

COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS



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



Organisation
mondiale de la Santé

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

Point 12 de l'ordre du jour

CX/PR 23/54/14

Avril 2023

PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES

COMITÉ DU CODEX SUR LES RÉSIDUS DE PESTICIDES

Cinquante-quatrième session
Beijing, République populaire de Chine
26 juin – 1^{er} juillet 2023

DOCUMENT DE DISCUSSION SUR LES ORIENTATIONS POUR LE SUIVI DE LA PURETÉ ET LA STABILITÉ DES MATÉRIAUX DE RÉFÉRENCE CERTIFIÉS POUR LES PESTICIDES MULTI-CLASSES AU COURS D'UN STOCKAGE PROLONGÉ

(Préparé par le groupe de travail électronique présidé par l'Inde
et coprésidé par l'Argentine et l'Iran)

Les membres et observateurs du Codex qui souhaitent soumettre des observations sur les recommandations au paragraphe 15 de l'Annexe I sont priés de le faire conformément aux instructions de la CL 2023/38-PR disponible sur la page web du Codex¹

INTRODUCTION

1. Les matériaux de référence (MR) des pesticides sont les références de base des mesures analytiques requises par les laboratoires d'analyse pour une analyse précise des résidus de pesticides dans les denrées alimentaires et échantillons environnementaux. La pureté des MR est déterminée et certifiée par le producteur des matériaux de référence (PMR) conformément aux directives internationales. La durée de conservation limitée et les coûts récurrents élevés sont les principaux facteurs limitant l'emploi des MR dans la détermination qualitative et quantitative des résidus de pesticides dans les aliments.
2. Le Comité du Codex sur les résidus de pesticides (CCPR51, 2019) a examiné une demande concernant la durée de conservation des matériaux de référence certifiés (MRC) présentée par certaines délégations comme suit:
 - Les MRC ont été utilisés à de nombreuses fins, par exemple, pour les bonnes pratiques agricoles (BPA), les données des essais supervisés sur le terrain, le suivi des échantillons d'importation et d'exportation etc.
 - La plupart des MRC sont restés stables après leur date de péremption indiquée dans le certificat d'analyse (CoA).
 - La limitation de l'utilisation des MRC après la date de péremption a entraîné des coûts élevés récurrents pour les laboratoires. Il convient donc d'envisager d'inclure des orientations sur le suivi de la pureté et de la stabilité des MRC de pesticides multi-classes au cours d'un stockage prolongé.
3. Le CCPR51 est convenu de demander à l'Argentine et à l'Inde de préparer un document de discussion concernant le suivi de la pureté des MRC de pesticides multi-classes au cours d'une période de stockage prolongée, pour examen lors du CCPR52.²
4. Lors du CCPR52 (2021), l'Inde, au nom de l'Argentine, a présenté le point et a rappelé le contexte des travaux, le processus de travail suivi pour l'élaboration du document de discussion et les questions clés débattues dans le document. La délégation a informé le CCPR que des travaux supplémentaires étaient nécessaires sur ce sujet et

¹ Page web du Codex/Lettres circulaires:
<http://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/resources/circular-letters/en/>.

Page web du CCCF/Lettres circulaires:

<https://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/committees/committee/related-circular-letters/tr/?committee=CCPR>

² REP19/PR51, par. 182-184 & 186

le Comité est convenu d'établir un groupe électronique de travail (GTE) dirigé par l'Inde pour poursuivre l'élaboration du document de discussion en vue de son examen par le CCPR53.³

5. Lors du CCPR53 (2022), l'Inde, en qualité de présidente du GTE et au nom des co-présidents, l'Iran et l'Argentine, a présenté le point et a rappelé la demande concernant la limitation de l'utilisation des MRC après la date de péremption entraînant des coûts récurrents élevés pour les laboratoires et des perturbations dans le commerce, d'où la nécessité d'une orientation harmonisée sur le suivi de la pureté des MR de pesticides multi-classes au cours d'un stockage prolongé. Cette orientation permettrait d'utiliser les MR après la date de péremption quand la vérification a été réalisée conformément à l'orientation internationale fournie par le Codex. L'utilisation de MRC périmés dont la pureté a été vérifiée produirait un impact économique en économisant le coût d'achat de nouveaux MRC notamment dans les pays en développement.
6. Le CCPR53 a examiné la proposition de nouveaux travaux et pris acte du soutien pour les travaux. En réponse aux suggestions formulées par certains membres de consulter le CCMAS, le Secrétariat du Codex a clarifié que comme la proposition à l'examen était spécifique des pesticides, les travaux relèvent de la compétence du CCPR. Le Secrétariat de la JMPR a observé que l'utilisation des MRC de pesticides était importante pour l'établissement et la mise en œuvre des CXL et réaliser les objectifs du Codex, à savoir protéger la santé des consommateurs et faciliter les échanges commerciaux.
7. Suite aux délibérations détaillées sur les travaux proposés, le CCPR53 est convenu de⁴:
 - i. Rétablir le GTE, présidé par l'Inde et co-présidé par l'Argentine et l'Iran, travaillant en anglais et en espagnol, pour affiner le document de discussion et la proposition de nouveaux travaux en tenant compte des observations formulées et soumises par écrit lors de la session et consolider et expliquer plus clairement la raison de ces nouveaux travaux.
 - ii. Encourager tous les membres et observateurs à participer au GTE notamment les délégations qui étaient intervenues pendant la session, en particulier la Chine, le Japon, Singapour, l'Égypte et l'IFT à participer activement au GTE pour faciliter l'examen et la prise de décision concernant cette question au CCPR54.

PROCESSUS DE TRAVAIL ET POINTS-CLÉS DE LA DISCUSSION

8. Sur la base des observations soumises par les membres et observateurs pendant le CCPR53, le document de discussion a été affiné en élargissant le champ du document aux matériaux de référence (MR) ayant une pureté connue spécifiée par le PMR dans le certificat d'analyse (CoA) et en incluant les critères d'acceptabilité et les définitions. Le document a été distribué parmi les membres du GTE dans le forum en ligne du Codex pour observations. A la première série, des observations ont été soumises par le Mexique, l'Allemagne, les États-Unis, l'Uruguay, et l'Institut des techniciens de l'alimentation (IFT).
9. Les membres du GTE, de façon générale, ont soutenu l'élaboration du document de discussion. La plupart des membres ont insisté sur la suppression des essais d'aptitude (EA) de l'évaluation de la pureté des MR, l'expansion des critères d'acceptabilité de la pureté des MR à 5% et l'inclusion des définitions de la stabilité et de la pureté. Le document de discussion a été révisé et téléchargé par le président en invitant les membres du GTE et les observateurs à contribuer à une deuxième série d'observations. Lors de la deuxième série, la Thaïlande, le Chili, la Chine, les États-Unis, le Canada, et Maurice ont soumis leurs observations sur le forum. Suite aux observations, le document de discussion a été modifié y compris la proposition de nouveaux travaux révisée, la référence au Guide ISO 80, l'inclusion des matériaux de contrôle de la qualité (MCQ) dans les définitions, et a suggéré des modifications dans le protocole analytique.

RÉSUMÉ DES INFORMATIONS PRÉSENTÉES DANS CE DOCUMENT

10. Le présent document de discussion (Annexe I) a pour but de présenter des informations générales sur les travaux réalisés concernant le suivi de la pureté et de la stabilité des MR, le résumé des travaux réalisés par les organismes nationaux/internationaux, les lacunes dans les connaissances, les défis, et les approches. La proposition de nouveaux travaux sur l'orientation pour le suivi de la stabilité de la pureté des matériaux de référence des pesticides au cours d'un stockage prolongé figure en Annexe II. Les grandes lignes de l'orientation proposée pour le suivi de la stabilité de la pureté des matériaux de référence des pesticides au cours d'un stockage prolongé figure en Annexe III. Les définitions des diverses terminologies utilisées dans le document de

³ REP21/PR52, par. 198-201

⁴ REP22/PR53, par. 235-242

discussion ont été incluses dans l'annexe à l'Annexe III. La liste des membres et observateurs du GTE est incluse en tant qu'Annexe IV.

ANNEXE I

DOCUMENT DE DISCUSSION SUR L'ORIENTATION POUR LE SUIVI DE LA STABILITÉ DE LA PURETÉ DES MATÉRIAUX DE RÉFÉRENCE DES PESTICIDES AU COURS D'UN STOCKAGE PROLONGÉ (Pour examen par le CCPR)

GÉNÉRALITÉS

1. Les matériaux de référence (MR) des pesticides multi-classes sont couramment utilisés dans la détermination des résidus de pesticides, la validation des méthodes, le contrôle et l'assurance de la qualité, les essais d'aptitude, les comparaisons inter-laboratoires, l'attribution de valeurs à des propriétés spécifiées, etc. par les laboratoires d'analyse des résidus de pesticides. Les MR sont les bases de référence pour l'analyse des résidus de pesticides dans divers produits alimentaires et échantillons environnementaux.
2. Conformément à la Note d'Application 7 des matériaux de référence européens (ERM), les certificats ont des dates de péremption limitées. Cependant, il existe la possibilité de prolonger la période de validité des MR, à condition que les utilisateurs recueillent l'information nécessaire sur la stabilité des MR. Leur stabilité peut être évaluée en créant des cartes de contrôle de la qualité, en comparant les valeurs certifiées des MR périmées avec celles des nouveaux MR, et par le biais d'une performance satisfaisante dans les essais d'aptitude (Linsinger, 2019).
3. Roelandts et Gladney (1998) avaient mentionné que les MR périmés de valeurs établies consensuelles pouvaient être utilisés pour démontrer la répétabilité d'un système de mesure.
4. Les expériences de validation intra-laboratoires et inter-laboratoires à long terme menées au Pesticide Residue Laboratory (PRL) d'ICAR-Indian Agricultural Research Institute, à New Delhi, en Inde pour évaluer la pureté des étalons et des solutions mères de 89 MR de pesticides multi-classes stockés à -25°C au-delà de leur date d'expiration ont révélé que lorsque les MR étaient stockés dans des conditions meilleures que celles recommandées par les PMR sur des périodes plus longues de 3 ans, la plupart des MR restaient stables de façon optimale en ce qui concerne leur pureté observée (Sharma et al. 2020). L'étude a révélé que plus de 96 % des MR sont restés stables de manière optimale quant à leur pureté observée, même après leur date d'expiration indiquée dans le CoA.
5. La performance des MR valides et périmés a été évaluée à l'aide de 44 z-scores pour 15 MR périmés et 29 MR valides obtenus dans 14 programmes internationaux et nationaux d'EA menés par les fournisseurs internationaux d'échantillons d'EA, à savoir EUPT-European Union Referral Laboratory, Espagne; FAPAS-Food Analysis Performance Assessment Scheme, Royaume-Uni; et APLAC- Asia Pacific Laboratory Accreditation Cooperation, Australie. La comparaison inter-laboratoire de 6 MR expirés et valides sélectionnés aléatoirement a été réalisée par chromatographie liquide-spectrométrie de masse (LC-MS/MS) dans trois laboratoires différents accrédités ISO 17025 et l'écart de % moyen entre les % de pureté était compris entre -2,35 et +0,95% (Sharma et al. 2020).
6. Dorweiler et al. (2016) ont mené une étude de vieillissement accéléré simulé de mélanges multi-composants de MR de 528 pesticides et leurs métabolites/produits de dégradation en phase de solution sous stress thermique à 50°C, et les échantillons ont été analysés aux jours 0, 1,5, 3, et 6, simulant ainsi un temps de stockage de 0, 6, 12 et 24 mois. L'étude a indiqué que 65% des MR étaient restés stables jusqu'à 24 mois, 19% ont présenté une stabilité limite, et environ 16% étaient significativement instables. Ainsi, même en phase de solution, la plupart des MR ont conservé leur stabilité jusqu'à 24 mois.
7. Des expériences de validation intra-laboratoires et inter-laboratoires à long terme ont également été réalisées au laboratoire NVWA, à Amsterdam, aux Pays-Bas, pour évaluer la stabilité de stockage des étalons et des solutions mères des pesticides LC (de Kok et al. PO006pdf, 2019). La stabilité des étalons de MR a été évaluée en mesurant continuellement les anciennes solutions mères et les solutions de mélange d'étalonnage par rapport aux nouvelles, sur une base à long terme. L'étude a révélé que la stabilité de la plupart des étalons de référence des pesticides se maintenait jusqu'à 15 ans, et dans les solutions mères (dans le toluène ou le MeOH) à 18°C elle se maintenait jusqu'à 10 ans.
8. Les essais d'aptitude (EA) sont recommandés pour les laboratoires d'essais et d'étalonnage dans ISO 17025:2017 de l'Organisation internationale de normalisation (ISO)/Commission électrotechnique internationale (IEC). La norme internationale ISO/IEC 13528:2015 complète ISO/IEC 17043 en fournissant une orientation détaillée sur l'utilisation des méthodes statistiques dans les EA. Si des résultats corrects/précis sont obtenus dans les programmes d'EA, il peut en être déduit que les MR utilisés dans le programme ont conservé leur pureté.

RÉSUMÉ DES TRAVAUX ENTREPRIS PAR D'AUTRES ORGANISATIONS INTERNATIONALES

9. Les exigences de pureté des MR sont exposées dans diverses normes de l'Organisation internationale de normalisation (ISO). Le guide ISO 30 concerne les termes et les définitions des matériaux de référence, le guide ISO 31 (2015) fournit le contenu des certificats, les étiquettes et la documentation d'accompagnement des matériaux de référence, le guide ISO 33 (2015) souligne les bonnes pratiques en matière d'utilisation des matériaux de référence, et le guide ISO 35 (2017) présente une orientation pour la caractérisation et l'évaluation de l'homogénéité et de la stabilité. Le guide ISO 34 (2009) et ISO 17034:2016 concernent les exigences générales relatives à la compétence des producteurs de matériaux de référence. La certification des matériaux de référence est réalisée conformément aux exigences des guides ISO qui sont publiés par ISO/REMCO (Comité sur les matériaux de référence de l'Organisation internationale de normalisation) pour produire et certifier les matériaux de référence. Le système de mesure de la qualité ISO/IEC 17025 met l'accent sur l'utilisation des matériaux de référence des PMR qui répondent aux exigences d'ISO 17034. Le guide ISO 80 (2014) fournit l'orientation relative à la préparation interne des matériaux de contrôle de la qualité (MCQ) qui sont un type de MR utilisés aux fins du contrôle de la qualité interne en laboratoire. Les directives SANTE fournissent les procédures en matière de contrôle de la qualité analytique et de validation des méthodes pour l'analyse des résidus de pesticides dans les produits destinés à l'alimentation humaine et animale.

LACUNES DANS LES CONNAISSANCES ET DÉFIS

10. La durée de conservation limitée, la diminution de la pureté avec le temps, et les coûts récurrents élevés sont des facteurs limitants majeurs à l'utilisation des MR pour la détermination des résidus de pesticides dans les aliments. La date de péremption recommandée dans le certificat d'analyse (CoA) limite l'utilisation des MR après leur expiration. Il en résulte des coûts récurrents élevés pour se procurer de nouveaux MR dans les laboratoires qui se consacrent au domaine de l'analyse des résidus de multi-pesticides. L'élimination des MR périmés est par ailleurs un défi environnemental majeur dans le monde.
11. L'indisponibilité de protocoles analytiques normalisés pour le suivi de la stabilité de la pureté des MR avant et après leur date de péremption est une des lacunes majeures dans les connaissances sur l'utilisation prolongée des MR des pesticides pour l'analyse des résidus de pesticides au-delà de leur date de péremption. Il n'y a aucune information concernant des procédures normalisées.
12. Aucune des agences internationales ou organisations inter-gouvernementales n'a fourni d'orientation sur l'utilisation des MR au-delà de leur date de péremption.

APPROCHES

13. Il est nécessaire d'élaborer des protocoles analytiques types pour le suivi de la stabilité de la pureté des MR avant et après leur date de péremption. Les critères de pureté acceptable des MR périmés fourniront une orientation aux laboratoires d'analyse des résidus de pesticides pour l'utilisation prolongée des MR ayant une pureté acceptable au-delà de la date de péremption spécifiée dans le certificat d'analyse (CoA).

CONCLUSIONS

14. Le document de discussion fournit la justification de la nécessité d'harmoniser les concepts et les critères en matière de suivi de la stabilité de la pureté des MR pour une utilisation prolongée au-delà de leur date de péremption. L'utilisation des MR périmés dont la pureté a été vérifiée par le biais des systèmes de mesure assurera non seulement la prolongation de leur utilisation dans les laboratoires mais aura aussi un impact économique suite à l'économie du coût d'achat de MR nouveaux et résoudra le problème de l'élimination des RM périmés dans l'environnement.

RECOMMANDATIONS

15. Le GTE recommande au CCPR54 d':
 - (i) examiner la proposition de nouveaux travaux sur le suivi de la stabilité de la pureté des matériaux de référence des pesticides au cours d'un stockage prolongé (Annexe II) sur la base des informations fournies dans le document de discussion (Annexe I);
 - (ii) étudier les grandes lignes des nouveaux travaux proposés (Annexe III) sur la fourniture d'une orientation générale en vue de poursuivre l'élaboration du document du groupe de travail électronique devrait-il y avoir un accord pour donner suite aux nouveaux travaux; et si tel est le cas,
 - (iii) établir un GTE pour préparer une orientation sur le suivi de la stabilité de la pureté des matériaux de référence des pesticides au cours d'un stockage prolongé sur la base des grandes lignes présentées en Annexe III pour examen par le CCPR55 (2024).

RÉFÉRENCES

- CCPR51-Avril 2019, Rapport de la 51^{ème} session du Comité du Codex sur les résidus de pesticides, Haikou, R.P. de Chine, 8 - 13 avril 2019.
- CCPR53-Juillet 2022, Rapport de la 53^{ème} session du Comité du Codex sur les résidus de pesticides (Virtuel), 4-8 juillet 2022.
- de Kok, A., de Kroon, M. et Scholten, J. (PO 006 pdf, 2019). Stability of pesticides reference standards and stock solutions Part 2. LC-pesticides NVWA - Netherlands Food and Consumer Product Safety Authority, Laboratory of Food and Feed Safety-Chemistry Laboratory, National Reference Laboratory (NRL) for Pesticide Residues in Food and Feed, Wageningen, Pays-Bas.
- Dorweiler, K. J., Gurav, J. N., Walbridge, J. S., Ghatge, V. S., et Savant, R. H. (2016). Determination of stability from multicomponent pesticide mixes. *J. Agric. Food Chem.* 64, 6108-6124. DOI: 10.1021/acs.jafc.5b05681
- ISO 13528:2015, Méthodes statistiques pour l'utilisation des essais d'aptitude par comparaison inter-laboratoires, Organisation internationale de normalisation (ISO), Genève, 2015, pp.89
- Guide ISO 30:2015, Matériaux de référence – Termes et définitions choisis, Organisation internationale de normalisation (ISO), Genève, 2015.
- Guide ISO 31:2015, Matériaux de référence—contenu des certificats, étiquettes et documents d'accompagnement, Organisation internationale de normalisation (ISO), Genève, Genève, 2015.
- Guide ISO 33:2015, Matériaux de référence – Bonnes pratiques d'utilisation des matériaux de référence, Organisation internationale de normalisation (ISO), Genève, 2015.
- Guide ISO 34: 2009, Exigences générales en matière de compétence des producteurs de matériaux de référence, Organisation internationale de normalisation (ISO), Genève, 2009.
- Guide ISO 35:2017, Matériaux de référence—orientation relative à la caractérisation et à l'évaluation de l'homogénéité et stabilité, , Organisation internationale de normalisation (ISO), Genève, 2017.
- Guide ISO 80:2014, Orientation pour la préparation interne des matériaux de contrôle de la qualité (MCQ), Organisation internationale de normalisation (ISO), Genève, 2014.
- ISO 17034:2016, Exigences générales en matière de compétence des producteurs de matériaux de référence, Organisation internationale de normalisation (ISO), Genève, 2016.
- ISO/IEC 17025:2017, Exigences générales en matière de compétence des laboratoires d'étalonnage et d'essais, Organisation internationale de normalisation (ISO), Genève, Genève, 2017.
- ISO/IEC 17043:2010, Évaluation de conformité – Exigences générales en matière d'essais d'aptitude, Organisation internationale de normalisation (ISO), Genève, 2010.
- Linsinger, T. (2019). Matériaux de référence européens, note d'application 7: Prolongation de la validité des certificats des matériaux de référence. Communautés européennes. pp 1-2
- Roelandts, I. et Gladney, E. S. (1998). Consensus values for NIST biological and environmental standard reference materials. *Fresenius J. Anal. Chem.* 360(5):327-338.
- SANTE (2022). Procédures de validation des méthodes et du contrôle de la qualité analytique pour l'analyse des résidus de pesticides dans l'alimentation humaine et animale. SANTE/11312/2021, Mis en œuvre en 01/01/ 2022, Direction générale de la santé et de la sécurité alimentaire, Commission européenne .1-57.
- Sharma, K. K., Tripathy, V., Gautam, R., Gupta, R., Tayade, A., Sharma, K., Yadav, R., Shukla, P., Devi, S., Pandey, P., Singh, G., Kalra, S., Walia, S. (2020). Monitoring of purity of CRMs of multiclass pesticides during prolonged storage before and after expiration. *Accreditation Qual. Assur.*, 25 (10), 89-97. 10.1007/s00769-019-01411-w.

ANNEXE II**DOCUMENT DE PROJET****PROPOSITION DE NOUVEAUX TRAVAUX SUR LE SUIVI DE LA STABILITÉ DE LA PURETÉ DES MATÉRIAUX DE RÉFÉRENCE PENDANT UN STOCKAGE PROLONGÉ
(Pour examen par le CCPR)****1) Objectif et champ d'application des nouveaux travaux**

Les résidus de pesticides dans les denrées alimentaires sont devenus une préoccupation du commerce agricole mondial qui a conduit à l'application de réglementations strictes sur les pesticides. Les analyses des pesticides multi-classes dans la chaîne alimentaire à l'aide de mesures fiables et précises nécessitent des MR de pureté chimique connue pour assurer la sécurité sanitaire et la qualité des aliments et un environnement sans risque. La pureté, caractéristique d'un matériau de référence, quand il est stocké dans des conditions spécifiées, renvoie à la mesure de la quantité d'un composant dominant d'une substance quand ce composant est seul présent. Dans un système de mesure de la qualité, les MR de pureté certifiées sont nécessaires pour déterminer la quantité de produit chimique de référence dans l'échantillon.

Plus de 200 pesticides sont utilisés pour contrôler les animaux nuisibles dans différentes denrées alimentaires. Pour déterminer quantitativement les résidus de ces pesticides dans des matrices alimentaires, les laboratoires d'essais ont besoin de leurs MR spécifiques. Cependant, la durée de conservation limitée, la date de péremption à court terme, et les coûts récurrents élevés des MR constituent des entraves majeures à l'analyse des résidus de pesticides.

Ces problèmes sont amplifiés pour les laboratoires d'analyse des résidus de multi-pesticides situés dans les pays en développement car ils sont obligés d'affecter une grande partie de leurs fonds à l'achat de MR coûteux dont l'utilisation est limitée par la date de péremption recommandée dans leur CoA.

Par ailleurs, suite aux contraintes dans la chaîne d'approvisionnement, certains laboratoires reçoivent des MR proches de leur date de péremption telle que dans le CoA. Dans cette situation, les laboratoires sont obligés d'acheter de nouveaux étalons et préparer de nouvelles solutions mères plus fréquemment que nécessaire. Cela donne lieu à des travaux supplémentaires insurmontables et des coûts de laboratoires accrus, notamment quand il s'agit de composés pour lesquels la stabilité est normalement non contestable. De plus, la livraison des MR par les fournisseurs aux laboratoires prolonge le délai d'acquisition de l'achat créant des obstacles à la durabilité du programme de contrôle des résidus de pesticides. Souvent, les pays ne peuvent pas se permettre des achats fréquents de MR à des coûts élevés pour leurs travaux sur les résidus de pesticides et sur la sécurité sanitaire des aliments. Un grand nombre de RM restent stables même après la date de péremption mentionnée dans le CoA et continue de conserver leur pureté valide conforme au CoA. Les MR méritent par conséquent de continuer à être utilisés dans les laboratoires même après la date de péremption en tant que MR valides tant qu'ils répondent aux exigences de pureté.

Les directives proposées sur le suivi de la stabilité de la pureté des MR fournira une orientation aux laboratoires d'analyse des résidus de pesticides sur l'utilisation prolongée des MR dont la pureté est acceptable au-delà de la date de péremption. Ces directives seront applicables aux MR des pesticides multi-classes de pureté connue spécifiée par les PMR dans le certificat d'analyse (CoA).

2) Pertinence et actualité des travaux

La détermination précise des résidus de pesticides dans les denrées alimentaires est nécessaire pour assurer la sécurité sanitaire des aliments, établir les LMR des pesticides, surmonter les obstacles dus aux résidus de pesticides dans les denrées du commerce et diverses autres applications. Les MR de pureté spécifiée sont nécessaires à l'évaluation de la pureté et à l'analyse qualitative et quantitative précise (justesse et/ou fidélité) de(s) ingrédient(s) actif(s) dans les matériaux et formulations techniques, les solutions mères, les solutions de travail, et pour l'analyse des résidus de pesticides dans les denrées alimentaires et dans les échantillons prélevés dans le sol et dans l'eau.

La détermination qualitative et quantitative des résidus de pesticides dans les aliments peut être réalisée en utilisant des MR de haute qualité, des protocoles analytiques validés, des systèmes complets de contrôle de la qualité, et du personnel compétent chargé de l'exploitation du matériel analytique. Les RM qui conservent leur pureté même après la date de péremption, peuvent continuer à être utilisés après vérification de leur pureté tel que spécifié dans le CoA.

A l'heure actuelle, aucune orientation sur la prolongation de la validité des MR au-delà de la date de péremption n'est fournie par les agences de réglementation des différents pays.

Les travaux proposés sur l'orientation pour le suivi de la stabilité de la pureté des MR des pesticides multi-classes avant et après leur péremption pour l'utilisation prolongée des MR est donc pertinente et d'actualité pour un examen par le Comité du Codex sur les résidus de pesticides (CCPR).

3) Principales questions à traiter

L'objectif central est celui d'utiliser les MR au-delà de leur date de péremption spécifiée pour l'analyse des résidus de pesticides dans les aliments et les échantillons environnementaux. Les principales questions à traiter sont d'élaborer des directives harmonisées détaillées permettant aux laboratoires de faire le suivi de la stabilité de la pureté des MR des pesticides au cours d'un stockage prolongé (avant et après la date de péremption). Si la pureté des MR se révèle acceptable, leur utilisation en tant que MR périmé pourra continuer à être autorisée.

4) Évaluation au regard des *Critères régissant l'établissement des priorités des travaux*

4.1 Critère général

Le critère général des nouveaux travaux proposés est de vérifier la pureté des MR tel que spécifié par le PMR avant et après la péremption par des protocoles analytiques normalisés de sorte que les matériaux qui conservent leur pureté indiquée dans le CoA même après la date de péremption continuent à être utilisés en tant que MR valides.

4.2 Critères applicables aux sujets généraux

4.2.1 Champ d'application des travaux et établissement des priorités entre les différentes sections des travaux

Le CCPR reconnaît l'importance des MR dans l'analyse des résidus de pesticides dans les denrées alimentaires et dans le sol et l'environnement aquatique. Cependant, le manque de données sur la pureté des MR au cours d'un stockage prolongé, et l'absence de procédures d'exploitation types (SOP) pour leur analyse entrave leur utilisation au-delà de la date de péremption. Le champ des travaux sera par conséquent priorisé par étapes telles que (i) élaborer des SOP pour le suivi de la pureté des MR et, (ii) déterminer leur pureté à des intervalles de temps différents durant la période de pré-péremption, et au-delà de la date de péremption, (iii) s'assurer si la pureté des MR est acceptable pour leur utilisation au-delà de la date de péremption, et (iv) élaborer des directives pour l'utilisation des MR au-delà de la date de péremption par les laboratoires.

4.2.2 Possibilité de normalisation du sujet de la proposition

La date de péremption des MR des pesticides est déterminée sur la base de leur type, catégorie, structure chimique, et conditions de stockage comme la température, l'humidité etc. Les pesticides sont utilisés mondialement, et ces directives seraient applicables à tous les laboratoires avec des niveaux variables de technologie. Il y a certaines notes d'application pour les matériaux de référence européens (ERM) qui décrivent certains aspects pratiques associés à la manutention et à l'utilisation des MR. La proposition est donc considérée comme apte à être normalisée.

4.2.3 Examen de l'ampleur mondiale du problème ou de la question

Comme les pesticides sont mondialement utilisés, l'élaboration de protocoles analytiques types pour le suivi de la pureté des MR des pesticides lors d'un stockage prolongé au-delà de leur péremption est de pertinence mondiale pour assurer la sécurité sanitaire des aliments et des pratiques commerciales équitables pour les denrées agricoles faisant l'objet d'un commerce international.

Il n'est prévu aucun obstacle au commerce international par suite d'une orientation internationale convenue sur l'utilisation des MR vérifiés et périmés pour l'analyse des résidus de pesticides dans les denrées alimentaires exportables.

5. Pertinence par rapport aux objectifs stratégiques du Codex

Le Plan stratégique du Codex 2020-2025 souligne la haute priorité qui continue d'être accordée à la sécurité sanitaire et à la qualité des aliments par la FAO et l'OMS et guide la Commission dans l'exercice de ses responsabilités afin de remplir le mandat de protection de la santé des consommateurs et d'assurer des pratiques équitables dans le commerce des aliments. L'utilisation des MR des pesticides est importante dans l'établissement et la mise en œuvre des limites maximales de résidus (LMR) et réaliser les objectifs du Codex. L'élaboration de l'orientation pour le suivi de la pureté des MR des pesticides au cours d'un stockage prolongé est pertinente par rapport aux objectifs stratégiques du Codex.

6. Informations sur la relation entre la proposition et les documents existants du Codex ainsi que les autres travaux en cours

Aucun document d'orientation concernant le suivi de la stabilité de la pureté des MR au cours d'un stockage prolongé n'est disponible ni actuellement envisagée.

7. Identification de tout besoin et de toute disponibilité d'avis scientifiques d'experts

Aucun avis scientifique n'est requis pour l'élaboration des directives.

8. Identification de tout besoin de contributions techniques à la norme en provenance d'organisations extérieures

Pour l'élaboration de ce document, les conseils de la FAO, de l'OMS et du secrétariat de la JMPR seront pris en compte, le cas échéant. D'autres documents publiés par des organisations internationales pertinentes comme SANTE, les directives ISO et les rapports de recherche dans la documentation ont été pris comme référence pour élaborer ce document.

9. Calendrier proposé pour la réalisation de ces nouveaux travaux, y compris la date de début et la date proposée pour adoption par la Commission

Sous réserve d'approbation par la Commission du Codex Alimentarius, les directives seront examinées lors du CCPR54 (2023) et devraient être finalisées pour adoption par la CAC en 2025 ou avant.

ANNEXE III

ORIENTATION PROPOSÉE POUR LE SUIVI DE LA STABILITÉ DE LA PURETÉ DES MATÉRIAUX DE RÉFÉRENCE DES PESTICIDES PENDANT UN STOCKAGE PROLONGÉ

—Grandes lignes— (Pour examen par le CCPR)

OBJECTIF

1. Ces directives ont pour but de fournir le cadre qui assistera les laboratoires à faire le suivi de la stabilité de la pureté des matériaux de référence (MR) des pesticides au cours d'un stockage prolongé et d'identifier les MR périmés de pureté continue. Elles permettront aux laboratoires qui se consacrent à l'analyse des résidus de pesticides dans les denrées alimentaires et dans les échantillons environnementaux de surmonter les défaillances associées aux MR et de les utiliser au-delà de leur date de péremption telle que noté dans le certificat d'analyse (CoA).
2. Le présent document est applicable aux MR des pesticides solides/liquides de pureté spécifiée dans le CoA émis par le producteur de matériaux de référence (PMR) conformément à ISO 17034. Il couvre les conditions de stockage qui devraient être maintenues, et les mesures quantitatives qui devraient être réalisées pour faire le suivi de la pureté des MR avant et au-delà de la date de péremption.

CONDITIONS DE STOCKAGE DES MATÉRIAUX DE RÉFÉRENCE

3. Les conditions de stockage des RM sont spécifiées par les PMR dans le CoA car les MR sont susceptibles de dégradation sous l'effet d'une température élevée et autres facteurs environnementaux.
4. Si le laboratoire maintient les MR dans des conditions de stockage meilleures que celles recommandées par les PMR (par ex., à une température inférieure à celle recommandée sans exposition à la lumière et à l'humidité), le taux de dégradation des MR est considérablement minimisé. Dans ces conditions, la date de péremption telle que recommandée par les PMR pour un MR peut être prolongée le cas échéant à une date permettant jusqu'à 10 ans de stockage ou aussi longtemps que les valeurs des propriétés certifiées mentionnées dans le certificat d'analyse (CoA) se maintiennent ($\leq \pm 10\%$) (SANTE¹, 2022). Une autre étude a révélé la stabilité du matériau de référence type jusqu'à 15 ans, et dans la solution mère jusqu'à 10 ans (de Kok et al. PO006pdf, 2019).
5. Pour éviter la dégradation des MR, les flacons doivent être placés dans des tubes hermétiquement fermés ou des sachets scellés et immédiatement stockés dans un réfrigérateur à $\leq -25^{\circ}\text{C}$ (Sharma et al. 2020).

PROTOCOLE ANALYTIQUE POUR LA DÉTERMINATION DE LA PURETÉ DES MATÉRIAUX DE RÉFÉRENCE

6. Au moment de l'achat, la pureté des MR est à déterminer dans les conditions analytiques mentionnées dans le CoA en utilisant les protocoles recommandés ou tout autre protocole analytique approprié (HPLC²-DAD³/HPLC-UV⁴/GC⁵-FID⁶/GC-ECD⁷/LC⁸-MS⁹/GC-MS et autres détecteurs couramment utilisés) quant au temps de rétention (RT en minutes) et à la surface de pic pour cent, en injectant une solution de concentration adéquate préparée dans un solvant organique.
7. La pureté des MR au cours d'un stockage prolongé devrait être surveillée périodiquement, de préférence semestriellement et comparée avec la pureté des MR tel que mentionné dans le CoA, avant et après la date de péremption en utilisant le même protocole analytique. L'analyse devrait être réalisée dans un laboratoire accrédité ISO 17025.
8. Si l'écart de pureté du MR après la date de péremption se situe dans les 5%, l'analyse du MR est acceptable et il est par conséquent considéré pour une utilisation continue en tant que MR.
9. Les enregistrements gravimétriques devraient être maintenus pour les MR pendant le stockage.

¹ Direction générale de la santé et de la sécurité alimentaire, Commission européenne (SANTE)

² Chromatographie liquide à haute performance

³ Détection par réseau de diodes

⁴ Spectroscopie ultra-violette

⁵ Chromatographie en phase gazeuse

⁶ Détecteur à ionisation de flamme

⁷ Détecteur à capture d'électrons

⁸ Chromatographie liquide

⁹ Chromatographie de masse

ANNEXE

DÉFINITIONS

Matériau de référence (MR)

Un matériau de référence est un matériau primaire qui est suffisamment homogène et stable quant à une ou plusieurs propriétés spécifiées, et qui a été préparé pour être adapté à son utilisation prévue dans un processus de mesure.

Certificat d'analyse (CoA)

Un document qui fournit l'information pertinente sur la pureté certifiée, la date de péremption de la concentration, et l'incertitude de la mesure d'un MR.

Matériau de référence certifié (MRC)

Un matériau de référence certifié est un type spécifique de matériau de référence dont les valeurs des propriétés (pureté, concentration, etc.) sont déterminées et certifiées conformément aux principes métrologiques à l'aide des protocoles internationaux des meilleures pratiques établis selon les directives ISO. Ils fournissent un repère aux laboratoires d'analyse pour qu'ils obtiennent des résultats précis et comparables. Les laboratoires d'essais utilisent les matériaux de référence certifiés pour étalonner les instruments de mesure, évaluer les procédures d'essai et aux fins du contrôle de la qualité.

Pureté

Caractéristique d'un matériau de référence, quand il est stocké dans des conditions spécifiées, la mesure de la quantité d'un composant dominant de la substance quand ce composant est seul présent.

Producteur de matériaux de référence (PMR)

Société, organisation ou agence accréditée conformément au Guide ISO 34:2009 qui produit des matériaux de référence et autorise les valeurs de ses propriétés et émet également le certificat d'analyse du matériau de référence.

Stabilité

Analyse de matériaux de référence certifiés (MRC) à l'aide de mesures « isochrones » fondées sur le modèle de stockage (stockage des MRC à des températures différentes $\leq 25^{\circ}\text{C}$ pour des durées différentes). Toutes les mesures sont réalisées en même temps et comparées avec les études de stabilité à long terme en utilisant le temps de référence ou la température de référence.

Essai d'aptitude (EA)

L'essai d'aptitude est la comparaison inter-laboratoire qui permet aux laboratoires de faire le suivi de la qualité de leurs résultats analytiques. Il détermine la performance des laboratoires individuels pour des essais ou des mesures spécifiques et est utilisé pour évaluer la performance continue des laboratoires. Un (des) échantillon(s) inconnu(s) est(sont) reçu(s) et analysé(s) par le laboratoire, les résultats de laboratoire sont retransmis au fournisseur d'EA, une analyse statistique de tous les résultats de laboratoire est réalisée, et chaque laboratoire reçoit les données sur leur performance par rapport à tous les autres laboratoires.

Matériaux de contrôle de la qualité (MCQ)

Les MCQ sont des MR dont la fonction principale est de fournir aux laboratoires des moyens économiques de vérifier leurs procédures d'essais courants en matière de précision sur une base régulière. Les MCQ sont aussi appelés matériaux de référence interne, échantillons de contrôle de la qualité, dont les valeurs de propriétés sont suffisamment homogènes, stables, et bien établies pour être utilisées pour le maintien ou le suivi des processus mesurés. Un MCQ n'a pas de valeur de propriété ou d'incertitude formellement attribuée et est caractérisé seulement pour un champ limité (un nombre limité de valeurs de propriétés) et pour des applications de laboratoire spécifiques.

ANNEXE IV**LISTE DES PARTICIPANTS****Président: Inde**

Dr. Vandana Tripathy
 Network Coordinator & Principal Scientist
 All-India Network Project on Pesticide Residues
 ICAR- Indian Agricultural Research Institute, New Delhi

Co-présidents

Argentine
 Codex Contact Point
 Agroindustry Secretariat

Iran
 Roya Noorbakhsh
 ISIRI

PAYS MEMBRES**Argentine**

Carla Serafino
 Secretary of the Committee on Pesticide Residues
 Codex Argentina

Australie

Karina Budd
 Member Country
 Department of Agriculture Water & the Environment

Canada

Jian Wang
 Member Country
 Canadian Food Inspection Agency

Chili

Roxana Inés Vera Muñoz
 Servicio Agrícola y Ganadero

Chili

Luis Yerko Honda Soto
 Instituto De Salud Pública De Chile

Chine

Canping Pan
 Member Country
 China Agricultural University

Costa Rica

Alejandro Rojas Leon
 Member Country
 Servicio Fitosanitario del Estado

Costa Rica

Amanda Lasso Cruz
 Member Country
 Ministerio de Economía Industria y Comercio

Costa Rica

Ivania Morera Rodríguez
 Servicio Fitosanitario del Estado
 Alejandro Rojas Leon
 Servicio Fitosanitario del Estado

Costa Rica

Tatiana Vásquez Morera
 Servicio Fitosanitario del Estado-MAG

Union européenne

Stephanos Kirkagalis
 Policy Officer
 European Commission
 Directorate General for Healthy and Food Safety
 Brussels, Belgium

Union européenne

European Union Codex Contact Point
 European Commission
 Health and Food Safety
 Directorate General
 UnitD 2: Multilateral International Relations

Egypte

Mariam Barsoum Onsy
 Member Country
 Egyptian Organization for Standardization & Quality

Allemagne

Florian Hägele
 Member Country
 Chemisches und Veterinäruntersuchungsamt Stuttgart

Inde

Codex-India
 Codex Secretariat
 Food Safety Standards and Authority of India

Japon

Hidetaka Kobayashi
 Coordinator, Risk and Crisis Management
 Food Safety Policy Division
 Ministry of Agriculture, Forestry and Fisheries

Japon

Takahiro Watanabe
 Section Chief, Division of Food Safety Information
 National Institute of Health Sciences

Japon

Codex Japan
 FAO/WHO
 Ministry of Health, Labour, and Welfare

Maurice

Shalini A. Neeliah
 Member Country
 Ministry of Agro-Industry and Food Security

Mexique

Tania Daniela fosado Soriano
 Member Country
 Secretaría de Economía

Espagne

Ana Lozano
 Head of Pesticide Residue Department

Suède

Niklas Montell
 Swedish Food Agency

Thaïlande

Chompoonuch Sentongkaew
 Member Country
 ACFS

Thaïlande

Namaporn Attaviroj
 ACFS (Codex Contact Point of Thailand)

États-Unis d'Amérique

Aaron Niman
 Member Country
 U.S. Environmental Protection Agency

États-Unis d'Amérique

Alexander Domesle
 U.S. Department of Agriculture

États-Unis d'Amérique

Marie Maratos Bhat
 Member Country
 USDA-US Codex Office

États-Unis d'Amérique

Sara McGrath
 Member Country
 US FDA

Uruguay

Susana Franchi
 FAO/WHO,
 Dirección General de Servicios Agrícolas/M.G.A.P

ORGANISATIONS AU STATUT D'OBSERVATEUR**CropLife International**

Wibke Meyer
 Observer Organization
 Director of Regulatory Affairs

Institute of Food Technologists (IFT)

Timothy J Herman
 Observer Organization

International Council of Beverage Association (ICBA)

Simone SooHoo
 Observer Organization
 ICBA Secretariat and Director of Global Affairs
 International Council of Beverage Association