

COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS



Organisation des Nations Unies
pour l'alimentation
et l'agriculture



Organisation
mondiale de la Santé

F

Viale delle Terme di Caracalla, 00153 Rome, Italie - Tél: (+39) 06 57051 - Courrier électronique: codex@fao.org - www.codexalimentarius.org

Point 9 de l'ordre du jour

CX/PR 16/48/13

Mars 2016

PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES

COMITÉ DU CODEX SUR LES RÉSIDUS DE PESTICIDES

48^{ème} Session

Chongqing, P.R. Chine, 25-30 avril 2016

AVANT-PROJET DE DIRECTIVES SUR LES CRITÈRES DE PERFORMANCE SPÉCIFIQUES POUR LES MÉTHODES D'ANALYSE VISANT À DÉTERMINER LES RÉSIDUS DE PESTICIDES

Les membres du Codex et observateurs désireux de soumettre leurs commentaires à l'étape 3 sur le présent document (voir Annexe I) y compris les éventuelles implications que cela représente pour leurs intérêts économiques, sont priés de le faire conformément à la *Procédure uniforme pour l'élaboration de normes Codex et textes apparentés* (Manuel des procédures de la Commission du Codex Alimentarius) et ce, avant **le 11 avril 2016**. Les observations devraient être adressées :

au:

Secrétariat du CCPR
Institute for the Control of Agrochemicals
Ministry of Agriculture
Room 906, No. 18 building
Maizidian Street, Chaoyang District,
Beijing, 100125, P.R. Chine
Email: ccpr@agri.gov.cn

et une copie au:

Secrétariat, Commission du Codex
Alimentarius,
Programme mixte FAO/OMS sur les normes
alimentaires,
Viale delle Terme di Caracalla,
00153 Rome, Italie
Email: codex@fao.org

GÉNÉRALITÉS

1. Lors de sa 47^{ème} session, le Comité sur les résidus de pesticides (avril 2015), est convenu d'examiner de façon plus détaillée l'avant-projet de directives sur les critères de performance spécifiques pour les méthodes d'analyse visant à déterminer les résidus de pesticides.
2. Le Comité est convenu de rétablir le groupe de travail électronique, dirigé par les États-Unis d'Amérique et co-présidé par la Chine et l'Inde afin d'examiner plus avant les directives en prenant en compte les observations soumises lors de la 47^{ème} session du Comité ainsi que celles fournies par les membres du groupe de travail. Le GTE travaillera en anglais uniquement.
3. L'avant-projet de directives sur les critères de performance spécifiques pour les méthodes d'analyse visant à déterminer les résidus de pesticides tel que révisé par le GTE est présenté dans l'Annexe I. La liste des participants est contenue dans l'Annexe II.
4. Il a été noté que le calendrier proposé pour la réalisation des travaux sur les directives est 2016. Les membres et les observateurs du Codex qui souhaitent soumettre des observations sur l'avant-projet révisé des directives sont aimablement invités à le faire afin de faciliter la réalisation de ces travaux par le CCPR48.

ANNEXE I**AVANT-PROJET DE DIRECTIVES SUR LES CRITÈRES DE PERFORMANCE SPÉCIFIQUES POUR LES MÉTHODES D'ANALYSE VISANT À DÉTERMINER LES RÉSIDUS DE PESTICIDES****TABLE DES MATIÈRES :**

	Paragraphes
Objectif	1-3
Principes pour la sélection et la validation des méthodes	4-10
A. Définir l'objectif de la méthode et le champ d'application	4-7
B. Compléter d'autres directives de la Commission du Codex Alimentarius	8-9
C. Validation de la méthode	10
Paramètres de performance pour les méthodes analytiques	11-31
A. Applicabilité	12
B. Sélectivité :	13-14
C. Étalonnage	15-16
D. Linéarité et interception	17-18
E. Effets de matrice	19
F. Justesse et récupération	20-21
G. Précision	22-25
H. Limite de quantification	26
I. Gamme analytique	27
J. Robustesse	28-29
K. Mesure de l'incertitude	30-31
Critères d'acceptabilité de performance des méthodes de détection	32-34
Critères d'acceptabilité de performance des méthodes quantitatives	35-42
Critères d'acceptabilité de performance des méthodes pour l'identification et la confirmation de l'analyte.	43-47
Identification par spectrométrie de masse	45-46
Confirmation	47
Définitions	Appendice I
Références	Appendice II

OBJECTIF

1. L'objectif de ce document d'orientation est de définir et de décrire les critères de performance que devraient observer les méthodes d'analyse de résidus de pesticides dans les aliments. Ce document traite des caractéristiques/paramètres dont devraient disposer les méthodes analytiques afin de fournir un niveau de confiance scientifique acceptable dans la méthode analytique qui convient à l'emploi visé et pour évaluer de façon fiable les résidus de pesticide, soit pour des programmes nationaux soit pour le commerce international. Le document suit les directives ainsi que la structure spécifiée dans le Manuel de procédure de la Commission du Codex Alimentarius.
2. Le présent document est applicable à la fois aux méthodes mono-résidu, et aux méthodes multi-résidu (MRM) pour l'analyse des composés cibles dans tous les produits alimentaires, y compris les résidus de pesticides parents et/ou leur métabolites et produits de dégradation dans les produits alimentaires, selon la définition d'un résidu.
3. Cette orientation couvre les analyses qualitative et quantitative, chacune requérant des performances spécifiques différentes de la méthode. Les critères de performance d'acceptabilité pour une identification d'analyte et une confirmation sont également abordés.

PRINCIPES POUR LA SÉLECTION ET LA VALIDATION DES MÉTHODES

Définition de l'objectif de la méthode et du champ d'application

4. L'objectif recherché d'une méthode est généralement décrit dans un exposé sur le champ d'application qui définit les analytes (résidus), les matrices et la gamme de concentration. Il explique aussi si la méthode a pour objectif de faire une détection, une quantification, une identification et/ou une confirmation des résultats.
5. Dans les demandes réglementaires, la limite maximale de résidu ou niveau (LMR ou CXL dans le Codex) est exprimée en termes de « définition du résidu », ce qui peut inclure un composé parent, un métabolite majeur, une somme de parents et/ou métabolites, ou une réaction de produit formée à partir des résidus pendant l'analyse. De façon idéale, les méthodes analytiques des résidus doivent être capables de mesurer tous les éléments de la définition du résidu.
6. *L'aptitude aux fins recherchées* est la mesure à laquelle la performance d'une méthode est conforme aux besoins de l'utilisateur final et correspond aux critères (objectifs de qualité des données) convenus entre le laboratoire et l'utilisateur final (ou client) des données avec des contraintes techniques et budgétaires. Les critères *d'aptitude aux fins recherchées* pourraient être fondés sur certaines des caractéristiques décrites dans le présent document mais qui seront finalement exprimées en termes d'incertitude acceptable combinée (IUPAC, 2002).
7. La sélection des méthodes est décrite dans ENV/JM/MOMO(2007)17, « Document d'orientation sur les méthodes d'analyse des résidus de pesticides ».

Compléter d'autres directives de la Commission du Codex Alimentarius

8. La Commission du Codex Alimentarius (CAC) a publié une directive pour les laboratoires impliqués dans l'analyse des produits alimentaires destinés à l'importation/exportation, qui recommande que lesdits laboratoires doivent :
 - a. Utiliser des procédures internes de contrôle de qualité telles que celles décrites dans « Directives harmonisées pour le contrôle de qualité interne dans les laboratoires d'analyse de produits chimiques » ;
 - b. Participer à des programmes d'essais d'aptitude adaptés pour l'analyse des produits alimentaires qui soient conformes aux exigences établies dans « le protocole international harmonisé pour les essais d'aptitude des laboratoires d'analyse (chimique) » et;
 - c. Si disponibles, utiliser des méthodes qui ont été validées conformément aux principes fournis par la CAC.

9. Les méthodes analytiques doivent être utilisées dans le cadre du Système de gestion de la qualité en laboratoire approuvé, accepté et reconnu internationalement, suivant une norme telle que ISO/IEC 17025 (ou la dernière version), pour être cohérent avec les principes présentés dans le document pour l'évaluation de la qualité (QA) et le contrôle de qualité (QC) mentionnés ci-dessus. La performance en cours doit être suivie par le Système de gestion de la qualité en place dans le laboratoire.

Validation de la méthode

10. Le processus de validation d'une méthode a pour objectif de démontrer qu'une méthode *convient à l'usage*. Ceci signifie que pour un essai réalisé par un analyste formé à cet effet utilisant l'équipement et les matériaux spécifiés, et suivant exactement le protocole de la méthode, des résultats fiables et cohérents peuvent être obtenus dans les limites statistiques spécifiés pour l'analyse d'un échantillon. La validation doit démontrer l'identité et la concentration de l'analyte, en prenant en compte les effets de matrice, fournir une caractérisation statistique des résultats de récupération et indiquer si les taux de faux positifs et négatifs sont acceptables. Lorsque le protocole de la méthode est suivi en utilisant les étalons d'analyse appropriés, des résultats dans les limites de performance établies devraient être obtenus sur le même échantillon de matériau ou équivalent par un analyste professionnel dans tout laboratoire ayant de l'expérience dans la détection des résidus. Pour garantir que la validation de la méthode reste appropriée dans le temps, la méthode doit continuellement être évaluée au moyen d'un contrôle de compétence de routine ainsi que des données continues de contrôle de qualité (par ex. comprenant le taux de récupération).

PARAMÈTRES DE PERFORMANCE POUR LES MÉTHODES ANALYTIQUES

11. Les exigences générales relatives aux caractéristiques de performance individuelle pour une méthode sont résumées ci-dessous à partir des « directives harmonisées pour la validation des méthodes d'analyse pour laboratoire unique » de l' IUPAC et dans ENV/JM/MONO(2014)20 « Document d'orientation OECD pour une validation de laboratoire unique de méthode de guidage analytique quantitative utilisée dans un soutien d'exigences en matière de données. de pré et post registration pour la protection des cultures et les produits biocides. »

A. Applicabilité

12. Après validation, la documentation sur la méthode devrait fournir, outre les spécifications de performance (objectifs de qualité des données), l'information suivante:
 - a. l'identité des analytes, y compris les isomères, les métabolites et autres composants là où approprié (par ex. endosulfane, I&II, spinosyne A&D);
 - b. la gamme de concentration couverte par la validation (par exemple « 0,01–10mg/kg »);
 - c. la gamme des matrices d'échantillons couverte par la validation (par exemple « cucurbitacées, légumes-racines, agrumes, etc. »)
 - d. le protocole décrivant l'équipement, les réactifs, la procédure détaillée étape par étape (y compris la variation permise, par exemple « chaleur à 100 ± 5 °C pour 30 ± 5 min »), les procédures d'étalonnage et de qualité ainsi que les précautions spéciales exigées en matière de sécurité; et l'application prévue et les exigences critiques relatives à l'incertitude;
 - e. et, si nécessaire, un résultat quantitatif devrait être indiqué accompagné de l'incertitude élargie de la mesure (MU) :

B. Sélectivité

13. De façon idéale, la sélectivité devrait être évaluée pour démontrer qu'il n'y a aucune interférence pouvant affecter négativement l'analyse. Il n'est pas pratique de tester la méthode pour chaque interférent potentiel mais il est recommandé de contrôler les interférences communes en analysant un blanc de réactif dans chaque lot d'échantillons. Les concentrations de fond des plastifiants, fuites de septum, produits de nettoyage, impuretés de réactif, de la contamination de laboratoire, des transferts, etc. tendent à apparaître dans les blancs de réactif et doivent être reconnus par l'analyste lorsqu'ils surviennent. Également, les interférences d'analyte à analyte doivent être identifiées en contrôlant les analytes individuels dans des solutions étalons mélangées. Les interférences

de matrice sont évaluées par l'analyse des échantillons connus pour être exempts d'analytes.

14. En règle générale, la sélectivité devrait être telle que toute interférence n'ait aucune conséquence. Le test ultime de sélectivité implique les taux de faux positifs et de faux négatifs dans les analyses. Pour estimer de façon minimale les taux de faux positifs et négatifs pendant la validation de la méthode, un nombre adéquat (suggéré >20 pour chacun (SANTE/11945/2015)) de différents blancs de matrice (ne provenant pas de la même source) devrait être analysé ainsi que des matrices dopées au niveau de notification de l'analyte. Les validations des méthodes d'identification (analyses présence/absence) sont traitées aux paragraphes 31 à 33.

C. Étalonnage

15. À l'exception des erreurs flagrantes (aussi connues en tant que « fausses » erreurs) dans la préparation des matériaux d'étalonnage, les erreurs d'étalonnage constituent généralement (mais pas toujours) un élément mineur de l'incertitude totale, et peuvent en général être subsumées sans danger dans d'autres catégories. Par exemple, les erreurs aléatoires résultant de l'étalonnage font partie de l'incertitude, alors que les erreurs systématiques provoquent des biais analytiques, les deux sont évalués comme un ensemble durant la validation et un contrôle de la qualité continu. Néanmoins, il existe plusieurs caractéristiques d'étalonnage qu'il est utile de connaître au début de la méthode de validation, parce qu'elles affectent l'optimisation du protocole final. Par exemple, on devrait savoir à l'avance si l'étalonnage est linéaire ou quadratique, passe par l'origine et est affecté par la matrice d'échantillon ou non. Les directives décrites dans le présent document se rapportent davantage à la validation, qui peut être plus détaillée que l'étalonnage entrepris au cours d'une analyse de routine.
16. Des mesures de reproduction sont nécessaires pour fournir une estimation empirique de l'incertitude. En l'absence de directive spécifique, il faut appliquer ce qui suit à la méthode de validation initiale (pour un étalonnage linéaire invariable) :
 - a. des dosages répétés à au moins cinq concentrations devraient être effectués;
 - b. les étalons types doivent être uniformément espacés dans la gamme de concentration recherchée et la gamme d'étalonnage devrait comporter la gamme de concentration complète susceptible d'être observée.
 - c. les étalons types doivent être dispersés sur toute la séquence ou comporter le début et la fin de la série pour démontrer que l'intégrité de l'étalonnage est maintenue sur la séquence complète. et l'adéquation de la fonction d'étalonnage doit être tracée et inspectée visuellement et/ou pour le calcul des résidus (les différences entre les concentrations actuelles et calculées des normes), évitant une dépendance excessive sur les coefficients de corrélation. Si des résidus individuels dévient de plus de $\pm 20\%$, des examens statistiques des aberrations devraient être effectués, éventuellement en ré-analysant la séquence si les critères de contrôle de la qualité ne sont pas respectés:
 - d. l'étalonnage par interpolation entre deux niveaux est acceptable en fournissant une différence entre les deux niveaux qui n'est pas supérieur au facteur 10 et en fournissant des facteurs de réponse de la fourchette des étalons types qui sont dans des limites acceptables. Le facteur de réponse de la fourchette des étalons types à chaque niveau ne devrait pas varier de plus de 20% (en prenant la réponse la plus élevée à 100%).

D. Linéarité et interception

17. La linéarité peut être testée en examinant le tracé des résidus produit par la régression linéaire des réactions sur les concentrations dans un étalonnage approprié. Toute courbe suggère un manque de compatibilité dû à une fonction d'étalonnage non linéaire. Dans un tel cas, une autre fonction, telle que la fonction quadratique doit être testée et appliquée en utilisant au moins cinq niveaux de concentrations. Malgré son usage actuellement largement répandu en tant qu'indication de qualité de compatibilité, le coefficient de détermination (R^2) peut être trompeur parce qu'il donne une plus grande importance aux normes avec des concentrations élevées.
18. En général, l'utilisation d'une régression linéaire pondérée ou d'une fonction quadratique pondérée est recommandée plutôt qu'une régression linéaire pour la partie inférieure par

milliard ($\mu\text{g}/\text{kg}$) de détermination de concentration. La valeur de l'interception devrait être proche de zéro (p.ex. <20% de l'étalon types le plus faible) pour diminuer les erreurs dans le calcul des concentrations de résidus à des niveaux faibles. Le forçage des courbes d'étalonnage par zéro vaut également la peine d'être examiné ou peut être justifié pour réduire les biais à des concentrations basses.

E. Effets de matrice

19. L'étalonnage correspondant à la matrice est généralement utilisé pour compenser les effets de matrice. Des extraits de blanc de matrice, de préférence du même type que l'échantillon, doivent être utilisés pour l'échantillonnage. Une autres approche pratique pour compenser les effets de matrice dans l'analyse par chromatographie gazeuse (CG) est l'usage de composés chimiques (analyte de protection) qui sont ajoutés à la fois aux extraits d'échantillons et aux solutions d'étalon afin de maximiser (idéalement) autant la réaction des pesticides dans les étalons solvants et les extraits d'échantillon. D'autres moyens de compenser les effets de matrice impliquent l'usage d'adjonction d'étalons, isotopiquement marqués étalons internes (IS), ou analogues chimiques. Toutefois, ces approches ne sont généralement pas pratiques pour les MRM parce qu'il y a trop de résidus dans les différentes matrices à des niveaux différents pour concevoir des procédures de routine et qu'il manque des étalons isotopiquement marqués pour autant d'analytes. Si l'étalonnage par solvant uniquement est utilisé, une mesure des effets de matrice devrait être effectuée afin de démontrer l'équivalence des résultats en comparant les réponses des étalons correspondant à la matrice avec les étalons par solvant uniquement.

F. Justesse et récupération

20. La justesse est l'accord le plus proche entre un résultat de test et la valeur de référence acceptée de la propriété mesurée. La justesse est établie quantitativement en terme de « biais », plus le biais est faible, plus grande est la justesse. Le biais est typiquement déterminé en comparant la réaction de la méthode à un matériau de référence certifié (si disponible) dont la valeur connue est assignée au matériau. Le testage multi laboratoire est recommandé idéalement. Lorsque l'incertitude dans la valeur de référence n'est pas négligeable, l'évaluation des résultats doit tenir compte de l'incertitude du matériau de référence ainsi que de la variabilité statistique à partir de l'analyse du matériau de référence. En l'absence de matériaux de référence certifiés, les directives de l'IUPAC (2002) et de l'OECD (2014) recommandent l'emploi d'un matériau de référence qui est bien caractérisé aux fins de l'étude de validation.
21. La récupération fait référence à la proportion de l'analyte déterminée dans le résultat final, par rapport au montant ajouté (généralement à un blanc d'échantillon) immédiatement avant l'extraction, généralement exprimée en tant que pourcentage. Des erreurs dans les mesures conduiront à des chiffres de récupération biaisés qui dévieront de la récupération réelle dans l'extrait final. La récupération de routine concerne la (les) détermination(s) réalisée(s) dans les pointes de contrôle de qualité dans l'analyse de chaque lot d'échantillon.

G. Précision

22. La précision est la proximité de l'accord entre des résultats d'essais répétés indépendants obtenus dans les conditions stipulées. Elle est généralement spécifiée en termes d'écart type (SD) et d'écart type relatif (RSD), aussi connue en tant que coefficient de variation. La distinction entre la précision et le biais dépend du niveau auquel le système analytique est considéré. Donc du point de vue d'une simple détermination, tout écart affectant l'étalon utilisé dans l'analyse sera considéré comme un biais. Du point de vue de l'analyste révisant le travail d'une année, le biais analytique sera différent chaque jour et agira comme une variable aléatoire avec une précision associée intégrant toute condition stipulée pour l'estimation de cette précision.
23. Pour une validation de laboratoire unique, deux types d'ensembles de conditions en matière de précision sont importants: (a) La répétabilité, la variabilité des mesures dans la même séquence analytique, et (b) la reproductibilité au sein du laboratoire, c'est-à-dire la variabilité des résultats dans des jeux d'échantillons multiples. Il importe que les valeurs de précision soient représentatives des conditions d'essai probables. D'abord, la variation des conditions entre les séries d'essai doit représenter ce qui se passerait normalement dans un laboratoire durant l'utilisation régulière de la méthode. Ceci peut être effectué lors de la validation/vérification continue de la performance de la méthode. Par exemple, les variations dans les lots de réactifs, les analystes et les instruments doivent être mesurées par un contrôle de qualité continu. Deuxièmement, le matériau d'essai utilisé doit être

typique en termes de matrice et (de façon idéale) de l'état de broyage, des matériaux que susceptibles d'être trouvés dans des applications réelles.

24. Dans les validations de laboratoire unique, la précision varie souvent avec la concentration de l'analyte. Les hypothèses types sont: (a) qu'il n'y a pas de changement de précision avec le niveau d'analyte, ou (b) que l'écart type est proportionnel au, ou dépend linéairement du niveau d'analyte. Dans les deux cas, l'hypothèse demande à être vérifiée, s'il l'on s'attend à ce que le niveau d'analyte varie substantiellement.
25. Des données de précision peuvent être obtenues pour une large palette de conditions en plus d'une répétabilité minimale et les conditions entre les séries indiquées ici, et il peut être approprié d'obtenir des informations supplémentaires. Par exemple, il peut être utile pour l'évaluation des résultats, ou pour améliorer la mesure d'avoir une indication d'un opérateur distinct et des effets de série d'essai entre plusieurs jours ou dans une même journée, ou d'avoir une indication de la précision que l'on peut obtenir en utilisant un ou plusieurs instruments. Il est fortement recommandé dans de telles études de disposer d'une gamme de concepts différents et d'une série de techniques d'analyse statistique ainsi que d'un concept expérimental prudent. La validation initiale doit être réalisée à la limite de quantification ciblée ou à la limite de notification de la méthode, et au moins à un autre niveau plus élevé, par exemple 2-10x la LOQ ciblée ou la LMR.

H. Limite de quantification (LOQ)

26. De longue date, pour les chimistes analystes, la définition de la LOQ est la concentration à laquelle le rapport moyen (S/N) est équivalent à 10 dans l'analyse. À la LOQ dans une distribution statistique (Gaussian), l'analyte sera déterminé à 95% du temps dans l'échantillon utilisant la méthode. La LOQ en pratique peut uniquement être évaluée parce que la détermination précise de la LOQ actuelle requiert de nombreuses analyses d'échantillons dopés et de blancs de matrice, mais la LOQ change de jour en jour en fonction de l'état de performance de l'instrument, parmi de nombreux autres facteurs. Certaines directives de validation demandent de vérifier la LOQ pour répondre aux critères de performance de la méthode par le biais d'expériences dopées à la LOQ, Toutefois les variations de jour en jour dans la LOQ tendent à forcer l'analyste à surestimer grandement la méthode actuelle de LOQ ce qui rend difficile la mise en œuvre de la définition stricte de la LOQ (S/N= 10). Par conséquent la fortification au niveau validé le plus faible (LVL) constitue l'approche la plus descriptive et la plus correcte. Par ailleurs, la quantification des analytes ne doit pas être faite en dessous du niveau étalonné le plus faible (LCL) dans la même séquence analytique. Le (S/N) au niveau LCL doit être ≥ 10 (conc. \geq LOQ), ce qui peut être établi comme un contrôle approprié pour chaque séquence analytique. Une matrice dopée de contrôle de qualité peut aussi être incluse dans chaque séquence pour vérifier que la limite de notification est atteinte dans l'analyse (un niveau d'action qui est typiquement plus grand que LCL). En essence, le point de validation n'est pas pour déterminer la LOQ mais pour démontrer que la concentration la plus basse notifiée répond au besoin d'une analyse.

I. Gamme analytique

27. La gamme validée est l'intervalle de la concentration d'analyte au sein de laquelle la méthode peut être considérée comme étant validée. Le niveau validé le plus faible (LVL) est la concentration la plus basse évaluée durant la validation qui est conforme aux critères de performance pour les méthodes d'analyse. Il importe de comprendre que cette gamme validée n'est pas nécessairement identique à la gamme utile de l'étalonnage. Alors que l'étalonnage peut couvrir une large gamme de concentration, la gamme validée (qui est généralement beaucoup plus importante en termes d'incertitude) couvrira une gamme plus restreinte. Dans la pratique, la majorité des méthodes sera validée au moins à deux niveaux de concentration. La gamme validée peut être considérée comme une extrapolation raisonnable entre ces points de concentration mais beaucoup de laboratoires choisissent de valider un troisième niveau pour démontrer la linéarité. La méthode analytique peut être suffisamment sensible de sorte que le LVL pour chaque analyte soit égal ou inférieur à l'actuelle CXL. La gamme de validation devrait couvrir la CXL existante. Lorsqu'une CXL n'existe pas, le niveau le plus faible peut être des LMR établies par une autorité de réglementation nationale. Si aucune CXL ou LMR existe pour un analyte/une paire de matrices données, alors 0,1 mg/kg sert généralement de LV souhaitable. Dans les MRM, l'objectif analytique type est d'établir le LVL (et le niveau de notification) à 0,1 mg/kg dans diverses denrées alimentaires représentatives.

J. Robustesse

28. La robustesse (souvent synonyme de solidité) d'une méthode analytique est la résistance au changement dans les résultats produits par une méthode analytique lorsque des écarts se produisent dans les conditions expérimentales décrites dans la procédure. Les limites pour les paramètres expérimentaux doivent être prescrites dans le protocole de la méthode (bien que cela n'ait pas toujours été fait par le passé), et de tels écarts permis, séparément ou sous quelque combinaison que ce soit, ne doivent pas produire de changement significatif dans les résultats. Un « changement significatif » ici impliquerait que la méthode ne pourrait pas respecter les objectifs de qualité des données définis par *l'aptitude aux fins recherchées*. Les aspects de la méthode qui pourraient affecter les résultats doivent être identifiés, et leur influence sur les performances de la méthode doit être évaluée en utilisant des tests de robustesse. La robustesse peut être évaluée en utilisant l'approche de Youden et Steiner (1975).
29. Exemples des facteurs qui pourraient être soumis à un test de robustesse: changement d'instrument, d'opérateur ou de la marque d'un réactif/lot ; la concentration du réactif; le pH de la solution ; la température de la réaction; la durée accordée pour terminer le processus, et/ou d'autres facteurs pertinents.

K. Mesure de l'incertitude (MU)

30. L'approche officielle de l'estimation de l'incertitude de la mesure calcule une évaluation d'une incertitude de mesure à partir d'une équation, ou d'un modèle mathématique autour duquel on peut s'attendre à ce que la valeur réelle se trouve au sein d'un niveau de probabilité défini. Les procédures décrites dans la méthode de validation sont conçues pour garantir que l'équation utilisée pour estimer le résultat, en tenant compte des erreurs aléatoires en tout genre, est l'expression valide reflétant tous les effets reconnus et substantiels en plus du résultat. D'autres considérations et description de l'incertitude de mesure sont décrits dans CAC/GL-59-2006, « Directives pour l'estimation de l'incertitude des résultats ».
31. Il est préférable d'exprimer l'incertitude de la mesure en tant que fonction de la concentration et de comparer cette fonction avec le critère d'aptitude aux fins recherchées entre le laboratoire et le client ou l'utilisateur final des données. Une possibilité est de calculer la MU à partir des données relatives aux essais d'aptitude. Un exemple est donné dans SANCO/12571/2013 Annexe C.

CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ DE PERFORMANCE DES MÉTHODES DE DÉTECTION

32. Les méthodes de détection sont généralement de nature soit qualitatives soit semi-quantitatives, avec pour objectif de faire la distinction entre les échantillons qui contiennent des résidus dépassant une valeur seuil (« négatifs ») de ceux qui peuvent contenir des résidus dépassant cette valeur (« potentiellement positifs »). La stratégie de validation se concentre dès lors sur l'établissement d'un seuil de concentration supérieur dont les résultats sont « potentiellement positifs », déterminant un taux fondé sur une statistique tant pour les résultats « faux positifs » que « faux négatifs », testant les interférences et établissant des conditions d'emploi appropriées. Le concept de détection offre aux laboratoires des moyens rentables pour étendre leur portée analytique aux analytes qui potentiellement ont une faible probabilité de se retrouver dans les échantillons. Les analytes qui apparaissent plus fréquemment devraient continuer à être contrôlés en utilisant des méthodes quantitatives validées pour les résidus multiples (MRM). Comme dans les méthodes quantitatives, les méthodes de détection seront aussi contrôlées en termes de sélectivité et de sensibilité. Dans certaines applications, les kits de tests peuvent être utiles mais les techniques actuelles ont rarement recours à des besoins de dépistage multi-résidus économiquement en pratique. La sélectivité et la portée analytique sont souvent améliorées lorsque la chromatographie ou une autre technique de séparation est employée avant l'extraction. Une autre approche est d'utiliser des méthodes de détection qui impliquent une spectrométrie de masse automatisée (MS), qui sont souvent universelles dans le champ d'application et à même de distinguer les produits chimiques les uns des autres.
33. La sélectivité des méthodes de détection doit être adéquate et capable de distinguer la présence du composé ciblé, ou groupe de composés, provenant d'autres substances qui peuvent être présentes dans l'échantillon. Elle n'est en général pas aussi bonne que celle des méthodes quantitatives. Les méthodes de détection tirent souvent profit d'un dispositif structurel commun à un groupe ou une classe de composés et peuvent être basées sur des essais d'immunologie ou des réactions spectrophotométriques qui peuvent identifier un

composant de manière non équivoque.

34. La validation d'une méthode de détection basée sur une limite de détection (SDL) peut se concentrer sur la détectabilité. Pour chaque groupe de produits, (SANCO 12571/2013 Annexe A groupe de produits et des produits représentatifs), une validation minimale devrait impliquer l'analyse d'un nombre recommandé d'au moins 20 échantillons dopés au niveau de la SDL estimée. Les échantillons et au moins 20 blancs de matrice de sources différentes (plus il y a de répliques d'une plus grande diversité meilleure est la validation) du groupe de produit avec un minimum de deux échantillons différents pour chaque catégorie de produit doivent être représentatifs de la portée prévue par le laboratoire. Des données de validation supplémentaires peuvent être collectées dans les données AQC continues et la vérification des performances de la méthode au cours de l'analyse de routine. La SDL de la méthode de détection qualitative est le niveau le plus bas auquel un analyte a été détecté (ne répondant pas nécessairement aux critères d'identification MS) dans au moins 95 pour cent des échantillons (par exemple un taux acceptable de 5 pour cent de faux négatifs).

CRITÈRES D'ACCEPTABILITÉ DE PERFORMANCE DES MÉTHODES QUANTITATIVES

35. La sélectivité est d'une importance particulière dans la définition des caractéristiques de performance des méthodes quantitatives utilisées dans les programmes de contrôle réglementaires pour les résidus de pesticides dans les produits alimentaires. Idéalement, la méthode doit fournir un signal sans interférences de la part des autres analytes et composés de la matrice qui pourraient être présents dans un échantillon ou un extrait d'échantillon. Les analyses chromatographiques basées sur les pics qui ne sont pas entièrement résolus donnent des résultats quantitatifs moins fiables. L'usage de détecteurs d'éléments spécifiques ou de différentes longueurs d'onde de détection ou de détecteurs fondés sur la masse plus à même de distinguer un composé ou une structure particulière, combiné à une séparation chromatographique, améliore la sélectivité des méthodes quantitatives.
36. Les exigences pour la récupération d'une gamme de résidus de pesticides différents en une extraction augmentent la possibilité de voir la sélectivité compromise en MRM par rapport à des méthodes mono-analyte. Utiliser moins d'extraction sélective et des procédures de nettoyage devrait résulter en un matériau de matrice co-extrait plus grand dans l'extrait final. La nature et les quantités d'un tel matériau co-extrait peuvent varier sensiblement en fonction des particularités et de la méthode de l'échantillon individuel. C'est pourquoi, il est nécessaire d'être particulièrement soigneux lors de la fixation des critères concernant la précision et la justesse des MRM afin de garantir que la quantification ne sera affectée par l'interférence de composés chimiques.
37. En plus de la sélectivité d'une méthode, la capacité d'une méthode à fournir un résultat quantitatif fiable, doit être démontrée (par exemple justesse – voir F, page 7 et précision – voir G, page 7).
38. Les critères d'acceptabilité pour une méthode analytique quantitative doivent être démontrés à la fois dans les phases initiales et permanentes de validation comme pouvant fournir des valeurs moyennes de récupération acceptables à chaque niveau de dopage. Pour validation, un minimum de cinq répliques est nécessaire (pour contrôler la récupération et la précision) au niveau LOQ ciblé ou limite de notification de la méthode, et au moins un niveau supplémentaire plus élevé, par exemple, 2-10x la LOQ ciblé ou la LMR. Si une méthode est utilisée pour un test de conformité (par ex. si un produit est conforme à une LMR (ou CXL) elle doit être à un des niveaux de dopage. Lorsque la définition du résidu inclut deux ou plus d'analytes, dix même si possible, la méthode doit être validée pour tous les analytes.
39. La précision d'une méthode peut être déterminée par l'analyse d'un matériau de référence certifié, par comparaison des résultats avec ceux obtenus en utilisant une autre méthode pour laquelle les paramètres de performance ont antérieurement été rigoureusement établis (généralement, une méthode ayant fait l'objet d'une étude en collaboration) ou par détermination de la récupération de l'analyte supplémenté dans un échantillon blanc connu. Une moyenne de récupération acceptable à des fins d'exécution s'étale de 70-120 pour cent avec RSD \leq 20%. Dans certains cas (particulièrement avec MRM), des récupérations hors de cette gamme peuvent être acceptées, comme lorsque la récupération est faible mais constante (par exemple démontrant une bonne précision). Ceci est plus justifiable si la raison d'un biais systématiquement faible est bien établie par la chimie (par ex. la distribution connue d'un analyte entre les phases dans une étape de partition). Cependant, une méthode plus précise devrait être utilisée, si possible. En outre, des récupérations >120%

peuvent seulement s'expliquer à travers un interférent ou biais qui devraient être pris en compte dans la méthode, y compris la réévaluation de la calibration.

40. Pour l'interprétation des récupérations, il est nécessaire de reconnaître que l'analyte dopé dans un échantillon essai ne se comporte pas de la même manière que l'analyte biologiquement occasionné (résidu de pesticide). Dans de nombreux cas, la quantité du résidu occasionné qui est extraite est inférieure au total des résidus occasionnés actuellement présents. Ceci peut être dû à des pertes au cours de l'extraction, à une liaison intercellulaire des résidus, à la présence de conjugués, ou à d'autres facteurs qui ne sont pas complètement représentés par les expériences de récupération en utilisant des matrices en blanc fortifiées par un analyte.

L'analyse d'une matrice occasionnée pour soutenir la méthode de validation est fortement encouragée. Pour des concentrations relativement élevées, les récupérations analytiques devraient approcher cent pour cent. Pour des concentrations plus faibles, particulièrement avec des méthodes impliquant une extraction, isolation et phases de concentration extensives, les récupérations peuvent être inférieures. Quels que soient les pourcentages de récupération moyens observés, la récupération avec une faible variabilité est souhaitable afin qu'une correction fiable pour récupération puisse être faite au résultat final, si nécessaire. Les corrections de récupération doivent être effectuées en conformité avec l'orientation fournie par CAC/GL 37-2001.

41. En général, les données pour les résidus ne doivent pas être ajustées pour la récupération lorsque la récupération moyenne se situe entre 70 et 120 pour cent. Les corrections de récupération doivent être conformes à l'orientation fournie par CAC/GL 37-2001. Il est de la plus grande importance que toutes les données, lorsqu'elles sont rapportées (a) indiquent clairement si des corrections de récupération ont été effectuées ou non et (b) incluent la quantité correspondant à la correction et la méthode par laquelle elle a été calculée, si une correction de la récupération a été effectuée. Ceci permettra d'obtenir des jeux de données directement comparables. Les fonctions de correction doivent être établies sur la base de l'examen des statistiques appropriées, documentées, archivées et disponibles pour le client.
42. Conformément à ISO 17025, la participation à un programme d'essai d'aptitude, si disponible et abordable, serait utile. De nombreux programmes d'essais d'aptitude sont disponibles et abordables pour les laboratoires du monde entier qui assurent le contrôle des résidus de pesticides.

CRITÈRES DE PERFORMANCE DES MÉTHODES POUR L'IDENTIFICATION ET LA CONFIRMATION DE L'ANALYTE

43. De loin, les erreurs flagrantes (les fausses erreurs durant la préparation de l'échantillon) sont la source principale d'erreurs d'identification dans les méthodes fondées sur la spectrométrie de masse (SM). C'est pourquoi toutes les actions réglementaires coercitives (au-dessus d'une LMR ou pour celles sans LMR pour ce produit) demandent une confirmation du résultat via une réextraction d'une réplique, portion d'essai de l'échantillon original et une nouvelle analyse, utilisant de façon idéale différents produits chimiques pour la préparation de l'échantillon et/ou analyse différente.
44. La sélectivité est primordiale pour les méthodes d'identification. La méthode doit être suffisamment sélective pour fournir une identification sans ambiguïté. La SM couplée à une méthode de séparation chromatographique est une combinaison très puissante pour l'identification d'un analyte dans un extrait d'échantillon. Les outils CG-SM et CL-SM (balayage complet, mode ion sélectionné, haute résolution, tandem MS/MS, systèmes hybrides parmi d'autres techniques de pointe) fournissent de nombreux paramètres mesurables tels que les temps de rétention, formes des pics chromatographiques, intensités ioniques, abondances/ratios relatifs, exactitudes de masse et autres aspects utiles contribuant à l'identification de l'analyte.

Identification fondée sur la spectrométrie de masse (SM)

45. Il n'existe pas de critère accepté universellement pour l'identification. Voir les articles d'examen critique dans *Trends Anal. Chem.* dans l'Appendice II pour la liste des critères réglementaires de différentes organisations et les discussions pertinentes sur le sujet. Le tableau 1 indique les critères décrits dans SANCO/12745/2015.

Les pratiques actuelles dans l'analyse qualitative (et quantitative) des résidus de pesticides impliquent communément la chromatographie + la détection d'ions sélectionnés (SIM) ou les

techniques SM/SM. La spectrométrie de masse à spectre total (balayage complet, ou « time-of-flight ») est également un outil acceptable qui utilise les facteurs appariés de la bibliothèque spectrale et/ou l'abondance relative des ions principaux au sein du spectre total. Le dernier cas peut être traité en tant que ratios d'ions dans les critères indiqués ci-dessous en utilisant au moins trois ions. Dans le premier cas, les facteurs appariés devraient être de ≥ 900 ($\geq 90\%$ de correspondance) pour des objectifs d'identification réglementaires et le spectre de bibliothèque de référence devrait être obtenu à partir des étalons de pureté élevée de soustraction de fond sur le même instrument en utilisant des conditions similaires à celles dans l'analyse de l'échantillon.

- a. Les valeurs de référence du temps de rétention de l'analyte doivent être déterminées à partir d'étalons types de concentration élevée analysés simultanément (dans le même lot) dans des solutions à base de solvant (des étalons types correspondant à la matrice peuvent être utilisés s'il est connu qu'aucune interférence n'est présente).
 - b. Les valeurs de référence des ratios d'ions doivent être fixées de la même façon que dans la section 45a. Les différents ions utilisés pour l'identification doivent coéluer et avoir des formes de pics similaires; l'ion provenant de l'étalon type avec l'intensité moyenne plus élevée doit être utilisé en tant que dénominateur dans le ratio d'ion exprimé en % (en raison des fluctuations du signal, les ratios d'ions atteignant jusqu'à 130% sont acceptables avant que les ions soient inversés pour établir le ratio d'ion).
 - c. Le rapport signal/bruit pour les pics mesurés doit être supérieur à 3 et/ou le signal doit dépasser le niveau d'intensité du seuil lorsqu'il est comparé au signal d'un étalon type approprié ou un contrôle comprenant le niveau concerné;
 - d. Les transitions ion choisies aux fins d'identification doivent avoir un sens chimique/structurel (être certain que les ions choisis ne proviennent pas d'un agent dégradant, d'une impureté ou de la confusion avec un produit chimique autre que l'analyte).
 - e. Tous les réactifs et les blancs de matrice doivent être exempts de transfert, de contamination et/ou d'interférence dépassant la LOQ de 20%;
Le temps de rétention minimal acceptable pour l'(es) analyte(s) doit être d'au moins deux fois le temps de rétention correspondant au volume vide de la colonne. Le temps de rétention de l'analyte dans l'extrait doit correspondre à celui de la valeur de référence (point a.) dans 0,2 minutes ou 0,2 pour cent du temps de rétention relatif, à la fois pour la chromatographie gazeuse et la chromatographie liquide.
46. Les méthodes fondées sur la spectrométrie de masse à haute résolution sont censées offrir une plus grande fiabilité par le biais d'une mesure précise de la masse/ la charge de l'ion que celle pouvant être obtenue en utilisant des techniques de spectrométrie de masse de résolution unitaire. Différents types et modèles de détecteurs de spectrométrie de masse donnent lieu à des degrés de sélectivité différents qui sont en rapport avec la confiance en l'identification. Les critères pour l'identification basés sur SANCO/12745/2015 sont fournis dans le tableau 1. Celles-ci doivent uniquement être considérées comme des critères d'orientation pour l'identification et non pas comme des critères absolus visant à prouver la présence ou l'absence d'un composé. Par exemple, d'autres critères réglementaires acceptables pour une identification d'analyte basés sur les proportions d'ions impliquent $\pm 10\%$ ou $\pm 20\%$ de différences absolues (non relatives) pour un ou plusieurs ensembles d'ions respectivement par rapport à la référence des proportions d'ions pour l'/les analyte (s).

Tableau 1: Critères d'identification pour différentes techniques SM conformément à SANCO/12745/2015

Caractéristiques/ détecteur SM	Systèmes types (exemples)	Acquisition	Exigences en matière d'identification	
			Nombre minimum d'ions	Autre
Résolution unité de masse	quadrupole, piège à ion, TOF	balayage complet, plage limitée m/z, SIM	3 ions	S/N ≥ 3 ^{e)} Les pics de l'analyte dans les chromatogrammes d'ions extraits doivent pleinement coïncider. Proportion d'ion dans ±30% (relatif) de la moyenne des étalons types provenant de la même séquence
SM/SM	triple quadruple, piège à ion, Q- trap, Q-TOF, Q- Orbitrap	Contrôle de la réaction sélectionnée ou multiple, résolution de masse pour l'isolation d'un ion précurseur équivalent à ou mieux que la résolution par unité de masse	2 produits ions	
Mesure précise de la masse	SM de haute résolution (Q-)TOF (Q-)Orbitrap FT-ICR-MS Secteur MS	balayage complet, plage limitée m/z, SIM , fragmentation avec ou sans sélection d'ion précurseur ou combinaison de ceux-ci	2 ions avec précision de la masse ≤ 5 ppm ^{a,b,c)}	
		SM étape combinée unique et SM/SM avec une résolution de masse pour l'isolation de l'ion précurseur équivalent à ou mieux que la résolution unité de masse	<u>2 ions:</u> 1 ion moléculaire, molécule (dé) protonée ou ion d'adjonction avec la masse acc. ≤ 5 ppm ^{a,c)} <u>plus</u> 1 SM/SM produit d'ion ^{d)}	

a) comprenant de préférence l'ion moléculaire, molécule (dé)protonée ou ion d'adjonction

b) comprenant au moins un fragment d'ion

c) < 1 m Da pour m/z < 200

d) aucune exigence spécifique pour la précision de la masse

e) dans le cas où le bruit est absent, un signal devrait être présent dans au moins 5 balayages ultérieurs

Confirmation

47. Si l'analyse initiale ne fournit pas d'identification sans ambiguïté ou ne correspond pas aux exigences pour l'analyse quantitative, une analyse de confirmation est requise. Ceci peut impliquer une ré-analyse de l'extrait ou de l'échantillon. Dans les cas où la CXL/LMR est dépassée, une analyse de confirmation ou une autre prise d'essai est toujours nécessaire. Pour des combinaisons de matrice/ pesticide inhabituelles, une analyse de confirmation est également recommandée.

Si la méthode de confirmation initiale n'est pas fondée sur une technique SM, les méthodes de confirmation doivent impliquer une identification d'analyte utilisant des techniques de SM. De plus, les méthodes de confirmation doivent utiliser des approches indépendantes fondées sur différents mécanismes chimiques (tels que les séparations chromatographiques

liquide et gazeuse). Dans certaines situations, la confirmation par des laboratoires indépendants peut être appropriée. Des exemples de techniques analytiques pouvant convenir et répondre aux critères des méthodes analytiques de confirmation sont résumés dans le Tableau 3.

Tableau 2 Exemples de méthodes de détection appropriée pour l'analyse de confirmation des substances, comme recommandées par la Consultation Miskolc

Méthode de détection	Critère
CL ou CG et SM	Si un nombre suffisant d'ions fragments sont contrôlés
CL-DAD	Si le spectre UV est caractéristique
CL – fluorescence	En combinaison avec d'autres techniques
2-D TLC – (spectrophotométrie)	En combinaison avec d'autres techniques
CG-ECD, NPD, FPD	Uniquement si combiné avec au moins deux techniques de séparation
Dérivatisation	Si ce n'était pas la méthode de premier choix
CL-immunogramme	En combinaison avec d'autres techniques
CL-UV/VIS (longueur d'onde simple)	En combinaison avec d'autres techniques

APPENDICE I: DÉFINITIONS

Analyte: La substance chimique recherchée ou déterminée dans un échantillon (CAC/GL 2009).

Analyte de protection: Composé interagissant fortement pour remplir les sites actifs dans le système de chromatologie gazeuse, réduisant ainsi les interactions de l'analyte avec ces sites actifs et produisant moins d'élargissements de pic ou de pertes, d'où une réponse plus élevée de l'analyte.

Contrôles de qualité analytique: Étalons types, blancs, produits dopants, échantillon de référence, ou essai analytique similairement généré en laboratoire conçus pour vérifier si le lot (séquence) des échantillons analysés répond aux caractéristiques de performance spécifiés (objectifs de qualité des données).

Applicabilité: Les analytes, matrices, et concentrations pour lesquels une méthode d'analyse peut être utilisée de façon satisfaisante (CAC/GL 72-2009).

Coefficient de variation (CV): Souvent appelé l'écart-type relatif (RSD). C'est une mesure de précision des études quantitatives qui compare la variabilité des différents ensembles avec les différentes moyennes.

Confirmation: La combinaison de deux ou plusieurs analyses qui sont en accord l'une avec l'autre, l'une d'entre elles répondant aux critères d'identification.

Méthode de confirmation : Une méthode qui est capable de fournir des informations complémentaires en accord avec un résultat précédent. Idéalement, un sous-échantillon différent est analysé au moyen d'une méthode impliquant un mécanisme chimique différent de celui utilisé dans la première analyse, et une des méthodes répond aux critères d'identification de l'analyte avec un degré de certitude acceptable au niveau concerné.

Faux positif: Un résultat erroné indiquant que l'analyte est présent ou dépasse une concentration spécifiée (par exemple, CXL ou niveau de notification)

Faux négatif: Un résultat erroné indiquant que l'analyte n'est pas présent ou ne dépasse pas une concentration spécifiée.

Fortification: Ajout d'analytes dans le but de déterminer la récupération (aussi appelé le dopage).

Identification: Procédure de détermination sans ambiguïté de l'identité chimique d'un analyte ou de son(s) métabolite(s) dans une analyse.

Résidus d'origine : Résidus se trouvant dans un produit, résultant de l'usage spécifique d'un pesticide ou de la consommation par un animal ou de la contamination environnementale dans le champ, par opposition aux résidus présents suite au dopage des échantillons en laboratoire.

Interférence : Réaction intrinsèque ou extrinsèque sans rapport avec l'analyte (par ex., le bruit) due à des facteurs électroniques, chimiques ou autres en rapport avec les instruments, l'environnement, la méthode ou l'échantillon.

Interférent: Produit chimique ou autre facteur causant une interférence.

Étalon interne (IS) : Un produit chimique ajouté en quantité connue aux échantillons et/ou étalons dans une analyse chimique, y compris les étalons blancs et étalons types. Cette substance peut alors être utilisée pour l'étalonnage en traçant le rapport entre le signal de l'analyte et le signal de l'étalon interne en tant que fonction des concentrations. Ce rapport pour les échantillons est ensuite utilisé pour obtenir les concentrations de l'analyte. L'étalon interne utilisé doit fournir un signal similaire au signal de l'analyte dans la plupart des cas mais suffisamment différents pour qu'on puisse distinguer les deux signaux l'un de l'autre.

Limite de quantification (LOQ): [voir paragraphe 26].

Linéarité: La capacité d'une méthode d'analyse, dans une certaine fourchette, de donner une réponse ou des résultats instrumentaux, directement proportionnels à la quantité de l'analyte à déterminer dans l'échantillon de laboratoire.

Niveau étalonné le plus faible (LCL): la concentration (ou la masse) la plus faible pour laquelle le système de détermination est étalonné de façon satisfaisante, au travers du lot d'analyse.

Niveau validé le plus faible (LVL): Le niveau de dopage validé le plus faible qui répond aux critères d'acceptabilité pour la performance de la méthode.

Matrice: Le matériau ou l'élément échantillonné pour des études de résidus de pesticides

Blanc de matrice: Matériau d'échantillon ou portion d'échantillon contenant une concentration non détectable des analytes concernés.

Effet de matrice: L'influence d'un ou plusieurs composés non détectés dans l'échantillon sur la mesure de

la concentration ou de la masse de l'analyte.

Étalons correspondant à la matrice: Solutions étalons préparées dans les extraits finaux des blancs de matrice similaires à ceux de l'échantillon à analyser qui sont destinées à compenser les effets de matrice et les éventuelles interférences pendant l'analyse.

Limite maximale de résidu (LMR/CXL) : Concentration maximale d'un résidu autorisée légalement ou reconnue comme acceptable dans ou sur un produit alimentaire telle qu'établie par le Codex (CXL) ou une autorité de réglementation nationale. Le terme « tolérance » utilisé dans certains pays est, dans la majorité des cas, synonyme de LMR (normalement exprimée en mg/kg de poids du produit frais).

Incertitude de mesure: Paramètre associé aux résultats d'une mesure, caractéristiques de la dispersion des valeurs qui pourraient être raisonnablement attribuées au mesuré.

Méthode multi-classes: Méthode qui permet de mesurer simultanément deux ou plusieurs groupes (ou familles) de résidus.

Méthode multi-résidus (MRM) : Une méthode qui peut déterminer un grand nombre de composés généralement de différentes classes chimiques.

Précision: Degré de variabilité d'une mesure autour d'une moyenne.

Méthode quantitative: Une méthode capable de produire des résultats de concentration d'analyte (déterminants) avec justesse et précision conformément aux critères établis.

Récupération: Quantité mesurée en pourcentage de la quantité d'analyte(s) (substance active et métabolites pertinents) ajoutée à l'origine à un échantillon de la matrice appropriée, qui contient soit un niveau détectable d'analyte ou un niveau détectable connu. Les expériences de récupération fournissent des informations à la fois sur la précision et la justesse, d'où l'exactitude de la méthode.

Écart type relatif (RSD): C'est l'écart type, divisé par la valeur absolue de la moyenne arithmétique, exprimé en pourcentage. Il fait référence à la précision de la méthode (appelé aussi le coefficient de variation-CV).

Conditions de répétabilité: Précision généralement exprimée en tant que RSD, obtenue par la même procédure de mesure ou d'essai; par le même opérateur; le même matériel de mesure ou d'essai utilisé dans les mêmes conditions; le même lieu et répété pendant un court intervalle de temps (CAC/GL 72-2009).

Conditions de reproductibilité: Précision (généralement exprimée en tant que RSD) des conditions d'observation où les résultats d'essai/de mesure indépendants sont obtenus par la même méthode sur des échantillons d'essai/de mesures identiques dans différentes installations d'essai ou de mesure avec des opérateurs différents utilisant du matériel différent (CAC/GL 72-2009).

Robustesse: Mesure de la capacité d'une procédure analytique de ne pas être affectée par des variations faibles mais délibérées dans les paramètres de la méthode et qui fournit une indication de sa fiabilité durant une utilisation normale (CAC/GL 72-2009).

Préparation de l'échantillon : Implique l'extraction d'une portion d'essai de l'échantillon, son nettoyage ainsi que d'autres étapes dans la méthode conduisant à l'extraction finale en vue de l'analyse

Traitement de l'échantillon : Procédure visant à obtenir une portion d'essai pour analyse et qui est représentative de l'échantillon prélevé et conserve l'intégrité des analytes. Cela implique la coupe, l'homogénéisation, le broyage, le mélange ou toute autre opération utilisant des techniques et du matériel appropriés selon le type d'échantillon et la taille de l'échantillon prélevé et des portions d'essai

Limite de détection chromatographique (SDL) : Niveau de dopage le plus faible dont la certitude est démontrée avec un niveau de confiance à 95%.

Méthode de détection : Une méthode qui répond aux critères prédéterminés visant à détecter la présence ou l'absence d'un analyte ou d'une classe d'analytes au niveau ou au-dessus du niveau de la concentration minimale concernée.

Sélectivité : La capacité d'une méthode à déterminer certain(s) analyte(s) dans un(des) mélange(s) ou une(des) matrice(s) sans l'interférence d'autres composants ayant le même comportement (CAC/GL72-2009).

Sensibilité: Quotient du changement dans l'indication d'un système de mesure et le changement correspondant dans la valeur de la quantité mesurée (CAC/GL 2009).

Méthode du résidu unique: Méthode qui détermine un résidu unique ou un petit groupe d'analytes ayant des propriétés physico-chimiques similaires.

Adjonction d'étalon : La méthode par adjonction d'étalon est un type d'approche par analyse quantitative parfois utilisée en chimie analytique où une quantité connue de l'analyte est ajoutée directement aux

aliquotes des extraits finaux.

Justesse : Concerne la proximité de l'accord entre le résultat d'un essai et la valeur de référence acceptée de la propriété mesurée

Incertitude : Un paramètre associé au résultat d'une mesure qui caractérise la dispersion des valeurs qui pourraient raisonnablement être attribuées à la mesure.

APPENDICE II: RÉFÉRENCES

1	CAC/GL 27-1997	Directives pour l'évaluation des compétences des laboratoires d'essais chargés du contrôle des importations et des exportations de denrées alimentaires
	CAC PM 24 2015 1pageEN	Manuel de procédure de la Commission du Codex Alimentarius, 24 ^{ème} édition.
2	CAC/GL 37-2001	Directives harmonisées de l'UICPA concernant l'utilisation des taux de récupération dans les mesures analytiques. <i>Pure & Appl. Chem.</i> , 71,1999; 337 – 348
3	CAC/GL 40-1993	Directives concernant les bonnes pratiques de laboratoire en matière d'analyse des résidus de pesticides
4	CAC/GL 49-2003	Directives harmonisées pour la validation des méthodes d'analyse par un seul laboratoire <i>Pure & Appl. Chem.</i> , 74,2002; 835–855
5	CAC/GL 56-2005	Directives sur l'utilisation de la spectrométrie de masse (SM) pour l'identification, la confirmation et le dosage des résidus
6	CAC/GL 59-2006	Directives pour l'estimation de l'incertitude des résultats
7	CAC/GL 64-1995	Protocole pour la conception, la conduite et l'interprétation des études de performance des méthodes
8	CAC/GL 65-1997	Directives harmonisées pour le contrôle de qualité interne des laboratoires de chimie analytique <i>Pure & Appl. Chem.</i> , 67,1995; 649-666
9	CAC/GL 72-2009	Projet de directives sur la terminologie analytique
10	CAC/STAN 193 -1995	Norme générale pour les contaminants et les toxines présents dans les produits destinés à la consommation humaine et animale

11	Guidance Document on Pesticide Residue Analytical Methods OECD	Document d'orientation sur les méthodes d'analyse des résidus de pesticides ENV/JM/MOMO(2007)17 Publications de l'OCDE sur l'environnement, la santé et la sécurité, série sur les essais et évaluations, no. 72, série sur les pesticides no. 39
12	Guidance Document on the Definition of Residue OECD	Document d'orientation de l'OCDE sur la définition de résidu ENV/JM/MONO(2009)30
13	Identification and Confirmation of Chemical Residues in Food by Chromatography	Identification et confirmation des résidus chimiques dans les aliments par spectrométrie de masse- chromatographie et autres techniques <i>Trends in Analytical Chemistry</i> , 27(11), 2008;1070-1090
14	ISO/IEC 17025 -General requirements for the competence of testing and calibration laboratories	ISO 9000:—1), Systèmes de gestion de la qualité – éléments fondamentaux et vocabulaire ISO 9001:2000, Systèmes de gestion de la qualité — Critères
15	ISO VIM	Vocabulaire international des termes de base et généraux en métrologie, de l'ISO (VIM)
16	IUPAC Glossary of Terms Relating to Pesticides	Glossaire des termes relatifs aux pesticides <i>Pure & Appl. Chem.</i> , 68 (5), 1996; 1167-1193
17	IUPAC Harmonized Guidelines For Single-Laboratory Validation Of Methods Of Analysis	Directives harmonisées de validation en laboratoire unique des méthodes d'analyse <i>Pure & Appl. Chem.</i> , 74(5), 2002; 835 – 855
18	IUPAC Selectivity in Analytical Chemistry	Sélectivité en chimie analytique <i>Pure & Appl. Chem.</i> , 73(8), 2001; 1381-1386
19	Miskolc, Hungary Nov 1999	Élaboration par Miskolc, Hongrie, en novembre 1999 de « Directives pour la validation en laboratoire unique des méthodes d'analyse des concentrations au niveau de traces des produits chimiques organiques, » pages. 179-252
20	Principles and Practices of Method Validation	Principes et pratiques relatives aux méthodes de validation. A. Fajgelj et Á. Ambrus (Eds.), Royal Society of Chemistry, Cambridge, UK, 2000.
21	SANCO/825/00rev8.1	Document d'orientation sur les méthodes d'analyse des résidus de pesticides

22	SANTE/11945/2015	Document d'orientation sur le contrôle de la qualité analytique et les procédures de validation des méthodes pour l'analyse des résidus de pesticides dans les aliments de consommation humaine et animale. Remplace SANCO/12571/2013
23	Youden, W. J. Steiner, E.H.	Manuel de statistiques de l'AOAC- Association of Official Analytical Chemist, 1975, p.33
24	Lehotay, S.J., Sapozhnikova, Y., Mol, H.G.J.	Enjeux actuels en matière de dépistage et d'identification des contaminants chimiques dans les aliments par la spectrométrie de masse Trends in Analytical Chemistry, 69 (2015) 62-75
25	Lehotay, S.J., Sapozhnikova, Y., Mol, H.G.J.	Identification et confirmation des résidus chimiques dans les aliments par spectrométrie de masse- chromatographie et autres techniques Trends in analytical Chemistry, 2008 Vol. 27, No 11 pgs 1070-1090

LISTE DES PARTICIPANTS**PRÉSIDENT**

Dr. Parthapratim (Pat) BASU
 Alternate US Delegate to CCPR
 US Department of Agriculture,
 Food Safety Inspection Service, OPHS
 1200 Independence Ave., SW,
 Washington, DC 20250, USA
 Tel: +1 202-260-9413
 Fax: +1 202-690-2364
 Email: pat.basu@fsis.usda.gov

COPRÉSIDENTS

Dr. Canping PAN (COPRÉSIDENT)
 Professor
 College of Science
 China Agricultural University
 No. 2 Yuan Ming Yuan West Road
 10093 Beijing, CHINA
 Tel: +86-10-62731978
 Fax: +86-10-62733620
 Email: Panc@cau.edu.cn

Dr. Krishan Kumar SHARMA (COPRÉSIDENT)
 Network Coordinator
 All India Network Project on Pesticide Residues
 Indian Agricultural Research Institute
 New Delhi, INDIA
 Tel: 09868510292/ 011-25846396 (Office)
 Email: kksaicrp@yahoo.co.in

BRÉSIL

Mr. Carlos VENANCIO
 Head of Division for Pesticide Registration,
 Ministry of Agriculture, Livestock, and Food Supply
 Esplanade of Ministries, Block D, Annex Building, 3rd
 Floor, Room 325 A – CEP: 70.043-900
 Brasília, BRAZIL
 Tel: +55 61 3218-2668
 Fax: +55 61 3225-5341
 Email: Carlos.venancio@agricultura.gov.br

Mr. Rogério DA SILVA
 Coordinator for Codex Alimentarius Matters,
 Ministry of Agriculture, Livestock, and Food Supply
 Esplanade of Ministries, Block D, Annex Building, 3rd
 Floor, Room 325 A – CEP:
 70.043-900
 Brasília, BRAZIL
 Tel: +55 61 3218-2416
 Fax: +55 61 3225-4738
 Email: rogerio.silva@agricultura.gov.br

CANADA

Dr. Jian WANG
 Head, Research and Development
 Calgary Laboratory
 Canadian Food Inspection Agency
 3650 36th Street NW
 T2L 2L1 Calgary
 Tel: +(403) 338-5273
 Fax: +(403) 338-5299

AUSTRALIE

=====

Mr. Ian REICHSTEIN
 Director, National Residues Survey
 Exports Division, Department of Agriculture
 GPO Box 858
 Canberra ACT 2601
 Canberra, AUSTRALIA
 Tel: +61 2 6272 5668
 Fax: +61 2 6272 4023
 Email: ian.reichstein@agriculture.gov.au

BOTSWANA

Dr. Boitshepo Miriam KEIKOTLHAILE
 Acting Principal Research Scientist
 Food Chemistry Department
 National Food Technology Research Center
 P/Bag 008
 Kanye, BOTSWANA
 Tel: +267 5445582
 Fax: +267 5440713
 Email: boitshepo@naftec.org; and
 miriam1942@gmail.com

Email: jian.wang@inspection.gc.ca

CHINE

Dr. Canping PAN (CO-CHAIR)

Professor
College of Science
China Agricultural University
No. 2 Yuan Ming Yuan West Road
10093 Beijing, CHINA
Tel: +86-10-62731978
Fax: +86-10-62733620
Email: Panc@cau.edu.cn

Mr. Yong GONG

Professor
Institute for the Control of Agrochemicals, Ministry of Agriculture
No.22, MaiZiDian Street, ChaoYang District,
100125, Beijing, P. R. CHINA
Tel: +86-10-59194105
Fax: +86-10-59194107
Email: gongyong@agri.gov.cn

Dr. Zhiyong ZHANG

Associate Professor
Jiangsu Academy of Agricultural Sciences No.50,
Zhongling Street, Xuanwu District, Nanjing, Jiangsu
Province, 210014, P. R. CHINA
Tel: +86-25-84391116
Fax: +86-25-84391116
Email: yzuzzy@163.com

CHILI

Ms. Roxana Ines MUÑOZ VERA

Coordinating Unit of International Agreements of the
Agriculture and Livestock Service,
Codex Coordinating Subcommittee on the Committee
on Pesticide Residues,
Santiago, CHILE
Tel: +56 2 23451167
Email: roxana.vera@sag.gob.cl

Mrs. Paulina CHAVEZ

Technical Advisor
Department of Food and Nutrition,
Ministry of Health,
Deputy Coordinator of the Subcommittee on the Codex
Committee on Pesticide Residues,
Santiago, CHILE
Tel: +56-2 25740619
Email: pchavez@minsal.cl

COLOMBIE

Myriam RIVERA RICO

Bogota, COLOMBIA
Email: mriverar@invima.gov.co

Jairo ARTURO GUERRERO

Coordinator for Laboratory Pesticide Residue Analysis
University City
National University of Colombia
Chemistry Department
Carrera 30 No 45-03
Bogota, COLOMBIA
Tel: +57-1-3165000 ext. 14412
Email: jaguerrero@unal.edu.co

COSTA RICA

Verónica PICADO POMAR

Laboratory Head
SFE, MAG
Laboratory Analysis of Pesticide Residues
COSTA RICA
Tel: (506) 2549-3604
Fax: 506) 2549-3599
Email: vpicado@sfe.go.cr

Amanda LASSO CRUZ

Licensed Food Technologist
Department of Codex
Ministry of Economy, Trade, and Industry
COSTA RICA
Tel: (506) 2549-1434
Fax: +506 22912015
Email: alasso@meic.go.cr

ÉQUATEUR

Jakeline Fernanda ARIAS MÉNDEZ

Coordinator of the Subcommittee on Pesticide
Residues, Agrocalidad,
Av. Amazonas y Eloy Alfaro, Edificio MAGAP, Piso 9
Quito, ECUADOR
Tel: +593 (02) 256 7232 ext. 159
Email: jakeline.arias@agrocalidad.gob.ec

Segundo Israel VACA JIMENEZ

Director of Food Safety
Agrocalidad,
Av. Amazonas y Eloy Alfaro, Edificio MAGAP, Piso 9
Quito, ECUADOR
Tel: + 593 (02) 256 7232 ext. 159
Email: israel.vaca@agrocalidad.gob.ec

Olga PAZMIÑO MORALES

Head of Laboratory for Pesticide Residues
Agrocalidad,
Av. Amazonas y Eloy Alfaro, Edificio MAGAP, Piso 9
Quito, ECUADOR
Tel: +593 (02) 372 2845 ext. 210
Email: olga.pazmino@agrocalidad.gob.ec

UNION EUROPÉENNE

Ms. Almut BITTERHOF

Deputy Head of Unit Pesticides and Biocides
European Commission
DG Health and Food Safety
Unit E.3. – Pesticides and Biocides
Rue Froissart 101
B-1040 Brussels, BELGIUM
Tel: +32-2-229-86758
Email: almut.bitterhof@ec.europa.eu

Ms. Veerle VANHEUSDEN

Policy Officer
European Commission
DG Health and Food Safety
Unit E.3. – Pesticides and Biocides
Rue Froissart 101
B-1040 Brussels, BELGIUM
Tel: +32-2-229-90612
Email: Veerle.vanheusden@ec.europa.eu

ALLEMAGNE**Mrs. Dr. Nadja BUCHNER**

Federal Office of Consumer Protection and Food Safety
(BVL)
Unit 504 "NRL for Pesticide Residues"
Diedersdorfer Weg 1
D-12277 Berlin, GERMANY
Tel: +49 30 18445-8124
Email: Nadja.buchner@bvl.bund.de

Mr. Dr. Jochen HEIDLER

Federal Institute for Risk Assessment (Bfr)
Max-Dohrn-Strasse 8-10
D-10589 Berlin, GERMANY
Tel: +49 30 18412-3478
Email: jochen.heidler@bfr.bund.de

Mrs. Dr. Ingrid KAUFMAN-HORLACHER

Chemical and Veterinary Investigatory Office (CVUA) of
Stuttgart
Schaflandstrasse 3/2
D-70736 Fellbach, GERMANY
Tel: +49 711 3426-1142
Email: Ingrid.Kauffman-Horlacher@cvuas.bwl.de

GHANA**Mr. John OPPONG-OTOO**

Codex Contact Point Manager
Ghana Standards Authority
P. O. Box MB 245
Accra, GHANA
Tel: +223 302 519758
Fax: +233 302 500231
Email: joppong-otoo@gsa.gov.gh

Mr. Banahene Joel Cox Menka
Senior Research Officer
Quality Control Company Limited
Ghana Cocoa Board
Research Department
P.O. Box CO 247
Tema, GHANA
Tel: +233 261175420/+233 507283239
Email: coxjmb@yahoo.com

Cheetham Mingle

Head, Food physicochemical Laboratory
Food and Drugs Authority, Ghana
E-mail: tawa_gh@yahoo.com

Paul Osei-Fosu

Head, Pesticide Residue Laboratory
Ghana Standards Authority, Ghana
Email: posei_fosu@yahoo.co.uk

Vordoagu O.P. Dzifa

Senior Research Officer/ Chemical Analyst
Quality Control Company Ltd – COCOBOD, Ghana
Email: dzifavord@yahoo.com

GRÈCE**Dr Konstantinos S. LIAPIS**

Head of Pesticides Residues Laboratory (National
Reference Laboratory)
Head of Department for Pesticides Control &
Phytopharmacy,
Benaki Phytopathological Institute
7 Ekalis Street, Kifissia, Athens 145 61, GREECE
Tel +30 210 8180366
Email: k.Liapis@bpi.gr & codex@efet.gr

Dr. Chris ANAGNOSTOPOULOS

Researcher
Laboratory of Pesticide Residues (National Reference
Laboratory)
Department of Pesticides Control and Phytopharmacy,
Benaki Phytopathological Institute,
7 Ekalis Street, Kifissia, Athens 145 61, GREECE
Tel. +30 210 8180364
Email: c.anagnostopoulos@bpi.gr

INDE**Dr. Krishan Kumar SHARMA (CO-CHAIR)**

Network Coordinator
All India Network Project on Pesticide Residues
Indian Agricultural Research Institute
110012 New Delhi, INDIA
Tel: +011-25846396
Email: kksaicrp@yahoo.co.in

Dr. Archana SINHA

Joint Director, Chemistry
DPPQ&S
Faridabad, INDIA
Tel: +09868881794/0129-241398
Email: chemcil@nic.in

Dr. Ranjith ARIMBOOR

Scientist
Spices Board of India
Mumbai, INDIA
Tel: +09594348447
Email: ranjith.a@nic.in, ccsch.ranjith@gmail.com

INDONÉSIE**Dr. Asep NUGRAHA**

Researcher
Ministry of Agriculture
Jalan Laladon Raya no 240, Ciomas, Bogor 16610,
Jawa Barat, INDONESIA
Tel: +62 (251) 8639181
Email: asena@indo.net.id; and
codex_kementan@yahoo.com;

Mr. Elan HERNADI

Quality Supervisor of Agricultural Products
Ministry of Agriculture
Jl. AUP No. 3, Pasar Minggu, South Jakarta, DKI
Jakarta province, INDONESIA
Tel: +6281286961524
Email E Email: akh.hanif@gmail.com
llhuhfff

IRAN, RÉPUBLIQUE ISLAMIQUE D'**Mrs. Roya NOORBAKSH**

Standard Research Institute,
Expert on Pesticide Residues in Food,
P.O. Box 31745 -139
Karaj, IRAN
Tel: +98 26 32818855
Email: roybakhsh@yahoo.com
info[at]standard.ac.ir

Dr. Mohammad FARAJI

Head of Department of Food Science and Technology,
Standard Research Institute,
Faculty of Food and Agriculture,
P. O. Box 31745-139
Karaj, IRAN
Tel: +0263-2802130 ext. 2544
Email: mohammadfaraji2010@gmail.com

ITALIE**Dr. Monica CAPASSO**

Ministry of Health
General Directorate for Hygiene and Food Safety and
Nutrition
Office VII, Giorgio Ribotta Avenue
5 – 00144 Rome, ITALY
Tel: + 06 5994 2530
Email: m.capasso@sanita.it

Dr. Patrizia PELOSI

National Institute of Health
Department of Environment and Primary Prevention,
Department of Pesticides
Regina Elena Avenue,
299-00161 Rome, ITALY
Tel: +06 4990 2519
Email: patrizia.pelosi@iss.it

JAPON**Mr. Yuji MATSUKURA**

Special Assistant to the Director of the Division,
Standards and Evaluation Division Ministry of Health,
Labour and Welfare
1-2-2 Kasumigaseki, Chiyoda-ku 100-8916 Tokyo,
JAPAN
Tel: +81-3-3595-2341
Email: codexj@mhlw.go.jp

Dr. Satoru NEMOTO

Section Chief
Division of Foods,
National Institute of Health Sciences,
Ministry of Health, Labour and Welfare,
1-18-1 Kamiyoga, Setagaya-ku, 158-0098 Tokyo,
JAPAN
Tel: +81-3-3700-9348
Email: nemoto@nihs.go.jp

Mr. Takehiko YOKOYAMA

Associate Director
Agricultural Chemicals Office,
Plant Products Safety Division,
Food Safety and Consumer Affairs Bureau, Ministry of
Agriculture, Forestry, and Fisheries
1-2-1 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, 100-8950, Tokyo,
JAPAN
Tel: + 81-3-3502-5969
Email: takehiko_yokoyama@nm.maff.go.jp,
codex_maff@nm.maff.go.jp

CORÉE, RÉPUBLIQUE DE**Korean Contact Point**

The Ministry of Food and Drug Safety
Ministry of Food and Drug Safety (MFDS) Osong
Health Technology Administration Complex,
187 Osongsaengmyeong2(i)-ro, Osong-eup
363-700
Chungcheongbuk-do, KOREA
Email: codexkorea@korea.kr

Young-Wook SOHN

Deputy Director,
Food Standard Division
Ministry of Food and Drug Safety (MFDS) Osong
Health Technology Administration Complex,
187 Osongsaengmyeong2(i)-ro, Osong-eup
363-700
Chungcheongbuk-do, KOREA
Tel: +82-43-719-2414
Email: s9918@korea.kr

Moon-Ik CHANG

Deputy Director,
Pesticide and Veterinary Drug Residue Division
Ministry of Food and Drug Safety (MFDS)
Osong Health Technology Administration Complex,
187 Osongsaengmyeong2(i)-ro, Osong-eup
363-700
Chungcheongbuk-do, KOREA
Tel: +82-43-719-4204
Email: 1004@korea.kr

Chan-Hyeok KWON

Scientific Officer,
Food Standard Division,
Ministry of Food and Drug Safety (MFDS)
Osong Health Technology Administration Complex,
187 Osongsaengmyeong2(i)-ro, Osong-eup
363-700
Chungcheongbuk-do, KOREA
Tel: +82-43-719-2420
Email: chkwon@korea.kr

Hyo-Chin KIM

Scientific Officer,
Food Standard Division,
Ministry of Food and Drug Safety (MFDS), Osong
Health Technology Administration Complex,
187 Osongsaengmyeong2(i)-ro, Osong-eup
363-700
Chungcheongbuk-do, KOREA
Tel: +82-43-719-2439
Email: hckim77@korea.kr

Hee-Jung KIM
Deputy Director,
Pesticide and Veterinary Drug Residue Division,
Ministry of Food and Drug Safety (MFDS),
Osong Health Technology Administration Complex, 187
Osongsaengmyeong2(i)-ro, Osong-eup
363-700
Chungcheongbuk-do, KOREA
Tel: +82-43-719-4211
Email: heejung731@korea.kr

MEXIQUE

Mtro. Juan José LINARES MARTINEZ
Director General of Agrifood Standards,
377 Avenue Municipio Libre, floor 4-A, Col. Santa Cruz
Atoyac,
Benito Juarez Delegation, Federal District
MEXICO
Tel: +3871-1000 ext. 33639
Email: juan.linares@sagarpa.gob.mx

Lic. Thalia ALVAREZ LUNA
Technical Advisor DGNA,
377 Avenue Municipio Libre, floor 4-A, Col. Santa Cruz
Atoyac,
Benito Juarez Delegation, Federal District
MEXICO
Tel: +3871-1000 ext. 33550
Email: thalia.alvarez@sagarpa.gob.mx

PAYS-BAS

Mr. Martijin MARTENA
Policy Officer
Ministry of Health, Welfare and Sport
Department for Nutrition, Health Protection and
Prevention
Parnassusplein 5,
The Hague, NETHERLANDS
Tel: +31 (0)70 340 54 63
Email: mj.martena@minvws.nl

Mr. Henk VAN DER SCHEE
Scientific Employee
Dutch Food Safety Authority
Catharijnesingel 59 3511 GG
Utrecht, NETHERLANDS
Tel: +06 15036231
Email: h.a.vanderschee@nvwa.nl

Mr. André DE KOK
Senior Analyt Collaborator
Consumer Safety Division
NVWA - Dutch Food Safety Authority
Akkermaalsbos 4 6708 WB
Wageningen, NETHERLANDS
Tel: +088 223 14 91
Email: a.dekok@nvwa.nl

PHILIPPINES

Ms. Ma. Esperanza DG. UY
Chair, Sub-Committee on Pesticide Residues
Assistant Division Chief, Plant Product Safety Services
Division
Bureau of Plant Industry
Visayas Avenue, Diliman,
Quezon City, PHILIPPINES
Tel: +632-426-33-66
Email: euy92@yahoo.com

ESPAGNE

Mónica BARTOLOMÉ JIMENO
Evaluator of Physical-Chemical Properties, Analytical
Methods and Equivalence of Active Substances in
Phytosanitary Products
The National Institute for Agricultural and Food
Research and Technology (INIA)
Madrid, SPAIN
Tel: +34 91 347 8767
Email: bartolome.monica@inia.es

Jose Luis GARRIDO MORALES
Evaluator of Physical-Chemical Properties, Analytical
Methods and Equivalence of Active Substances in
Phytosanitary Products
The National Institute for Agricultural and Food
Research and Technology (INIA)
Madrid, SPAIN
Tel: +34 91 347 8767
Email: garrido.joseluis@inia.es

Dr. Ana María GARCÍA CARRIL
Scientific Assessor
Technical Directorate for Evaluation of Plant Varieties
and Plant Protection Products
National Institute for Agricultural and Food Research
and Technology
Madrid, SPAIN
Tel: +34 91 347 8767
Email: gcarril.ana@inia.es

Dr. Carmen LÓPEZ GOTI
Evaluator of Physical-Chemical Properties, Analytical
Methods and Equivalence of Active Substances in
Phytosanitary Products
The National Institute for Agricultural and Food
Research and Technology (INIA)
Madrid, SPAIN
Tel: +34 91 347 8701
Email: lgoti@inia.es

SUÈDE

Dr. Tuija PIHLSTRÖM
Senior Scientist, PhD
Department of Chemistry,
Division of Science, National Food Agency
Box 622, 75126
Uppsala, SWEDEN
Tel: +46709245693
E-mail: tuija.pihlstrom@slv.se

SUISSE

Mr. Emanuel HÄNGGI
Scientific Officer
Federal Food Safety and Veterinary Office
Federal Department of Home Affairs FDHA,
Food and Nutrition Division,
Department of Food Hygiene,
Schwarzenburgstrasse 155 3003
Bern, SWITZERLAND
Tel: +41 (0) 43 322 21 82
Email: Emanuel.Haenggi@blv.admin.ch

ROYAUME-UNI**Dr. Andrew DAMANT**

Acting Head of the CSA Delivery and Surveillance Unit,
Food Standards Agency
UNITED KINGDOM
Email: Andrew.Damant@foodstandards.gsi.gov.uk

Dr. David WILLIAMS

Residues and Chemistry Specialist for Plant Protection
Products
Health & Safety Executive
Chemicals Regulation Directorate
Room 1E
Mallard House, Kings Pool
3 Peasholme Green
YO1 7PX
York, UNITED KINGDOM
Tel: +44(0)1904 455862
Email: David.CRD.Williams@hse.gsi.gov.uk

ÉTATS-UNIS D'AMÉRIQUE**Dr. Parthapratim (Pat) BASU - Chair**

Alternate US Delegate to CCPR
Senior Leader, Chemistry, Toxicology & Related
Sciences
US Department of Agriculture
Food Safety Inspection Service, OPHS
1200 Independence Ave., SW
Washington, DC 20250
Tel: +1 202-260-9413
Fax: +1 202-690-2364
Email: pat.basu@fsis.usda.gov

Marie MARATOS

International Issues Analyst
U.S. Codex Office
Food Safety Inspection Service
US Department of Agriculture
Room 4865 South Building
1400 Independence Blvd, SW
Washington, DC, USA
Tel: +1 202-690.4795
Email: Marie.Maratos@fsis.usda.gov

Dr. Charles E PIXLEY, DVM, PhD

OPHS, LQAS
Food Safety Inspection Service
US Department of Agriculture
Russell Research Center
950 College Station Rd.
Athens, GA 30605
Tel: +1 706-546-3559
Email: charles.pixley@fsis.usda.gov

Terry COUNCELL

Total Diet Study Coordinator
Food and Drug Administration
Office of Analytics and Outreach
5100 Paint Branch Parkway
College Park, MD 20740
Tel: (240) 402 1180
Email: Terry.Council@fda.hhs.gov

Dr. Louis BLUHM, Ph.D.

Chemistry Team Leader
Laboratory Quality Assurance Staff
Administrator, Accredited Laboratory Program
USDA FSIS OPHS
950 College Station Rd., Athens, GA 30605
Tel: +1 706-546-2359
Fax: +1706-546-3453
Email: louis.bluhm@fsis.usda.gov

Dr. Steve J. LAHOTAY

Lead Scientist
Eastern Regional Research Center
Agricultural Research Service
US Department of Agriculture
600 East Mermaid Lane
Wyndmoor, PA 19038
Tel: +1 215-233-6433
Fax: +1 215-233-2642
Email: Steven.Lehotay@ars.usda.gov

Dr. John J. JOHNSTON, PhD, MBA

Scientific Liaison
U.S. Department of Agriculture
Food Safety and Inspection Service
Office of Public Health Science
Fort Collins, CO 80526
Tel: +1- 202-365-7175
Email: John.Johnston@fsis.usda.gov

Thuy NGUYEN

Director, Analytical Chemistry Laboratory
Environmental Science Center
701 Mapes Road
Ft. Meade, MD 20755
Tel: +1-410-305-2905
Email: nguyen.thuy@epa.gov

Ms. Sara KUCENSKI

Agricultural Scientific Analyst
International Regulations & Standards Division
International Standards Group
Office of Agreements & Scientific Affairs
Foreign Agricultural Service
U.S. Department of Agriculture
1400 Independence Ave., SW
Washington, DC 20250
Tel: +1-202-720-6741
Email: Sara.Kucenski@fas.usda.gov

Dr. Alaa KAMEL, Ph.D.

US Environmental Protection Agency
Biological and Economic Analysis Division
Analytical Chemistry Laboratory
Fort George Meade, Maryland
Tel: +1-410-305-2925
Email: Kamel.Alaa@epa.gov

Dr. Yaorong QIAN,

Senior Chemist
Analytical Chemistry Branch (ACB)
USEPA/OPP/Biological Economic Analysis Division
(7503P)
Environmental Science Center
701 Mapes Road
Ft Meade, Maryland 20755-5350
Tel: +1-410-305-2636
Email: qian.yaorong@epa.gov

Dr. Jon W. WONG, Ph.D.

Research Chemist
U.S. Food and Drug Administration
Center for Food Safety and Applied Nutrition
5100 Paint Branch Parkway
College Park, MD 20740
Tel: +240-402-2172
Email: Jon.wong@fda.hhs.gov

URUGUAY

Ms. Lucia ALCARRAZ
Analyst II
Technological Laboratory of Uruguay
Avenida Italia 6201.11.500
Montevideo, URUGUAY
Tel: +(598)26013724 ext. 1281
Email: lalcarra@latu.org.uy
codex@latu.org.uy

**ORGANISATIONS OBSERVATRICES
INTERNATIONALES****FÉDÉRATION INTERNATIONALE DE LAITERIE (FIL)****Dr. Harrie VAN DEN BIJGAART**

Operations Manager Laboratories
Qlip B.V.
Oostzeestraat 2a, P.O. Box 119
7200 AC Zutphen
THE NETHERLANDS
Tel.: +31 88 754 7010
Email: bijgaart@qlip.nl

Dr. Karin KRAEHENBUEHL

Group Leader Contaminants method Development
NESTEC SA Nestlé Research Center
P.O. Box 44, Vers-chez-les-Blanc
CH - 1000 Lausanne 26
SWITZERLAND
Tel.: +41 21 785 9344
Email: karin.kraehenbuehl@rdls.nestle.com

Mrs. Aurélie DUBOIS

IDF Technical manager
International Dairy Federation (FIL-IDF)
Silver Building Bd. Auguste Reyers 70/B
1030 Brussels, BELGIUM
Tel.: +32 2 325 67 45
Fax: +32 2 325 6741
E-mail: adubois@fil-idf.org

**ORGANISATION DE COOPÉRATION ET DE
DÉVELOPPEMENT ÉCONOMIQUES (OCDE)****Magdalini SACHANA**

Administrator
Environment, Health and Safety Division
Organization for Economic Cooperation and
Development (OECD)
2, rue André-Pascal, 75775 Paris Cedex 16, Paris,
FRANCE
Tel: +33 1 85-55-64-23
Email: Magdalini.sachana@oecd.org

Richard SIGMAN

Principal Administrator
Environment, Health and Safety Division
Organization for Economic Co-operation and
Development (OECD)
2, rue André-Pascal, 75775
Paris, FRANCE
Tel: +33 1 45 24 16 80
E-mail: Richard.Sigman@oecd.org

INTERNATIONAL NUT AND DRIED FRUIT COUNCIL**Ms. Ana BERMEJO**

Food Safety and Law Specialist
INC International Nut and Dried Fruit Council
Carrer de la Fruita Seca, 4. Poligon Tecnoparc. 43204
Reus, SPAIN
Tel: +34 977 331 416
Email: ana.bermejo@nutfruit.org

Ms. Irene GIRONES

Scientific and Technical Projects Manager
INC International Nut and Dried Fruit Council
Carrer de la Fruita Seca, 4. Poligon Tecnoparc 43204
Reus, SPAIN
Tel.: +34 977 331 416
Email: irene.girones@nutfruit.org

ASSOCIATION EUROPÉENNE POUR LE CACAO**Ms. Catherine ENTZMINGER**

General Secretary
Avenue des Gaulois 3, Box 6 B-1040
Brussels, BELGIUM
Tel: (+32) 2 662 00 06
Fax: (+32) 2 662 00 08
Email: catherine.entzminger@eurococoa.com