

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 Tel. : +39 06 57051 Telex : 625825-625853 FAO1 Email Codex@fao.org Fax : 39(06)5705.4593

Point 12(b) de l'ordre du jour

CX/RVDF 01-13

Septembre 2001

PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES

COMITÉ DU CODEX SUR LES RÉSIDUS DE MÉDICAMENTS VÉTÉRINAIRES DANS LES ALIMENTS

Treizième session

Charleston, Caroline du Sud, du 4 au 7 décembre 2001

EXAMEN DE L'IDENTIFICATION DES MÉTHODES DE ROUTINE POUR L'ANALYSE DES RÉSIDUS DE MÉDICAMENTS VÉTÉRINAIRES DANS LES ALIMENTS

Les gouvernements et organisations internationales sont invités à soumettre leurs observations relatives au présent document **au plus tard le 1^{er} octobre 2001** par écrit au U.S. Codex Office, Food Safety and Inspection Service, US Department of Agriculture, Room 4861, 14th and Independence Avenue, S.W., Washington DC, 20250 USA, télécopieur : +1-202-720-3157, Email : uscodex@usda.gov, avec copie au Secrétaire, Commission du Codex Alimentarius, Programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires, FAO, Via delle Terme di Caracalla, 00100 Rome, Italie, télécopieur : +39.06.5705-4593, ou par courrier électronique à l'adresse suivante : codex@fao.org.

1. À sa 12^e session, le Comité du Codex sur les résidus de médicaments vétérinaires dans les aliments (CCRVDF) a décidé de réinstituer son Groupe de travail *ad hoc* sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage, placé sous la présidence des États-Unis et du Canada (ALINORM 01/31, paras. 102-109).

2. Le Groupe de travail *ad hoc* sur les méthodes d'analyse (GT) du CCRVDF sollicite votre aide afin d'identifier les méthodes d'analyse appropriées pour le contrôle des limites maximales de résidus (LMR) dans les aliments. Cette requête s'intègre au processus de collecte de données sur les méthodes d'analyse mis sur pied au cours de la 10^e session du CCRVDF.

3. L'objectif principal du Groupe de travail *ad hoc* sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (GT) du CCRVDF est d'identifier les méthodes d'analyses susceptibles d'être recommandées sans réserves pour l'évaluation des LMR associées aux résidus de médicaments vétérinaires dans les aliments et établies par le CCRDVF. L'évaluation de toute méthode d'analyse requiert cependant l'examen des spécifications techniques disponibles ainsi que l'existence de données suffisantes en matière de validation et de rendement.

4. La phase I du processus de collecte des données visait à déterminer dans quelle mesure les méthodes d'analyse étaient utilisées au sein des divers pays à des fins de contrôle alimentaire. Cette première requête reposait sur l'hypothèse voulant que les méthodes d'analyse utilisées par les différents pays pour contrôler les résidus de médicaments vétérinaires génèrent les données scientifiques nécessaires à la recommandation de méthodes appropriées pour le CCRVDF. Il fut pressenti que l'existence de telles informations permettrait d'économiser les ressources techniques et de recommander rapidement une méthode d'analyse appropriée pour le contrôle des LMR.

5. Par conséquent, le GT a d'abord demandé aux pays d'identifier le type de méthode d'analyse utilisée pour les médicaments vétérinaires énumérés dans la liste fournie. Les informations techniques recherchées concernaient les espèces, les matrices, le principe scientifique sur lequel reposait la méthode (par exemple, CLHP, CG, MS, etc.), la limite de quantification (LOQ) et le mode d'utilisation de cette méthode, soit confirmatoire, quantitatif ou de dépistage.

6. Les pays suivants ont donné suite à la demande initiale de renseignements sur les méthodes d'analyse : Afrique du Sud, Allemagne, Australie, Botswana, Brésil, Canada, Costa Rica, Danemark, Finlande, France, Japon, Kenya, Malaisie, Malte, Mexique, Nouvelle-Zélande, Pologne, République tchèque, Royaume-Uni, Suisse, Thaïlande et États-Unis d'Amérique. L'Annexe 1 contient un sommaire des différentes méthodes d'analyse utilisées par ces pays pour évaluer la présence des médicaments vétérinaires identifiés. Le GT remercie ces pays pour le travail accompli dans le but de donner suite à sa requête. La Phase I de l'enquête, c'est-à-dire la collecte de données de base, est terminée.

7. La présente requête vise la Phase II du projet au cours de laquelle les pays sont invités à soumettre des informations détaillées sur les méthodes d'analyse, notamment en matière de validation et de rendement pour les médicaments énumérés dans l'Annexe 1.

8. Les informations techniques devront être soumises sous forme récapitulative afin d'en faciliter l'examen. L'Annexe 2 propose un modèle de données pour le sommaire de ces informations. Des données techniques supplémentaires pourront toutefois être annexées au sommaire de base. À cet égard, les pays sont invités à joindre aux données sommaires toute information supplémentaire pertinente.

9. L'Annexe 3 identifie les questions scientifiques généralement associées au développement et à la validation des méthodes d'analyse. Ces renseignements visent à aider les divers pays à sélectionner et à structurer les données sommaires requises conformément au modèle proposé dans l'Annexe 2. La description de ces questions se limite à l'essentiel et n'aborde par conséquent qu'une partie des

questions d'ordre technique. Les spécialistes scientifiques des pays répondants sont donc priés de faire part des questions scientifiques supplémentaires qu'ils jugent pertinentes.

10. Il faut espérer que vous serez en mesure de contribuer à cette démarche visant à recueillir les informations requises concernant le rendement des méthodes d'analyse. Vos efforts pourraient favoriser la recommandation sans réserves et en temps opportun de méthodes d'analyse des résidus de médicaments vétérinaires dans les aliments, au profit de tous les intervenants préoccupés par la sécurité alimentaire.

Annexe 1

SOMMAIRE DES MÉTHODES D'ANALYSE RAPPORTÉES PAR LES PAYS RÉPONDANTS

Médicament	Nombre de méthodes
Acétate de trenbolone	16
Alpha cyperméthrine	2
Abamectine	4
Albendazole	13
Azapérone	7
Benzylpénicilline	20
Carazolol	7
Carbadox	6
Chloramphénicol	22
Chlortétracycline	24
Clenbutérol	7
Closantel	1
Cyfluthrine	1
Cyperméthrine	5
Danofloxacin	4
Dexaméthasone	5
Diclaruzil	
Dihydrostreptomycine	12
Diminazine	1
Doramectine	4
Enrofloxacin	10
Éprinomectine	2
Estradiol	8
Fébantel	7
Fenbendazole	13
Fluazorone	2
Flubendazole	3
Fluméquine	1
Gentamicine	7
Imidocarbe	1
Isometimidium	
Ivermectine	14
Lévamisole	11
Moxidectine	5
Néomycine	13
Nicarbazine	4
Olaquinox	1
Oxfendazole	12
Oxytétracycline	21
Procaine pénicilline	9
Progestérone	6
Sarafloxacin	3
Sodium de ceftiofur	4
Spectinomycine	5

Spiramycine	5
Streptomycine	13
Sulphadimidine	27
Testostérone	10
Tétracycline	22
Thiabendazole	11
Thiamphénicol	1
Tilmicosine	10
Triclabenzadole	2
Zéranol	13

Annexe 2

COMITÉ DU CODEX SUR LES RÉSIDUS DE MÉDICAMENTS VÉTÉRINAIRES DANS LES ALIMENTS

**Groupe de travail *ad hoc* sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage
Sommaire d'informations sur les méthodes d'analyse**

A. Informations descriptives

1. Appellation du médicament ou de la substance chimique : _____
2. Classe du médicament ou de la substance chimique : _____
(par exemple, antimicrobien, anthelminthique, etc.)
3. Usage vétérinaire : _____
4. Analyte(s) mesuré(s) : _____
(spécifier s'il s'agit d'un métabolite)
5. Usage prévu pour la méthode :
 - a. Dépistage _____
 - b. Routine _____
 - c. Référence _____
 - d. Confirmation _____
6. Échantillon matriciel _____
(par exemple, muscle, rein, urine, etc.)
7. Sommaire des principales étapes de la préparation :

8. Sommaire des principales étapes de la procédure d'extraction :

9. Sommaire des principales étapes de la procédure de nettoyage de l'analyte :

10. Mode opératoire :
 - a. Chimique
 1. Emploi des instruments _____
 2. Système de détection _____
 3. Colonne chromatographique _____
(s'il y a lieu)

b. Immunochimique/immunologique

1. Technique : _____
(par exemple Elisa, radio-immunoessai, immunocromatographie, etc.)

2. Réactifs critiques : _____

(par exemple, spécificité des anticorps et disponibilité)

3. Matériel spécial requis : _____

c. Microbiologique

1. Technique : _____

2. Organisme : _____

3. Milieu : _____

4. Matériel spécial requis : _____

11. Stabilité de l'échantillon/analyte

Avertissement (s'il y a lieu) : _____

12. Références bibliographiques disponibles : _____

13. Information personne-ressource :

a. Nom _____

b. Pays _____

c. Affiliation _____

d. Adresse _____

e. Téléphone _____

f. Fax _____

g. Email _____

B. Rendement de la méthode

1. a. Limite de détection (LOD) (mg/kg) _____
Méthode de détermination de la LOD _____

1. b. Limite de quantification (LOQ) (mg/kg) _____
Méthode de détermination de la LOQ _____

1. c. Seuil de sensibilité de la méthode _____
(Le plus faible écart de concentration mesurable)

2. LMR JECFA _____
3. Les données analytiques font-elles l'objet d'une correction au cours de leur récupération ?
Oui _____ Non _____
4. Sur quelle base la récupération repose-t-elle ? _____
(par exemple, étalon externe, étalon interne, etc.)
5. Exactitude
- Concentration(s) analysée(s) _____
 - Concentration(s) mesurée(s) _____
 - Récupération (%) _____
6. Degré de précision à partir de tissus de contrôle fortifiés
- Concentration(s) analysée(s) _____
 - Répétabilité (en fonction du CV en laboratoire) _____
 - Reproductibilité (des CV en laboratoire) _____
7. Degré de précision à partir de tissus contenant des résidus de médicaments introduits
- Concentration(s) analysée(s) _____
 - Répétabilité (en fonction du CV en laboratoire) _____
 - Reproductibilité (entre les CV en laboratoire) _____
8. Sélectivité de la méthode
- Cette information renvoie souvent à la « spécificité ». La sélectivité représente la capacité de la méthode à fournir des mesures exactes pour l'analyte d'intérêt en présence d'autres médicaments ou produits chimiques dans l'échantillon de laboratoire. À cet égard, les données pertinentes relèvent :
- Des médicaments de structure analogue _____
ou d'une classe de médicament ou de tout autre _____
médicament vétérinaire susceptible d'être utilisé _____
parallèlement à l'analyte d'intérêt _____
 - Des contaminants susceptibles d'être présents dans l'échantillon _____
9. Type d'étude de validation
- Un seul laboratoire _____
 - Laboratoires multiples _____
 - AOAC ou autre procédure officielle _____

C. Informations pertinentes pour l'application en laboratoire

- Formation et expertise recommandées pour les analystes

2. Étapes critiques de la méthode
3. Informations relatives à la disponibilité des réactifs ou équipements inusités
4. Préoccupations spécifiques concernant la stabilité de certains réactifs ou de l'échantillon
5. Manipulation des réactifs et préoccupations au niveau de la sécurité (le cas échéant)
6. Références bibliographiques ou autres informations pertinentes

Annexe 3**APERÇU DES QUESTIONS SCIENTIFIQUES GÉNÉRALEMENT ASSOCIÉES AU DÉVELOPPEMENT ET À LA VALIDATION DES MÉTHODES D'ANALYSE**

1. Méthode déterminative (quantitative)
 - A. Objectif de la méthode
 - *Champ d'application (usage prévu)
 - *Tissu cible
 - *Résidu-marqueur (analyte)
 - *Limite de quantification (LOQ), Limite de détection (LOD) ou Concentration la plus faible validée
 - B. Données expérimentales
 - *Réactifs (pureté, puissance, qualité)
 - *Matériel et appareils
 - *Normes analytiques (qualité, concentration et solvants)
 - *Échantillons tissulaires (procédure de préparation en vue de l'analyse)
 - *Procédures d'extraction des analytes
 - *Procédures instrumentales et étalonnage des appareils
 - *Calculs
 - C. Contrôle de la qualité
 - *Stabilité du stockage de l'analyte à l'intérieur du tissu
 - *Échantillons de contrôle de la qualité
 - *Critères d'adaptation du système
 - *Disposition à effectuer l'évaluation
 - *Critères d'admissibilité des données
2. Procédure de confirmation
 - *Préparation de l'échantillon
 - *Procédures instrumentales et étalonnage des appareils
 - *Normes utilisées
 - *Critères d'identification formelle
3. Facteurs dont la validation doit tenir compte
 - *Exactitude
 - *Récupération
 - Degré de précision (répétabilité et reproductibilité)
 - Sensibilité et limite de quantification (LOQ)
 - Spécificité