

codex alimentarius commission



FOOD AND AGRICULTURE
ORGANIZATION
OF THE UNITED NATIONS

WORLD
HEALTH
ORGANIZATION



JOINT OFFICE: Viale delle Terme di Caracalla 00153 ROME Tel: 39 06 57051 www.codexalimentarius.net Email: codex@fao.org Facsimile: 39 06 5705 4593

Point 7 (c) de l'ordre du jour

CX/PR 08/40/12

Mars 2008

PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES

COMITÉ DU CODEX SUR LES RÉSIDUS DE PESTICIDES

Quarantième session

Hangzhou, Chine, 14 - 19 avril 2008

LE MODÈLE EUROPÉEN D'ANALYSE DES RÉSIDUS DE PESTICIDES: EXPÉRIENCE ACQUISE GRÂCE AUX ESSAIS D'APTITUDE EUROPÉENS¹

Préparé par la Communauté européenne

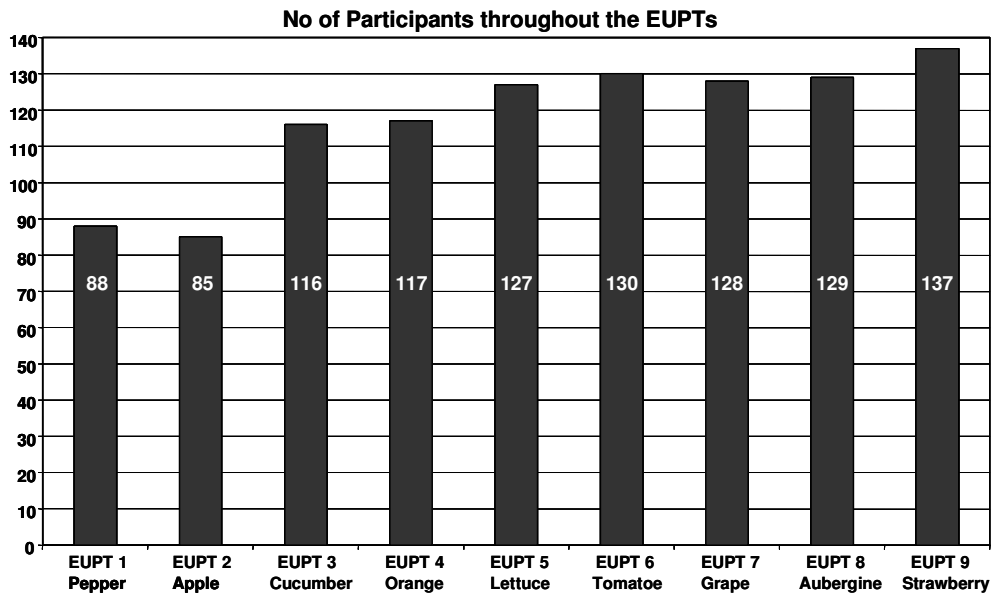
1. Les essais d'aptitude de la Commission européenne sur les résidus de pesticides (EUPT) dans les fruits et légumes visant à tester les méthodes multirésidus (MMR) ont été lancés en 1997. Ces essais ont été organisés par l'Administration nationale de l'alimentation (Suède) et, par la suite, de 2002 à ce jour, par le groupe de recherche sur les résidus de pesticides (GRRP) de l'Université d'Almería (Espagne), qui préside depuis 2006 le laboratoire communautaire de référence pour les résidus de pesticides dans les fruits et légumes (CRL-FV) dans l'UE.
Les laboratoires officiels européens ont procédé à un total de 9 EUPT jusqu'à présent, créant une base de données considérable qui regroupe plus de 10 500 résultats. Ces résultats proviennent de quelque 150 laboratoires de l'UE chargés de contrôler les denrées alimentaires (graphique 1), qui ont appliqué à 9 produits différents leurs propres méthodes d'analyse validées. Les résultats des essais ont été obtenus à l'aide de quelque 30 procédures d'analyse différentes, reposant principalement sur les méthodes GC-MS et LC-MS. Ces procédures peuvent être facilement classées en 5 groupes principaux (voir le graphique 4).

¹ Il devra être examiné par le groupe de travail du CCPR sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage.

Les documents de travail figureront sur le site web du codex:

www.codexalimentarius.net/web/index_fr.jsp

Les délégués sont invités à apporter en séance tous les documents qui leur auront été distribués, le nombre d'exemplaires supplémentaires disponibles sur les lieux de la réunion étant limité.



Traduction du tableau ci-dessus:

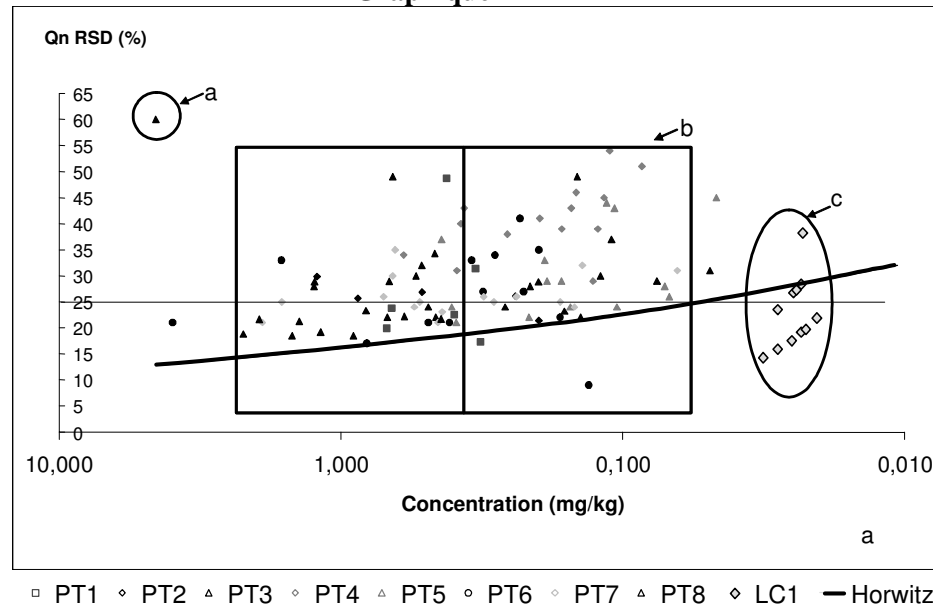
Titre: Nombre de participants pour tous les EUPT

EUPT1: poivron
EUPT2: pomme
EUPT3: concombre
EUPT5: laitue
EUPT6: tomate
EUPT7: raisin
EUPT9: fraise

2. Les principales caractéristiques de ces EUPT sont:
 - des échantillons d'essais traités/mélangés avec une grande quantité de pesticides (14 à 18)
 - l'analyse d'un large éventail de taux de concentration, allant de 21 ppb à 6 ppm
 - l'application d'objectifs d'harmonisation importants, tels qu'une portée minimale requise pour les analyses, un écart-type approprié et un Z-score de la somme des poids en tant que valeur Z-score combinée.
3. L'évaluation d'une telle quantité de données et la prédiction des normes inter-laboratoires pertinentes, en tant qu'objectifs d'harmonisation possibles, ont été des objectifs très importants afin de favoriser la confiance dans les résultats des analyses de résidus de pesticides dans les aliments.
4. Des efforts importants ont été consentis ces dernières années pour évaluer la dispersion des données correspondant à la reproductibilité inter-laboratoires. Cette dispersion peut raisonnablement être attribuée aux concentrations de résidus de pesticides présentes dans l'échantillon. Il ne fait aucun doute que, sur la base des données des essais d'aptitude, le modèle le plus pertinent est celui de Horwitz. Cependant, afin de pouvoir l'utiliser, il est nécessaire d'appliquer d'importants facteurs de correction (modèle de Horwitz-Thompson) pour les pesticides modernes, les matrices à faible teneur en matière grasse et les nouvelles techniques basées sur les méthodes GC-MS et LC-MS.
5. Selon l'expérience de la Commission, l'effet du taux de concentration sur la dispersion des données est infime, et habituellement négligeable lorsque les concentrations varient de dizaines de $\mu\text{g}/\text{kg}$ à des centaines de $\mu\text{g}/\text{kg}$. Il s'agit là typiquement des valeurs de concentration pertinentes pour le respect des LMR. Inversement, au-dessus ou en dessous de ces limites, les problèmes peuvent être beaucoup plus importants, probablement en raison des difficultés liées à l'application des phases d'extra-dilution ou de préconcentration des procédures d'analyses régulières. Par exemple, dans le graphique 2, l'axe Y

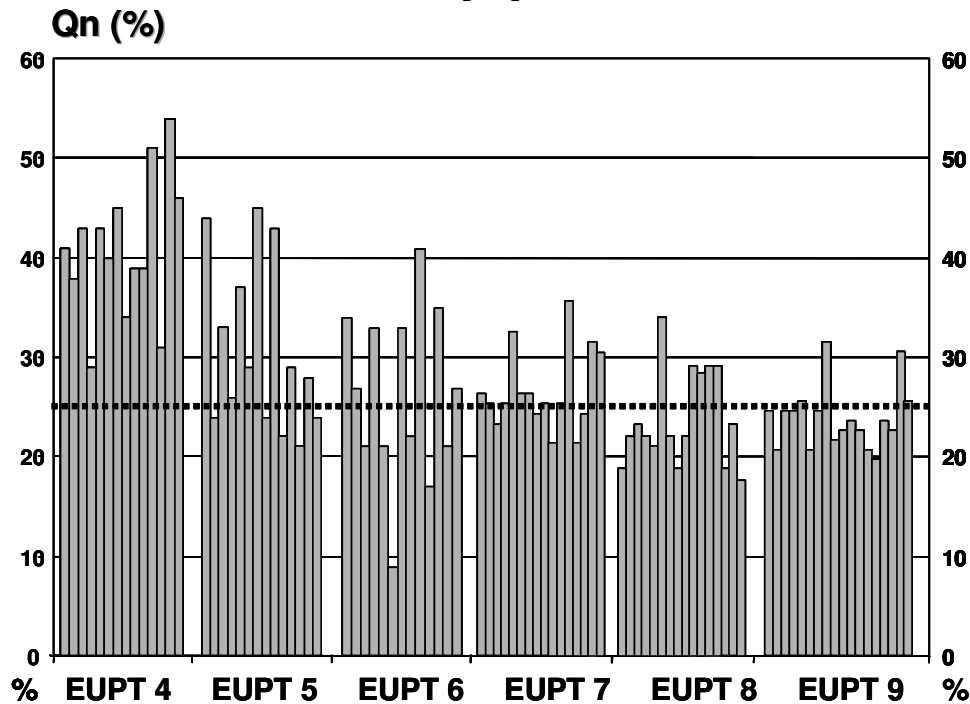
représente les données de l'écart-type relatif, mesurées en tant que Q_n des EUPT par rapport à la concentration (axe X – médiane de la population).

Graphique 2



6. Nous constatons que les concentrations les plus faibles (côté droit du carré b ou groupe c) enregistrent des valeurs Qn similaires, voire inférieures, aux plus élevées (côté gauche du carré b). Le pire cas (a) accuse une concentration de quelque 6 mg/kg et sa valeur Qn est la plus élevée de tous les EUPT réalisés. En outre, il apparaît clairement que les points ne suivent pas la ligne de Horwitz et qu'une valeur de 25 % représente une bonne valeur appropriée pour tous les taux évalués.
7. Nous concluons, à partir d'une évaluation plus détaillée des données présentées (tenant compte des matrices utilisées dans chaque essai d'aptitude et du degré de compétence des laboratoires participants), que, lorsque des MMR multi-matrices sont utilisées avec un faible nettoyage, voire aucun, le principal facteur de dispersion des données est la complexité de la matrice. À l'évidence, d'autres facteurs de dispersion des données peuvent exister, tels que les compétences insuffisantes des laboratoires, alliées à la difficulté de l'analyse.
8. Pendant que la participation aux essais d'aptitude fournit aux laboratoires des informations et les connaissances essentielles qui leur permettent de corriger leurs erreurs opérationnelles, le contrôle des Qn par les laboratoires participants aux EUPT permettra avec le temps d'obtenir le «meilleur Qn» possible. Cette tendance est présentée dans le graphique 3.

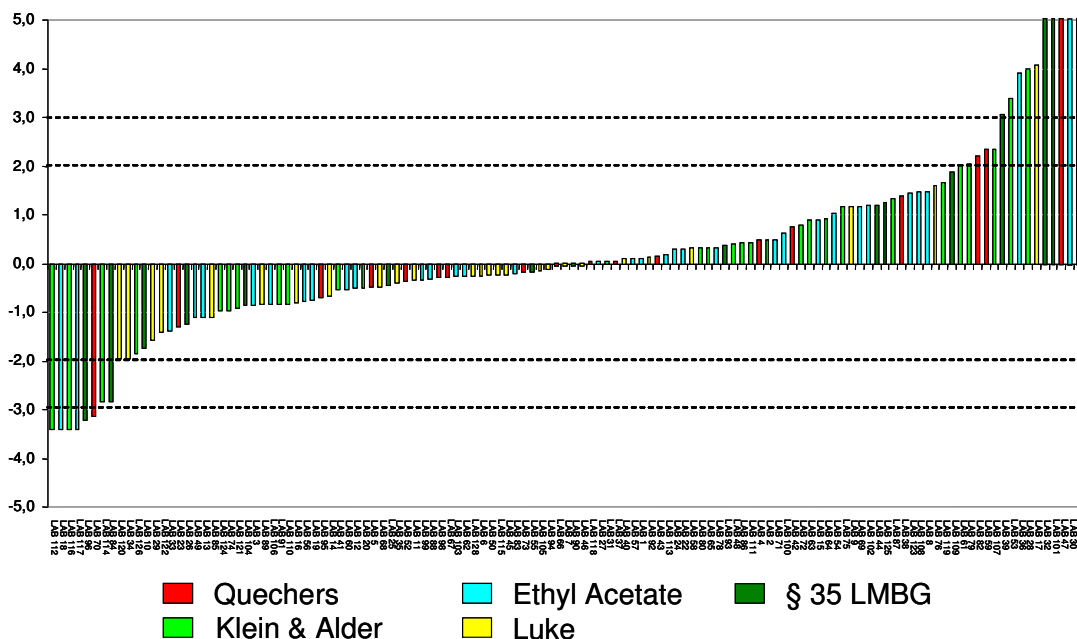
Graphique 3



9. Comme nous pouvons le constater dans le graphique 3, où le Qn de chaque pesticide est représenté (EUPT par rapport à Qn) la tendance globale de 25 % pendant cette période est évidente étant donné qu'elle est la stabilisation sur cette valeur. De toute évidence, le choix de 25 % en tant que nombre «magique» ne signifie pas que d'autres valeurs mieux ajustées, en fonction du composé/de la matrice, ne peuvent pas être obtenues. Toutefois, considérant que l'effort visant à parvenir à une valeur harmonisée prime, elle ne doit pas être disproportionnée, des valeurs plus détaillées pouvant être jugées inutiles. Dans le même temps, la valeur de 25 % peut être jugée généralement acceptable en termes de reproductibilité. Par conséquent, c'est la valeur appropriée adoptée dans nos EUPT en tant qu'écart-type.
10. Sur cette base, une valeur d'incertitude de 50 % ($K = 2$) est considérée comme la valeur par défaut générale dans *Method Validation and Quality Control Procedures for Pesticide residue Analysis in Food and Feed* (Validation des méthodes et procédures de contrôle de la qualité pour les analyses de résidus de pesticides dans les denrées alimentaires et aliments pour animaux) (Document n° SANCO/2007/3131).
11. Les résultats obtenus par les laboratoires ne sont pas affectés par la méthode appliquée sur les pesticides/produits. Aucune relation n'a été observée entre la qualité des données et la méthode appliquée. Comme le révèle le graphique 4 (Diméthoate des EUPT07), les valeurs Z-score obtenues ne sont pas fonction de la méthode d'analyse appliquée.

Graphique 4

EUPT 7 – Dimethoate z-Scores



12. Concernant la dispersion des données, dans les cas où la définition des résidus comprend plus d’un analyte ou d’une mesure, la base de données EUPT peut également apporter des renseignements utiles. Le tableau 1 présente des informations intéressantes quant à la propagation de la valeur de dispersion dans les cas où deux résultats uniques (ou plus) sont évalués en appliquant des normes analytiques individuelles à des pics mesurés indépendamment.

Code	Endosulfan I	Endosulfan II	Total des endosulfans	Carbendazime	Thiophanate-méthyl (seul)	Somme carbendazime + thiophanate-méthyl
Médiane	0,411	0,326	0,750	0,414	0,273	0,449
Qn (%)	27	26	25	34	68	29

13. Premièrement, nous constatons, s’agissant des endosulfans I et II par rapport au total des endosulfans (le sulfate d’endosulfan n’était pas présent dans l’échantillon), que la différence entre les valeurs Qn obtenues, d’environ 25 % dans tous les cas, est pratiquement négligeable (valeur unique par rapport à valeur combinée). C’est le cas pour les analytes qui n’interagissent/ne se transforment pas pendant la procédure d’analyse. Deuxièmement, c’est le cas du carbendazime et du thiophanate-méthyl. Le premier composé peut être présent seul ou dériver du thiophanate-méthyl lors de la procédure d’analyse. Ici, les deux chiffres de dispersion sont très différents. Dans ce cas-ci, le Qn du total est légèrement supérieur à 25 % mais les composés uniques doublent nettement ce pourcentage. Cela illustre clairement comment les différences entre les méthodes utilisées affectent notablement la dispersion des données des composés uniques appartenant au même résidu, mais pas, ou de manière négligeable, la valeur des résidus combinés.
14. **Ces chiffres révèlent qu’une valeur cible de 25 % pourrait s’appliquer pour les données des résidus d’éléments multiples**, mais davantage de données expérimentales sont nécessaires pour confirmer cette valeur appropriée.

15. Outre la dispersion des données, une question essentielle dans l'harmonisation des résidus de pesticides, il est encore plus important actuellement d'obtenir une portée MMR de routine uniforme pour les résidus de pesticides dans les divers laboratoires. Normalement, les laboratoires officiels de l'UE analysent entre 100 et 350 résidus de pesticides dans leurs MMR de routine. Cependant, ce nombre élevé n'est pas pleinement harmonisé.
16. Dans notre expérience, bien que 80 à 90 % des Z-scores des EUPT des laboratoires participants soient généralement acceptables, la liste des pesticides analysés peut varier dans une proportion allant jusqu'à 20-40 %.
17. Afin de favoriser une portée d'analyses uniforme et minimale, nous avons créé deux catégories (A et B) dans le traitement des données des EUPT: A lorsque les résultats positifs étaient supérieurs à 90 % des composés présents dans l'échantillon et B lorsqu'ils étaient inférieurs à 90 %. Dans le même temps, au fil du déroulement des EUPT, la liste des composés possibles est passée de 50 à 108. Une augmentation significative du nombre des laboratoires peut être observée dans la catégorie A ces dernières années, malgré le doublement du nombre de pesticides possibles.
18. Dans les prochaines années, l'objectif sera d'obtenir une portée d'analyses harmonisée couvrant un minimum de 170 à 200 résidus de pesticides. De toute évidence, les analyses des laboratoires chargés de contrôler les denrées alimentaires ne se limiteront pas à ces seuls composés, mais les composés les plus toxiques et les plus utilisés seront couverts par des contrôles de routine harmonisés.

Remerciements: le présent document a été élaboré grâce au soutien scientifique du groupe consultatif international sur les EUPT.

M. Amadeo R. Fernandez-Alba	Laboratoire communautaire de référence pour les résidus de pesticides dans les fruits et légumes. Université d'Almería (Espagne).
M. Michelangelo Anastassiades	CVUA Stuttgart, Fellbach, Allemagne.
M. Arne Andersson	Administration nationale de l'alimentation, Uppsala, Suède.
M. André de Kok	Autorité pour la sécurité des produits alimentaires et de consommation (VWA), Amsterdam, Pays-Bas.
M. Ralf Lippold	CVUA Fribourg, Allemagne
M. Octavio Malato	Université d'Almería, Espagne.
Mme Paula Medina	Université d'Almería, Espagne.
Mme Tuija Pihlström	Administration nationale de l'alimentation, Uppsala, Suède.
Mme Mette Erecius Poulsen	Institut danois de recherche alimentaire et vétérinaire, Soeborg, Danemark.
M. Stewart Reynolds	Laboratoire central des sciences, York, Royaume-Uni.
M. Antonio Valverde	Université d'Almería, Espagne.