2. Pour un essai long, un sur 20 ou 100 échantillons peut dépasser les limites d'avertissement et d'action, respectivement. Le lot à analyser devrait être répété si un des taux de récupération s'inscrit en dehors des limites d'action, ou si les résultats des analyses répétées de l'échantillon positif dépassent la		<i>Enrichir la portion à analyser avec un ou plusieurs mélanges de substances-étalons. Modifier ces mélanges en différents lots afin d'obtenir des taux de récupération pour tous les analytes intéressant l'analyste à intervalles réguliers. Effectuer alternativement des études de récupération à la LA ainsi qu'à la CEPF et à 2 fois la LA, selon le cas, pour confirmer l'applicabilité de la méthode dans la gamme d'analyse. Les études de récupération à la LA devront être deux ou trois fois plus fréquentes</i>

			<p>gamme critique. $C_{\max} - C_{\min} > 2.8 * CV_{L_{typ}} Q$ Q est le résidu moyen obtenu à partir des mesures répétées, le $CV_{L_{typ}}$ est la mesure de la reproductibilité en laboratoire qui comprend l'incertitude combinée de la transformation et de l'analyse de l'échantillon.</p>		<p><i>que celles menées à d'autres niveaux.</i> L'analyse répétée d'échantillons positifs peut remplacer l'essai de récupération dans un lot particulier. Pour les MRM, préparer des mélanges de substances étalons spécifiques du produit échantillon provenant des analytes pouvant se trouver dans un échantillon particulier. La sélection des analytes pour un mélange devrait assurer la séparation /détection sélective sans poser de problème. Pour une identification provisoire: préparer des lots à analyser contenant le mélange approprié pour l'essai de détection et les échantillons. Pour la détermination/confirmation quantitative, inclure dans le lot à analyser le mélange d'essai de détection, un nombre approprié de mélanges d'étalonnage, un ou plusieurs échantillons à blanc enrichis, ou un échantillon réplique positif et les nouveaux échantillons positifs. Injecter alternativement substances-étalons et échantillons.</p>
4.1.4 Sélectivité de la séparation, spécificité de la détection, performance des détecteurs		<p>Inclure un mélange d'essai de détection approprié dans chaque lot de chromatographie. Inclure un produit non traité (si disponible) dans le lot à analyser. Ajouter des substances étalons si aucun échantillon non traité est disponible (semblables à celles analysées dans le lot) Confirmer l'identité et la quantité de chaque analyte présent à $\geq 0,7$ de la LA.</p>	<p>Les valeurs R_s, T_f des composés soumis à l'essai, et fRR et δ de la détection devraient être comprises dans la fourchette indiquée. Les tRR ne devraient pas dépasser 2 % pour la détermination avec la CGL et 5 % pour la détermination avec la CLHR. La performance du détecteur devrait être comprise dans les limites spécifiées. Les co-extractifs d'échantillon interférant avec l'analyte ne devraient pas être</p>	<p>La performance du détecteur doit être comprise dans les limites spécifiées. L'analyte doit être $> CEPF$ ou $CC\alpha$ pour les composés interdits.</p>	<p>Appelé aussi parfois essai d' "adéquation du système". Préparer un mélange pour l'essai de détection pour chaque méthode de détection. Sélectionner les éléments du mélange afin d'indiquer les paramètres caractéristiques de la séparation chromatographique et de la détection. Adapter la base de données sur la rétention relative pour les composés du mélange d'essai de détection et les analytes utilisés pour l'étalonnage. Définir la valeur de fRR spécifique pour le système de détection. Procéder à une confirmation quantitative avec des substances étalons préparées dans un extrait de matrice en blanc si l'effet de la matrice est important.</p>

			présents à $\geq 0,3$ CEPPF. La récupération de la substance-étalon ajoutée devrait être comprise dans une gamme de récupération acceptable de l'analyte.	
4.1.5 Homogénéité de l'analyte dans l'échantillon traité	A une concentration de l'analyte facile à détecter.	Choisir au hasard un échantillon positif. Répéter l'analyse d'une ou deux autres portions à analyser.	Les résidus mesurés deux jours différents doivent être compris dans la limite de reproductibilité des portions répliques à analyser: $C_{\max} - C_{\min} \leq 2.8 * CV_{Ltyp} Q$ Q est la moyenne de résidu obtenue à partir des mesures des répliques, CV_{Ltyp} est l'incertitude combinée du traitement et de l'analyse de l'échantillon obtenue durant la validation de la méthode.	Effectuer les essais alternativement de manière à couvrir chaque produit analysé. Tester l'homogénéité au début de la période de croissance ou au début de l'analyse du type donné d'échantillons. Les résultats acceptables de l'essai confirment également que la reproductibilité des analyses (CV_A) était appropriée.
4.1.6 Efficacité de l'extraction				L'efficacité de l'extraction ne peut être contrôlée durant l'analyse. Pour garantir une efficacité appropriée, la procédure d'extraction validée devrait être effectuée sans aucun changement.
4.1.7 Durée de l'analyse			Les échantillons, extraits, etc. ne doivent pas être stockés pendant un laps de temps dépassant la période pour laquelle la stabilité au stockage a été testée durant la validation de la méthode. Les conditions de stockage doivent être régulièrement contrôlées et consignées.	Des exemples concernant le besoin d'essais de stabilité supplémentaires au stockage figurent au tableau 1.
4.2 Analyte détecté occasionnellement				
Effectuer les essais décrits en 4.1 avec les exceptions ci-après				
4.2.1 Exactitude et précision	A proximité de la LA	Analyser une autre portion d'essai; Ajouter des substances étalons à la concentration de l'analyte mesurée.	Les résidus mesurés deux jours différents doivent être compris dans la fourchette critique: $C_{\max} - C_{\min} \leq 2.8 * CV_{Ltyp} Q$ Q est la moyenne de résidu obtenue à partir des mesures répétées, tandis que le CV_{Ltyp} est obtenu durant la validation de la méthode. Le taux de récupération après l'addition de substances-étalons doit être compris dans les limites d'action.	Vérifier l'exactitude si on trouve un résidu à $\geq 0,5$ LA.

4.3 Méthodes utilisées à intervalles irréguliers				
Effectuer les essais décrits en 4.1 avec les exceptions ci-après				
4.3.1 Exactitude et précision (répétabilité)	A la LA et à la CEPF	Inclure un échantillon enrichi à la CEPF et deux échantillons à la LA dans chaque lot à analyser. Ajouter des substances étalons si on ne dispose pas d'un échantillon non traité (semblable à celles utilisées dans le lot). Procéder à l'analyse avec ≥ 2 portions à analyser.	Au minimum deux taux de récupération doivent être dans la limite d'avertissement et un dans la limite d'action. Les résidus mesurés dans les portions répliques doivent être compris dans la fourchette critique: $C_{\max} - C_{\min} \leq 2.8 * CV_{Ltyp} Q$ or $C_{\max} - C_{\min} \leq f_{(n)} * CV_{Ltyp} Q$ Q est la moyenne de résidu obtenue à partir des mesures répétées, tandis que le CV_{Ltyp} est obtenu durant la méthode de validation, $f_{(n)}$ est le facteur pour le calcul des valeurs extrêmes qui est fonction du nombre d'échantillons répliques.	Les résultats acceptables démontrent également l'adéquation des substances chimiques, adsorbants et réactifs utilisés. Confirmer les résidus dépassant 0,5 LA. Si les critères de performance ne sont pas observés, la méthode devra être mise en pratique et ses caractéristiques de performance (Q, CV_{Atyp}, CV_{Ltyp}) devront être réétablies durant la nouvelle validation partielle de la méthode.
4.4. Changements dans l'application de la méthode				
Changement	Paramètres à tester		Pour les méthodes d'essai et les critères d'acceptabilité, voir les sections appropriées de l'annexe 1.	
4.4.1 Colonne de chromatographie	Tester la sélectivité de la séparation, de la résolution, de l'inertie et des valeurs tRR		Les caractéristiques de performance ne devraient pas être affectées	Appliquer des mélanges d'essai appropriés afin d'obtenir des renseignements sur la performance de la colonne.
4.4.2 Équipement pour traitement échantillons	Homogénéité de l'échantillon traité; Stabilité des analytes		Effectuer les essais décrits en 1.6 et 1.7; ils devraient donner des résultats conformes aux critères pertinents.	On procédera à l'essai d'homogénéité uniquement si le produit est moins bien haché et/ou mélangé que le produit original. Il faudra tester la stabilité des analytes si la durée et la température du traitement ont sensiblement augmenté.
4.4.3 Équipement pour l'extraction	Comparer les concentrations de résidus d'origine détectés avec l'ancien et le nouvel équipement dans ≥ 5 répliques		La moyenne des résidus ne devrait pas être très différente à la concentration $p=0,05$.	Essai nécessaire si un nouveau type d'équipement est utilisé
4.4.4 Détection	Tester la sélectivité de la séparation et la sélectivité et la sensibilité de la détection		Les caractéristiques de performance devraient être les mêmes ou supérieures à celles spécifiées dans la description de la méthode.	Tester aussi la détectabilité séparément avec de nouveaux réactifs de détection.
4.4.5 Analyste	≥ 5 essais de récupération pour chaque concentration (CEPF, LA et 2 (3) fois la LA), nouvelle analyse d'un échantillon à blanc et de deux échantillons positifs (non connus de l'analyste)		Tous les résultats devraient être compris dans les limites d'avertissement fixées pour la méthode dans le laboratoire. L'analyse des échantillons répliques sera faite dans la fourchette critique.	Il s'agit d'une prescription minimale. Certains laboratoires utilisent un protocole plus détaillé qui comprend: (1) production d'une courbe type dans les critères d'acceptabilité; (2) au minimum 2 analyses pour chaque matrice contenant des analytes représentatifs enrichis par l'analyste à un minimum de 3 concentrations dans la réplique; (3) au

			minimum une analyse avec des échantillons enrichis ou avec des résidus d'origine, 3 concentrations dans la réplique non connus de l'analyste. Tous les résultats doivent répondre aux critères d'acceptabilité ou être répétés.
4.4.6 Laboratoire	Justesse et précision ≥ 3 essais de récupération à chaque concentration (CEPF, LA et 2 (3) fois la LA) par différents analystes, des jours différents.	Tous les résultats devraient être compris dans les limites d'avertissement fixées pour la méthode dans le laboratoire.	La reproductibilité de la méthode dans les nouvelles conditions doit être établie, si possible par plus d'un analyste.

Tableau 5. Produits/échantillons représentatifs pour la validation des méthodes d'analyse des résidus de pesticides

Groupe de produits	Propriétés communes	Classe de produits ⁶	Espèce représentée
Produits végétaux			
I.	Forte teneur en eau et en chlorophylle	Légumes feuillus Légumes feuillus du genre Brassica Légumineuses	Épinard ou laitue Brocoli, chou, kale Haricots verts
II.	Forte teneur en eau et peu ou pas de chlorophylle	Fruits à pépins, Fruits à noyau Baies Petits fruits Légumes-fruits Légumes-racines	Pomme, poire pêches, cerises Fraises Raisins, tomates, piment cloche, melon champignon pomme de terre, carotte, persil
III.	Forte teneur en acide	Agrumes	Orange, citron
IV.	Forte teneur en sucre		Raisins, dates
V.	Riche en huile ou en graisse	Oléagineux Fruits à coque	Avocat, graines de tournesol, noyers, noix pacane, pistaches
VI.	Matières sèches	Céréales	Blé, riz ou maïs en grains
		Produits céréaliers	Son de blé, farine de blé
	Produits nécessitant un essai individuel		Par exemple thé, ail, houblon, thé, épices, grosse canneberge d'Amérique
Produits d'origine animale			
		Viandes	Viande de bovins, viande de volaille
		Abats comestibles	Foie, rognons
		Graisses	Graisse de viande
		Laits	Lait de vache
		Oeufs	Oeuf de poule

Note: La méthode devrait être validée à l'aide de pesticides représentatifs pour chaque groupe de produits. Pour les produits difficiles à analyser, on procédera à des essais individuels.

⁶ Codex Alimentarius, Volume 2, 2^{ème} édition, Pesticide Residues in Food, pages 147-365, FAO, 1993

Tableau 6. Exemples de méthodes de détection convenant pour les épreuves de confirmation des substances

Méthode de détection	Critère
CL ou CG et spectrométrie de masse	Si on contrôle un nombre suffisant d'ions de diagnostic
CL-DAD ou exploration par UV	Si le spectre UV est caractéristique
CL – fluorescence	Associée à d'autres techniques
2-D CCM – (spectrophotométrie)	Associée à d'autres techniques
CG-DCE, DTI, DPF	Seulement si associées à une ou plusieurs techniques de séparation ¹
Production de dérivés	Si ce n'était pas la première méthode de choix
CL-immunogramme	Associée à d'autres techniques
CL-UV/VIS (une seule longueur d'onde)	Associée à d'autres techniques

1. D'autres systèmes chromatographiques (appliquant des phases stationnaires/mobiles de sélectivité différente) ou d'autres techniques.

Glossaire de termes

Limite acceptée (LA)	Valeur de concentration pour un analyte correspondant à une limite réglementaire ou à une valeur de référence qui constitue l'objet de l'analyse, par exemple LMR, LMP; norme commerciale, limite de concentration visée (évaluation de l'exposition d'origine alimentaire), niveau d'acceptation (environnement), etc. Pour une substance sans LMR ou pour une substance interdite, il peut ne pas y avoir de LA (en réalité, elle peut être de zéro ou elle peut faire défaut) ou il peut s'agir de la concentration visée au-dessus de laquelle les résidus détectés devraient être confirmés (limite d'action ou limite administrative).
Exactitude	Étroitesse de l'accord entre un résultat d'expérience et la valeur de référence acceptée.
Erreur alpha (α)	Probabilité que la concentration de l'analyte dans l'échantillon de laboratoire est inférieure à une valeur particulière (par exemple la LA) lorsque les mesures effectuées sur une ou plusieurs portions à analyser/d'essai indiquent que la concentration dépasse cette valeur (faux positif). Les valeurs acceptées pour cette probabilité sont généralement de l'ordre de 1 à 5%.
Analyte	Substance chimique recherchée ou déterminée dans un échantillon.
Homogénéité de l'analyte (dans l'échantillon)	Uniformité de la dispersion de l'analyte dans la matrice. La variabilité dans les résultats d'analyse due à la transformation de l'échantillon est fonction de la dimension de la portion à analyser. La constante d'échantillonnage ⁷ décrit le rapport entre la dimension de la portion à analyser et la variation prévue dans un échantillon d'analyse bien mélangé: $K_S = w (CV_{Sp})^8$, où w est la masse de la portion à analyser et CV_{Sp} est le coefficient de variation de la concentration de l'analyte dans des portions à analyser répétées de w (g) qui sont prélevées sur l'échantillon analytique.
Portion à analyser	Quantité représentative d'un matériau prélevée sur l'échantillon à analyser et dont la taille convient pour la mesure de la concentration de résidu.
Échantillon à analyser	Matériau préparé pour l'analyse à partir de l'échantillon de laboratoire, par séparation de la portion du produit à analyser, puis par mélange, broyage, hachage, etc. dans le but de prélever des portions à analyser avec une erreur d'échantillonnage minimale.
Applicabilité	Les analytes, matrices et concentrations pour lesquelles il a été démontré qu'une méthode d'analyse est satisfaisante.
Erreur beta (β)	Probabilité que la concentration effective de l'analyte dans l'échantillon de laboratoire est supérieure à une valeur particulière (par exemple la LA) lorsque des mesures prises sur une ou plusieurs portions à analyser indiquent que la concentration ne dépasse pas cette valeur (faux négatif). Les valeurs acceptées pour cette probabilité sont généralement de l'ordre de 1 à 5%.
Biais	Différence entre la valeur moyenne mesurée pour un analyte et une valeur de référence acceptée pour l'échantillon. Le biais est l'erreur systématique totale par opposition à l'erreur aléatoire. Il peut y avoir un ou plusieurs éléments d'erreur systématiques contribuant au biais. Une différence systématique importante par rapport à la valeur de référence acceptée se traduit par une valeur de biais plus élevée.

⁷ Wallace, D. et Kratochvil, B., Analytical Chemistry, 59, 226-232, 1987

⁸ Ambrus, A., Solymosné, E. et Korsós, I.J. Environ. Sci. Health, B31, (3) 1996

Groupe de produits	Groupe de produits destinés à la consommation humaine ou animale ayant en commun des caractéristiques chimiques suffisantes qui les rendent similaires aux fins d'analyse par une méthode. Les caractéristiques peuvent être fondées sur des constituants importants (par exemple, teneur en eau, graisse, sucre et acide) ou sur des rapports biologiques, et peuvent être définies par des règlements.
Méthode de confirmation	Méthode qui fournit des informations complètes ou complémentaires permettant d'identifier l'analyte avec un degré acceptable de certitude [à la limite acceptée ou niveau qui intéresse l'analyste]. Autant que possible, les méthodes de confirmation fournissent des informations sur les propriétés chimiques de l'analyte, de préférence à l'aide de techniques de spectrométrie. Si une technique particulière ne présente pas une spécificité suffisante, on peut recourir à des procédés supplémentaires, par exemple en combinant de manière appropriée purification, séparation chromatographique et détection sélective. Les titrages biologiques peuvent aussi fournir quelques données de confirmation. Outre l'identité de l'analyte, il faudra aussi confirmer sa concentration, par exemple par l'analyse d'une deuxième prise d'essai et/ou d'une nouvelle analyse de la prise d'essai initiale à l'aide d'une autre méthode appropriée (par exemple colonne ou détecteur différents). La confirmation qualitative et quantitative peut aussi être effectuée à l'aide de la même méthode, le cas échéant.
Limite de décision (CCα)	Limite à laquelle on peut décider que la concentration de l'analyte présent dans un échantillon dépasse effectivement cette limite, avec une probabilité d'erreur de α (faux positif). Dans le cas d'une substance pour laquelle la limite acceptée est zéro, la CC α est la concentration la plus basse, à laquelle une méthode peut faire la différence avec une probabilité statistique de $1 - \alpha$ si l'analyte identifié est présent. La CC α équivaut à la limite de détection (LD) selon certaines définitions (en général pour $\alpha = 1\%$). Dans le cas de substance ayant une LA établie, la CC α est la concentration mesurée, au-dessus de laquelle on peut décider avec une probabilité statistique de $1 - \alpha$ que la concentration de la substance à doser est effectivement supérieure à la LA.
Capacité de détection (CCβ)	C'est la concentration effective la plus faible de l'analyte pouvant être détectée, identifiée et quantifiée dans un échantillon avec une erreur beta (faux négatif). Dans le cas de substances interdites, la CC β est la concentration la plus faible à laquelle une méthode est capable de déterminer l'analyte dans des échantillons contaminés avec une probabilité statistique de $1 - \beta$. Dans le cas de substances pour lesquelles une LMR a été fixée, CC β est la concentration à laquelle la méthode est capable de détecter des échantillons qui dépassent cette LMR avec une probabilité statistique de $1 - \beta$. Quand il est appliqué à la concentration détectable la plus faible, ce paramètre vise à fournir une information équivalente à la limite de quantification (LQ), mais CC β est toujours associée à une probabilité statistique spécifiée de détection, ce qui explique qu'on la préfère à la LQ.
Mélange d'essais de détection	Mélange de substances étalons qui permettent de vérifier les conditions de séparation chromatographique et de détection. Le mélange d'essais de détection devrait contenir des analytes fournissant des informations sur la sélectivité et les facteurs de réponse pour les détecteurs, l'inertie (caractérisée par exemple par le facteur de traîne fT) et la capacité de séparation (par exemple la résolution Rs) de la colonne, ainsi que sur la reproductibilité du tRR. Le mélange d'essais de détection pourrait devoir être spécifique de la colonne et du détecteur.
Faux résultat négatif	Voir erreur beta
Faux résultat positif	Voir erreur beta
Méthode spécifique de groupe	Méthode conçue pour déceler des substances ayant un même groupement ou une structure chimique analogue, par exemple : acides phénoxyacétiques, dithiocarbamates, carbamates de méthyle.

Résidus d'origine	Résidus d'un analyte dans une matrice provenant de la voie par laquelle les résidus à l'état de traces devraient normalement parvenir, par opposition aux résidus provenant de l'enrichissement d'échantillons en laboratoire. Appelés aussi résidus météorisés.
Méthode individuelle	Méthode apte à déterminer la présence d'un ou de plusieurs composés spécifiés. Une méthode individuelle distincte peut être nécessaire, par exemple pour déterminer certains métabolites inclus dans la définition des résidus d'un pesticide ou d'un médicament vétérinaire particulier.
Échantillon de laboratoire	L'échantillon tel qu'il arrive au laboratoire (non compris l'emballage).
Limite de détection (LD)	La plus petite concentration à laquelle l'analyte peut être identifié. Défini communément comme la plus petite concentration d'analyte dans la prise d'essai pouvant être mesurée avec une probabilité établie que l'analyte est présent à une concentration supérieure à celle de l'échantillon témoin. L'UICPA et l'ISO ont recommandé le sigle LD. Voir aussi limite de décision.
Limite de quantification (LQ)	Concentration la plus faible de l'analyte qui peut être quantifiée. Définie communément comme la concentration minimale de l'analyte dans l'échantillon d'essai pouvant être mesurée avec une précision (répétabilité) et une exactitude acceptables dans les conditions de l'essai. Voir aussi capacité de détection.
Concentration étalonnée la plus faible (CEPF)	Concentration la plus faible de l'analyte détectée et mesurée dans l'étalonnage du système de détection. Elle peut être exprimée comme une concentration de la solution dans la prise d'essai ou en tant que masse et ne doit pas comprendre la contribution du témoin.
Matrice	Matériau ou composant échantillonné à des fins d'analyse, à l'exclusion de l'analyte.
Matrice témoin	Échantillon dans lequel les analytes recherchés ne sont pas détectables.
Étalonnage ajusté à la matrice	Étalonnage à l'aide de pesticides de référence préparés dans un extrait du produit analysé (ou d'un produit représentatif). Il s'agit de neutraliser les effets des co-extractifs sur la méthode de détermination. Ces effets sont souvent imprévisibles, mais l'ajustement à la matrice peut être inutile lorsque les co-extractifs ont un effet négligeable.
Méthode	Série d'opérations depuis la réception d'un échantillon à analyser jusqu'à la production du résultat final.
Validation de la méthode	Procédé visant à vérifier qu'une méthode est adaptée à l'objectif.
Méthode multi-résidus, MRM	Méthode convenant pour l'identification et la quantification d'une gamme d'analytes, habituellement dans un certain nombre de matrices différentes.
Résultat négatif	Résultat indiquant que l'analyte n'est pas présent à ou au-dessus de la concentration étalonnée la plus basse (voir aussi limite de détection)
Vérification des performances	Séries de données sur le contrôle de la qualité produites durant l'analyse des lots d'échantillons pour valider les analyses en cours. Les données peuvent être utilisées pour affiner les paramètres de performance de la méthode.
Résultat positif	Résultat indiquant que l'analyte est présent à une concentration à ou au-dessus de la concentration étalonnée la plus basse.
Précision	Étroitesse de l'accord entre des résultats d'essais indépendants obtenus dans des conditions stipulées.
Méthode quantitative	Méthode pouvant donner des résultats, exprimés en valeurs numériques dans des unités appropriées, avec une exactitude et une précision appropriées à l'objectif. Le degré d'exactitude et de précision doit être conforme aux critères spécifiés au tableau 3.
Récupération	Fraction ou pourcentage d'un analyte récupéré après extraction et analyse d'une prise d'essai en blanc à laquelle l'analyte a été ajouté à une concentration connue (échantillon enrichi ou matériau de référence).
Blanc de réactifs	Analyse complète effectuée sans inclure d'échantillons à des fins de contrôle de qualité

Matériau de référence	Matière dont une ou plusieurs concentrations d'analyte sont suffisamment homogènes et bien établies pour être utilisées pour l'évaluation d'une méthode de mesure, ou pour attribuer des valeurs à d'autres matériaux. Dans le contexte du présent document, le terme "matériau de référence" ne se réfère pas aux matières utilisées pour l'étalonnage des appareils.
Méthode de référence	Méthode d'analyse quantitative dont la fiabilité a été démontrée par une exactitude, une spécificité, une précision et une capacité de détection bien établies. Ces méthodes ont généralement fait l'objet d'études inter-laboratoires et s'appuient le plus souvent sur la spectrométrie moléculaire. Le statut des méthodes de référence est valide uniquement si la méthode est appliquée dans un régime approprié d'assurance de qualité.
Procédure de référence	Procédure dont l'efficacité a été démontrée. Lorsque cela n'est pas possible, une procédure de référence pourrait être une procédure en théorie très efficace et fondamentalement différente de celle à l'essai.
Répétabilité	Précision dans des conditions de répétabilité, c'est-à-dire des conditions dans lesquelles des résultats d'essais indépendants sont obtenus par la même méthode sur des portions d'essai identiques dans le même laboratoire, par le même opérateur utilisant le même équipement dans un court intervalle de temps (ISO 3534-1)
Analyte représentatif	Analyte choisi pour représenter un groupe d'analytes qui ont des chances d'avoir le même comportement durant l'application d'une méthode d'analyse multi-résidus, si l'on en juge par leurs propriétés physico-chimiques, par exemple structure, solubilité dans l'eau, K_{ow} , polarité, volatilité, stabilité hydrolytique, pKa, etc.
Analyte représenté	Analyte dont les propriétés physico-chimiques sont comprises dans la gamme des propriétés des analytes représentatifs.
Reproductibilité	Étroitesse de l'accord entre les résultats obtenus par la même méthode sur des portions d'essai identiques avec des opérateurs différents utilisant des équipements différents (dans le cadre de la reproductibilité en laboratoire). De la même manière, lorsque les essais sont effectués dans différents laboratoires, on obtient la reproductibilité inter-laboratoires.
Produit représentatif	Aliment destiné à la consommation humaine ou animale utilisé pour représenter un groupe de produits à des fins de validation d'une méthode. Un produit sera considéré comme représentatif sur la base de la composition immédiate de l'échantillon, par exemple teneur en eau, graisse/huile, acide, sucre et chlorophylle, ou de similitudes biologiques des tissus, etc.
Robustesse	Capacité d'une méthode de mesure chimique de limiter les variations de résultats d'essais lorsqu'elle est soumise à de faibles variations liées à l'environnement, aux procédures, aux laboratoires, au personnel, etc.
Préparation de l'échantillon	Procédé utilisé, si nécessaire, pour convertir l'échantillon de laboratoire en une prise d'essai, en enlevant les parties (terre, cailloux, os, etc.) ne servant pas pour l'analyse.
Transformation de l'échantillon	Le (ou les) procédé(s) (par exemple découpage, broyage, mélange) utilisés pour rendre la portion d'essai suffisamment homogène pour ce qui concerne la distribution de l'analyte, avant le retrait de la partie à analyser. L'élément transformateur de la préparation doit être conçu de manière à éviter des changements induits dans la concentration de l'analyte.
Méthode de dépistage	Méthode utilisée pour détecter la présence d'un analyte ou d'une classe d'analytes à ou au-dessus de la concentration la plus faible recherchée. Elle devrait être conçue de manière à éviter les faux résultats négatifs à un degré de probabilité spécifié (généralement $\beta = 5\%$). Il est parfois nécessaire de confirmer les résultats qualitatifs positifs à l'aide d'épreuves de confirmation ou de référence. Voir Limite de décision et capacité de détection.
Sélectivité	Mesure du degré auquel l'analyte a des chances d'être séparé des autres composants, soit par séparation (par exemple chromatographie), soit par réponse relative du système de détection.

Spécificité	Mesure dans laquelle une méthode fournit des réponses à partir du système de détection qui peuvent être considérées propres à l'analyte.
Addition de solutions étalons	Procédé par lequel des quantités connues de l'analyte sont ajoutées à des parties d'un extrait d'échantillon contenant l'analyte (sa concentration mesurée au départ étant X), afin de produire de nouvelles concentrations nominales (par exemple, 1,5X et 2X). On mesure les réponses de l'analyte produites par les parties enrichies et l'extrait original, et on détermine la concentration de l'analyte dans l'extrait original (sans ajouter d'analyte) à partir de la pente et de l'intersection de la courbe de réponse. Si la courbe de réponse obtenue n'est pas linéaire, il faut faire preuve de prudence pour interpréter la valeur de X.
Facteur de traîne	Mesure de l'asymétrie du pic de la chromatographie; à 10% de la hauteur maximale du pic, rapport des segments opposés de la largeur du pic, lorsqu'il est séparé par une ligne verticale passant par le pic maximal.
Portion d'essai	Voir "Portion à analyser"
Échantillon d'essai	Voir "Échantillon à analyser"
Fidélité	Étroitesse de l'accord entre la valeur moyenne obtenue à partir d'une large série de résultats d'essais et la valeur de référence acceptée.
Incertitude de la mesure	Paramètre unique (en général un écart-type ou un intervalle de confiance) exprimant la gamme possible de valeurs autour du résultat mesuré, dans laquelle on prévoit que la vraie valeur aura un degré établi de probabilité. Elle devrait prendre en compte tous les effets reconnus agissant sur le résultat, y compris la précision globale à long terme (dans les limites de la reproductibilité en laboratoire) de la méthode complète; le biais de la méthode; les incertitudes concernant le sous-échantillonnage et l'étalonnage et toutes autres sources connues de variations dans les résultats.

ABRÉVIATIONS

C_{\max}	Résidu le plus élevé décelé dans les portions réplique à analyser	MRM	Méthode multi-résidus
C_{\min}	Résidu le plus faible décelé dans les portions réplique à analyser	fRR	Facteur de réponse relative
$CV_{A_{typ}}$	Coefficient type de variation des résidus déterminés dans une portion à analyser	tRR	Valeur de rétention relative pour un pic
$CV_{L_{typ}}$	Coefficient type de variation des analyses des portions d'un échantillon de laboratoire	Rs	Résolution de deux pics chromatographiques
CV_{SP}	Coefficient de variation des résidus dans les portions à analyser	EC	Écart-type
BPL	Bonnes pratiques de laboratoire	$S_{y/x}$	Écart-type des résidus calculés à partir de la fonction d'étalonnage linéaire
GSM	Méthode spécifique de groupe	OMS	Organisation mondiale de la santé
LRM	Limite maximale de résidus		