



PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES

COMITÉ DU CODEX SUR LES RÉSIDUS DE PESTICIDES

Quarante-sixième session

Nanjing, République populaire de Chine, 5 - 10 mai 2014

COMMENTAIRES sur l'avant-projet de directive sur les critères de performance spécifiques pour les méthodes d'analyse visant à déterminer les résidus de pesticides dans les produits alimentaires, soumis par El Salvador, l'Union européenne, le Kenya et l'Union africaine

El Salvador

Nous appuyons le développement de l'avant-projet soumis par le groupe de travail électronique dirigé par les États-Unis. Le développement de cette directive facilitera la sélection des méthodes d'analyse pour les différentes matrices utilisées par chaque pays et dans un même temps il renforcera les critères techniques pour la sélection des méthodes appropriées et la mise en œuvre des directives pour réduire les barrières commerciales.

Union européenne

L'Union européenne n'appuie pas l'avancement du document sous sa forme actuelle et est donc favorable au rétablissement du groupe de travail électronique. En général, il est proposé de restructurer le document, de reformuler les définitions et de supprimer les redondances.

Étant donné que le mot « aliments pour animaux » est mentionné dans le texte du document (page 2, définition de LMR, et page 3, point 1 du champ d'application), il faudrait aussi l'inclure dans le titre (« produits destinés à l'alimentation humaine et animale »).

Bien que le document se concentre sur les résidus de pesticides dans les produits destinés à l'alimentation humaine, dans certaines parties du document, des références sont faites ou des exemples sont donnés provenant des domaines analytiques autres que les résidus de pesticides. Par exemple: l'usage de LC-DAD (page 10, Tableau 4), la référence au sol (page 6, point 10.1), la référence à l'inhibition de la croissance microbologique (page 7, paragraphe 12), « arsenic total » (page 4, point 10.a) ou ammoniac (page 4, point 10.b).

La définition de « détermination » (page 2) pourrait être supprimée étant donné qu'elle ne correspond pas dans tous les cas avec l'usage de ce mot dans le texte. Le mot détermination est aussi utilisé dans le titre du document, mais probablement dans un autre sens que celui utilisé sous « définitions ».

La définition de « Limite de détection » (page 2) inclut le concept de « erreur beta », qui est plutôt utilisé dans le domaine des médicaments vétérinaires et non pas dans le domaine des résidus de pesticides.

Paragraphe 10 (points A-M, pages 4-6), est basé sur « les directives harmonisées de l'UICPA pour la validation des méthodes d'analyse intralaboratoire ». Cette section devrait être harmonisée avec les directives spécifiques dans d'autres sections.

Dans le paragraphe 10.a sur l'« applicabilité » (page 4), une liste de groupes de produits et produits représentatifs devrait être mentionnée.

En ce qui concerne l'« étalonnage et la linéarité » (paragraphe 10.c page 4), le projet de directive pourrait aussi envisager des modèles d'étalonnage autres que linéaires. Par ailleurs, l'UEEM est d'avis qu'un étalonnage à niveau multiple devrait compter trois niveaux ou plus¹.

« Limite de quantification » (paragraphe 10.h page 6) devrait être définie comme étant le signal ou la valeur de mesure qui produira les estimations ayant un écart standard relatif (RSD), généralement 10 pour cent (ou 6 pour cent). Il est proposé de n'inclure cette définition que sous la section « Définitions » (page 2). La formulation « Limite de détermination » devrait être supprimée dans le texte.

Pour « reproductibilité dans le laboratoire » (paragraphe 17, page 7), un critère de $\leq 20\%$ est proposé.

En ce qui concerne « récupération moyenne et critère de précision pour les matrices végétales et animales » (Tableau 1, page 8), l'UEEM suggère que l'on utilise les critères tels que définis dans la directive de l'UE SANCO/12571/2013 G5.

¹ Directive de l'UE SANCO/12571/2013 C17

« Une méthode d'analyse quantitative doit être démontrée à la fois aux phases initiale et prolongée de validation, comme étant capable de fournir des valeurs de récupération moyenne acceptable au niveau de chaque niveau de fortification et pour au moins un produit représentatif de chaque groupe concerné (voir Annexe 1). Des récupérations moyennes acceptables sont celles qui se trouvent dans la plage de 70 à 120 pour cent, avec une répétabilité associée RSDr de $\leq 20\%$, pour tous les composés entrant dans le spectre d'une méthode. La méthode LOQ est le niveau de pic de fortification le plus bas de validation répondant aux critères de performance acceptables de la méthode. Dans certains cas, et généralement avec des méthodes multi-résidus, les récupérations en dehors de ce spectre peuvent être acceptées. Exceptionnellement, lorsque la récupération est faible, mais constante (montrant par exemple une bonne précision) et que la base en est bien établie, (par exemple en raison de la distribution de l'analyte à l'étape de la séparation) une moyenne de récupération inférieure à 70% peut être acceptable. Cependant, une méthode plus précise doit être utilisée, si possible. La reproductibilité intralaboratoire (RSDwR), qui peut être déterminée à partir de données QC provenant d'analyse de routine, devrait être de

$\leq 20\%$, à l'exclusion de toute contribution due à l'hétérogénéité de l'échantillon. »

En ce qui concerne les critères d'identification exigeant une conformité en vue d'une réglementation dans le cas de la chromatographie – MS/MS, le temps de rétention du pic d'analyte détecté doit se trouver dans 0,1 min du pic d'analyte standard de référence analysé simultanément (paragraphe 23, page 9), mais dans le paragraphe 27 de la page 10 le critère est différent: « le temps de rétention de l'analyte dans l'extrait doit correspondre à celui de l'étalon standard (peut nécessiter une adaptation matricielle) avec une tolérance de +/- 0,2 min, à la fois pour la chromatographie gazeuse et la chromatographie liquide. UEEM appuie une tolérance de 0,2 min.²

Les valeurs de tolérance des proportions d'ions des transitions d'ions reprises au Tableau 3, diffèrent de celles reprises au paragraphe 23, page 9: « La proportion des aires de pic pour chaque transition doit correspondre à la proportion de(s) la norme(s) de référence dans +/- 10% absolu pour une transition ou +/- 20 absolu pour deux transitions ». L'UEEM appuie les valeurs fournies dans le Tableau 3³.

Le paragraphe 29 (p.10) n'est pas pertinent pour le sujet « caractéristiques de performance des méthodes de confirmation ».

Tableau 4 (p.10) est proposé pour suppression étant donné qu'il est en contradiction avec les informations sur les méthodes de confirmation dans le texte.

Il pourrait être utile d'ajouter au document un paragraphe sur la stabilité des solutions standard.

Kenya

Définition

G. DETECTION LIMIT (LOD)

Commentaire

Nous avons constaté que l'abréviation (LOD) ne reflète pas le mot « limite de détection » et a une signification différente. Nous proposons d'utiliser le mot LOD et de supprimer le mot limite de détection [DL]

De façon plus explicite, la LOD est la plus petite quantité de concentration de l'analyse dans l'échantillon testé pouvant être distinguée de façon fiable du zéro. Pour les systèmes analytiques pour lesquels la gamme de validation ne l'inclut pas ou ne l'approche pas la limite de détection ne doit pas faire par d'une validation.

H. LIMITE DE DÉTERMINATION OU LIMITE DE QUANTIFICATION (LOQ)

Commentaire:

Les deux sont différents et devraient être séparés et la définition devrait être alignée sur le document de directive SANCO/12571/2013.

Il n'est pas nécessaire de distinguer la limite de détection de la limite de détermination et la limite de quantification.

Union africaine

Commentaire: L'Union africaine approuve la directive proposée sur les critères de performance spécifiques pour les méthodes d'analyse consacrées à la détermination des résidus de pesticides. En vue du fait que les commentaires proposés ont été incorporés dans le projet (références de SANCO/1257/2013). Cependant, l'Union africaine tient à proposer qu'une attention spéciale doit être donnée aux progrès du travail effectué par le Comité Codex sur les méthodes d'analyse (CCMAS) dans le développement d'une directive sur les critères de performance pour les méthodes d'analyse.

Justification: Ce document est très important et répond à toutes les exigences pour les critères de performance. Cependant, il devrait être harmonisé avec la directive sur les critères de performance en cours de développement par CCMAS.

² Directive de l'UE SANCO/12571/2013 D2

³ Directive de l'UE SANCO/12571/2013 D9.