

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 7 de l'ordre du jour

CX/PR 24/55/6

avril 2024

PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES

COMITÉ DU CODEX SUR LES RÉSIDUS DE PESTICIDES

Cinquante-cinquième session

Chengdu, province du Sichuan, République populaire de Chine

3-8 juin 2023

LIGNES DIRECTRICES POUR LE CONTRÔLE DE LA STABILITÉ ET DE LA PURETÉ DES MATÉRIAUX DE RÉFÉRENCE ET DES SOLUTIONS DE STOCK CORRESPONDANTES DE PESTICIDES PENDANT UN STOCKAGE PROLONGÉ

(à l'étape 4)

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

Les membres et observateurs du Codex souhaitant soumettre des observations à l'étape 3 sur les directives telles que présentées à l'annexe I doivent le faire conformément aux instructions figurant dans la lettre circulaire CL 2024/45-PR disponible sur la page Web du Codex.¹

CONTEXTE

1. Le Comité du Codex sur les résidus de pesticides (CCPR51, 2019)² a examiné une demande supplémentaire relative à 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 d'essais sur le terrain supervisés, le contrôle des échantillons importés/exportés, etc.
 - La plupart des MRC sont restés stables après la période de péremption mentionnée dans leur 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 contrôle de la pureté des MRC de pesticides multi-classes au cours d'un stockage prolongé.
2. Le CCPR51 a décidé de demander à l'Argentine et à l'Inde de préparer un document de travail concernant le contrôle de la stabilité et de la pureté des MRC de pesticides multi-classes pendant un stockage prolongé, pour examen lors du CCPR52.
3. Lors du CCPR52 (2021)³, l'Inde au nom de l'Argentine, a présenté le point et a rappelé au CCPR le contexte du travail, le processus de travail suivi pour l'élaboration du document de travail et les questions clés débattues dans le document. La délégation a informé le CCPR qu'un travail supplémentaire était nécessaire 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 Codex/CCPR/Lettres circulaires :

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

² REP19/PR51, para. 182-184 & 186

³ REP21/PR52, paragraphes 198-201

a recommandé qu'un groupe de travail électronique (EWG) soit établi pour développer le document de travail pour examen par le CCPR53.

4. Lors du CCPR53 (2022)⁴, l'Inde, en qualité de présidente du GTE et au nom des coprésidents, 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 une perturbation du commerce, et donc la nécessité d'une orientation harmonisée sur la surveillance de la stabilité et de la pureté des MRC de pesticides multi-classes pendant un stockage prolongé. Ces orientations permettraient d'utiliser les MRC après la date de péremption lorsque la vérification est effectuée conformément aux orientations internationales fournies par le Codex. L'utilisation de MRC périmés dont la pureté a été vérifiée aurait un impact économique en permettant d'économiser le coût d'achat de nouveaux MRC, notamment dans les pays en développement.
5. Compte tenu des commentaires reçus du Mexique, de l'Allemagne, des États-Unis, de l'Uruguay, de la Thaïlande, du Chili, de la Chine, des États-Unis d'Amérique, du Canada, de l'île Maurice et de l'Institute of Food Technologists (IFT) au cours des discussions au GTE, le document de discussion a été révisé pour mettre en évidence la pertinence et l'objectif plus clairement avec le champ d'application des lignes directrices axées sur les matériaux de référence (MR) ayant une pureté connue spécifiée par le producteur du matériau de référence (PMR) dans le certificat d'analyse (CoA). Les commentaires reçus sur la lettre circulaire CL 2023/38-PR du Brésil, du Canada, du Chili, de Cuba, de l'Égypte, du Ghana, de l'Indonésie, de l'Irak, du Japon, du Kenya, de l'Arabie Saoudite, de Singapour, de l'Uruguay, des États-Unis, de l'Union européenne (UE), de la Chine, des Philippines, du Pérou, de la République de Tanzanie, de la Corée du Sud, de l'Équateur, du Guatemala, d'AgroCare Latinoamerica et de l'International Commission for Uniform Methods of Sugar Analysis (ICUMSA) ont également été pris en considération.
6. Lors du CCPR54 (2023), l'Inde, en sa qualité de présidente du GTE ainsi que le GT intra-session établi par le CCPR, et au nom des coprésidents, l'Argentine et l'Iran, a présenté le point, rappelé le contexte des travaux et le mandat du GTE, expliqué le processus de travail et résumé les principaux points de discussion, les conclusions et les recommandations du GTE. Tout en soulignant l'importance de ces directives, le Président a insisté sur le fait que ces directives permettraient l'utilisation prolongée des MR qui sont stables avec une pureté acceptable au-delà de leurs dates de péremption spécifiées par les PGR pour une analyse robuste des résidus.
7. Suite aux délibérations détaillées sur les travaux proposés lors du CCPR54, il a été convenu par le CCPR de rétablir le GTE présidé par l'Inde et co-présidé par Singapour et l'Argentine afin :⁵
 - i. D'élaborer des procédures d'orientation pour le contrôle de la stabilité et de la pureté des matériaux de référence de pesticides multi-classes et de leurs solutions mères pendant un stockage prolongé, en se fondant sur les grandes lignes du document CX/PR 23/54/14, Annexe III, et en tenant compte des observations soumises en réponse à la lettre circulaire CL 2023/38-PR ; et
 - ii. De soumettre le rapport du GTE et les procédures d'orientation proposées au Secrétariat du Codex pour distribution pour observations à l'étape 3 et examen par le CCPR55 (2024).

PROCESSUS DE TRAVAIL

8. Sur la base des grandes lignes des nouveaux travaux fournies dans CX/PR 23/54/14, Annexe III et en tenant compte des commentaires soumis en réponse à CL 2023/38-PR et pendant le CCPR54, le président et les coprésidents du GTE ont préparé un projet de document d'orientation pour le contrôle de la stabilité et de la pureté des matériaux de référence de pesticides multi-classes et de leurs solutions de stock pendant un stockage prolongé et l'ont fait circuler sur le forum du Codex en invitant les membres du GTE à formuler des commentaires. Lors du premier tour, des commentaires ont été reçus de Singapour, du Canada, du Chili, de la Thaïlande, des États-Unis d'Amérique (USA), de l'Uruguay et de l'Institute of Food Technologists (IFT). En général, les membres du GTE ont soutenu l'élaboration des lignes directrices.
9. Sur la base des commentaires, le document a été révisé afin d'améliorer le protocole analytique pour une meilleure compréhension et une plus grande clarté et a été téléchargé par le président du GTE, invitant les membres et les observateurs du GTE à une deuxième série de commentaires. Lors de ce deuxième tour, le

⁴ REP22/PR53, paras. 235-242

⁵ REP23/PR54, paras. 254-259

Canada, l'Allemagne, l'Uruguay, les États-Unis et la Chine ont fait part de leurs commentaires sur le forum.

10. Le document tel que révisé par le GTE est présenté à l'annexe I : Lignes directrices pour le contrôle de la stabilité et de la pureté des matériaux de référence et des solutions de stock de pesticides au cours d'un stockage prolongé; Annexe pour les définitions et Annexe II qui fournit la liste des participants.

POINTS CLÉS DE LA DISCUSSION

11. Voici les principaux points de discussion basés sur les commentaires reçus lors au CCPR54 et lors des deux cycles de diffusion du document au sein du GTE.
 1. Affiner et étendre le champ d'application des lignes directrices afin d'inclure les solutions de stockage dans le document d'orientation.
 2. Aligner les critères d'acceptabilité de la différence de pureté entre la matière première périmée et la matière première non périmée, conformément aux lignes directrices SANTE.
 3. Exclure du protocole analytique les critères d'essais d'aptitude pour le contrôle de la stabilité et de la pureté des MR.
 4. La stabilité et la pureté des MR et des solutions mères correspondantes peuvent continuer à être contrôlées jusqu'à 10 ans (conformément à SANTE), à condition que les MR et les solutions mères continuent à respecter les critères d'acceptabilité.
 5. Les MR et les solutions de base doivent être conservés à des températures inférieures à zéro dans un congélateur. Si un laboratoire maintient des conditions de stockage plus protectrices que celles recommandées par les PGR (c'est-à-dire une température inférieure à celle recommandée sans exposition à la lumière et à l'humidité, etc.), le taux de dégradation des MR est significativement minimisé tant que ces conditions ne contredisent pas celles indiquées dans la fiche d'information du produit par le PGR.
 6. L'exposition des RM et des solutions mères à des températures élevées et à la lumière doit être aussi courte que nécessaire.
 7. L'enregistrement quotidien des conditions de stockage (température) et de la date d'utilisation des MR doit être conservé.
 8. La solution de base des MR doit d'abord être amenée à la température ambiante, puis ouverte pour le travail d'analyse. La température ambiante à laquelle le flacon de MR est ouvert doit également être enregistrée.
 9. Le critère acceptable pour les mesures répétées est $\%RSD \leq 10\%$.
 10. L'inclusion de l'utilisation d'un étalon interne (non périmé) dans l'approche II permet de tenir compte de tout changement dans la réponse de l'équipement. L'écart dans le rapport entre la surface du pic de l'analyte cible et l'étalon interne doit être $\leq 10\%$, comme indiqué dans l'approche II.
 11. Les détecteurs généraux tels que HPLC-DAD / GC avec détecteur FID/ LC-MS et GC-MS en mode full scan ou les détecteurs mentionnés dans la fiche d'information du produit/CoA peuvent être utilisés pour évaluer la stabilité et la pureté des MR. Les détecteurs sélectifs ont été exclus de la liste des détecteurs recommandés pour l'analyse des MR.

CONCLUSIONS

12. Le GTE a observé que le document d'orientation bénéficie d'un soutien général. Sur la base des discussions tenues lors du CCPR54 et des commentaires reçus du GTE et des membres du forum, le document d'orientation a été révisé.
13. Deux approches (protocoles analytiques) ont été proposées pour contrôler la stabilité et la pureté des MR et leur utilisation au-delà de la date de péremption. Si la stabilité et la pureté des MR continuent de répondre aux critères d'acceptabilité, elles peuvent être considérées comme utilisables pendant une période maximale de 10 ans, à condition qu'elles soient stockées dans les conditions spécifiées dans les lignes directrices.

RECOMMANDATIONS

14. Le CCPR est invité à
 - i. examiner les lignes directrices proposées telles qu'elles figurent à l'annexe I et fournir des commentaires généraux et spécifiques sur le document, y compris sur son état de préparation en vue d'un avancement dans la procédure par étapes, et
 - ii. identifier les questions clés ou les sections du document qui pourraient nécessiter un examen plus approfondi ou un développement afin de progresser dans la finalisation du document d'orientation.

ANNEXE I

LIGNES DIRECTRICES POUR LE CONTRÔLE DE LA STABILITÉ ET DE LA PURETÉ DES MATÉRIAUX DE RÉFÉRENCE ET DES SOLUTIONS MÈRES DE PESTICIDES PENDANT UN STOCKAGE PROLONGÉ

(Pour commentaires à l'étape 3)

PRÉFACE

1. Les résidus de pesticides dans les denrées alimentaires sont devenus un sujet de préoccupation pour le commerce agricole mondial, ce qui a conduit à l'application de réglementations strictes en matière de pesticides. Plus de 1200 pesticides sont disponibles dans le monde pour lutter contre les parasites des différentes denrées alimentaires. L'analyse des pesticides à l'état de traces dans la chaîne alimentaire nécessite l'utilisation de matériaux de référence (MR) spécifiques d'une pureté chimique connue, fabriqués par les producteurs de matériaux de référence (PRM), afin de garantir la fiabilité des résultats des tests. La détermination précise des résidus de pesticides dans les denrées alimentaires est importante pour le contrôle de la sécurité sanitaire des aliments et la fixation des LMR de pesticides, ce qui permet de surmonter les obstacles commerciaux qui y sont liés. Des MR d'une pureté spécifiée sont également nécessaires pour l'analyse qualitative et quantitative précise des ingrédients actifs des pesticides dans les produits techniques, les préparations et les solutions de stock.
2. La durée de conservation limitée, la diminution de la pureté et le coût récurrent élevé des MR constituent des obstacles majeurs à la réalisation d'analyses régulières des résidus de pesticides. Ces problèmes sont amplifiés pour l'analyse des résidus de plusieurs pesticides par les laboratoires d'essai établis dans les pays en développement, car ils doivent consacrer une grande partie de leurs fonds à l'achat fréquent de MR coûteux. En outre, l'utilisation des MR est limitée par les dates de péremption spécifiées par les PGR dans la fiche d'information (soit le certificat d'analyse (CoA), soit la fiche d'information sur le produit) qui fournit la valeur de pureté, la date de péremption et l'incertitude de mesure des MR. Régulièrement, les laboratoires ne peuvent pas se permettre d'acheter fréquemment des MR coûteux pour leur travail de contrôle des résidus de pesticides.
3. En outre, en raison des contraintes de la chaîne d'approvisionnement, certains laboratoires peuvent recevoir des MR proches de leur date de péremption, comme indiqué à l'adresse dans la fiche d'information sur le produit. Dans de telles situations, les laboratoires sont contraints d'acheter de nouveaux étalons et de préparer de nouvelles solutions de base plus fréquemment que nécessaire. Cela entraîne un surcroît de travail insurmontable et une augmentation des coûts de laboratoire, en particulier pour les composés dont la stabilité est bien comprise. En outre, l'expédition des étalons par les fournisseurs aux laboratoires augmente le temps d'acquisition (de quelques semaines à plusieurs mois), ce qui crée des obstacles à la mise en place d'un programme durable de contrôle des résidus de pesticides.
4. De nombreux MR restent stables même après les dates de péremption indiquées sur la fiche d'information du produit, sans changement significatif de la pureté. Certaines études ^(1,2,3) ont également indiqué que si les MR sont stockés dans de meilleures conditions que celles recommandées par le fabricant, à condition que ces conditions ne contredisent pas celles indiquées par le PGR dans la fiche d'information du produit, les MR sont stables pendant beaucoup plus longtemps que les dates de péremption indiquées par les PGR. Ces MR peuvent techniquement être autorisés à être utilisés au-delà de leur date de péremption si des contrôles en laboratoire sont en place pour démontrer qu'ils sont stables et qu'ils continuent à répondre aux exigences de pureté. Cependant, le manque de données sur la stabilité et la pureté des MR pendant un stockage prolongé et l'absence de procédures d'orientation pour le contrôle empêchent leur utilisation au-delà des dates de péremption.

¹ de Kok, A., de Kroon, M. et Kiedrowska, B. (PO 005 pdf, 2019). Stabilité des étalons de référence et des solutions de stock de pesticides Partie 1. GC-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, The Netherlands.

² de Kok, A., de Kroon, M. et Scholten, J. (PO 006 pdf, 2019). Stabilité des étalons de référence et des solutions de stock de pesticides Partie 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, The Netherlands.

³ 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 multi-class pesticides during prolonged storage before and after expiration. *Accréditation Qual. Assur.* 25 (10), 89-97. 10.1007/s00769-019-01411-w.

5. Ce document représente un premier pas vers l'élaboration d'orientations harmonisées globales qui permettraient aux laboratoires de contrôler la stabilité et la pureté des résidus de pesticides et de leurs solutions de réserve pendant un stockage prolongé. Le document fournira des orientations aux laboratoires accrédités pour contrôler la stabilité et la pureté des matières premières en vue de leur utilisation éventuelle au-delà de leur date de péremption, ainsi que pour l'utilisation continue des solutions mères qui conservent leur stabilité et leur pureté.

CHAMP D'APPLICATION ET OBJECTIF

6. L'objectif de ce document est de fournir un cadre qui aiderait les laboratoires à contrôler la stabilité et la pureté de chaque matériau de référence (MR) de pesticides pendant un stockage prolongé et à identifier les MR périmés dont la stabilité et la pureté sont maintenues. Le critère général du nouveau travail proposé est de contrôler et de vérifier la stabilité et la pureté des MR individuels avant et après l'expiration par le biais de protocoles analytiques robustes de sorte que ces matériaux qui conservent leur pureté conformément à la fiche d'information sur le produit/CoA même après l'expiration puissent continuer à être utilisés en tant que MR valides. Le document d'orientation ne couvre pas les mélanges de normes. Un autre aspect du travail proposé consiste à contrôler la stabilité des solutions de stock utilisées pour l'analyse des résidus de pesticides afin que les solutions qui restent valables puissent être utilisées pour la détermination précise et fiable des niveaux de résidus de pesticides.
7. Le présent document s'applique aux matériaux de référence (MR) de pesticides et à leurs solutions mères individuelles de pureté connue spécifiés par un producteur de matériaux de référence (PMR).
8. Ces lignes directrices permettront aux laboratoires d'analyse des résidus de pesticides de surmonter les difficultés liées aux MR et de les utiliser au-delà de leur date de péremption mentionnée sur la fiche d'information du produit. Après la date de péremption, les MR conservant la pureté spécifiée dans la fiche d'information sur le produit peuvent être utilisés comme MR ou comme matériaux de contrôle de la qualité (QCM) pour l'analyse des pesticides, à condition qu'ils soient stockés dans les conditions spécifiées dans les lignes directrices.
9. Les lignes directrices couvrent les conditions de stockage qui doivent être maintenues et les mesures quantitatives qui doivent être effectuées pour contrôler la pureté des MR avant et après leur période d'expiration.

CRITÈRES GÉNÉRAUX

1. L'analyse doit être effectuée dans un laboratoire accrédité ISO/IEC 17025, dont le champ d'application correspond à la mesure concernée.
2. Les MR doivent être obtenus auprès d'un PGR accrédité selon la norme ISO/IEC 17034 afin de garantir la traçabilité des analyses.
3. Pour garantir la traçabilité, les balances analytiques utilisées doivent être étalonnées avec des poids traçables aux normes nationales/internationales.
4. Pour les mesures volumétriques, il convient d'utiliser de la verrerie calibrée de classe A ou des pipettes électroniques appropriées.
5. L'instrumentation utilisée pour les tests de pureté doit avoir une sensibilité/spécificité comparable à celle utilisée dans la fiche d'information sur le produit/CoA.

CRITÈRES RELATIFS AUX CONDITIONS DE STOCKAGE DES MATÉRIAUX DE RÉFÉRENCE DES PESTICIDES ET DE LEURS SOLUTIONS MÈRES

6. Les conditions de stockage des MR sont spécifiées par les PGR dans la fiche d'information du produit/CoA car ils sont susceptibles de se dégrader à haute température et sous l'effet d'autres facteurs environnementaux.
7. Si un laboratoire maintient les MR dans des conditions de stockage qui sont meilleures, c'est-à-dire plus protectrices que celles recommandées par les PGR (c'est-à-dire une température inférieure à celle recommandée sans exposition à la lumière et à l'humidité, etc.), le taux de dégradation des MR est significativement minimisé tant que ces conditions ne contredisent pas celles indiquées dans la fiche d'information sur le produit/CoA par le

PGR. Dans ces conditions, la date de péremption recommandée par les PGR peut être prolongée, le cas échéant, pour une MR par une date permettant un stockage jusqu'à 10 ans ou aussi longtemps que la pureté mentionnée dans la fiche d'information sur le produit/CoA reste correcte ($\leq \pm 10\%$) (SANTE⁴, 2022). Une autre étude a révélé la stabilité de l'étalon de référence des pesticides jusqu'à 15 ans ou en solution stockée jusqu'à 10 ans^{6,7}.

8. Afin d'éviter toute contamination croisée ou dégradation des MR, les flacons doivent être placés dans un tube à bouchon hermétique/un sachet scellé et immédiatement stockés au congélateur dans des conditions meilleures que celles recommandées par les PGR ; de préférence à une température inférieure à zéro. Les solutions mères doivent également être conservées dans de la verrerie à bouchon hermétique (de préférence dans des fioles jaugées). Les conditions de stockage doivent être surveillées à l'aide d'un équipement calibré de manière appropriée et doivent être contrôlées et enregistrées.

PROTOCOLE ANALYTIQUE POUR LE CONTRÔLE DE LA STABILITÉ ET DE LA PURETÉ DES MATÉRIAUX DE RÉFÉRENCE DES PESTICIDES ET DES SOLUTIONS DE STOCK INDIVIDUELLES

9. Deux approches analytiques peuvent être envisagées pour contrôler la stabilité et la pureté des MR et leur utilisation au-delà de la date de péremption, à condition que la pureté des MR soit acceptable.

Dans l'approche 1, la stabilité des nouveaux MR et des MR périmés/des solutions de stock nouvelles et anciennes est déterminée simultanément, et elle est applicable aux étalons neutres et aux solutions de stock correspondantes. Les comparaisons de la surface du pic ou de la concentration doivent être effectuées dans des conditions aussi proches que possible de celles de la répétabilité et atténuer les autres sources de variation de la réponse de l'instrument, telles que l'utilisation d'un étalon interne, le cas échéant. Si l'écart (en surface de pic/pureté) après expiration se situe à moins de 10 %, l'analyte dans le MR est acceptable et peut donc être considéré pour une utilisation continue en tant que MR. Pour les étalons purs et les solutions mères, le contrôle de la stabilité et de la pureté peut être poursuivi régulièrement jusqu'à un maximum de 10 ans (SANTE), à condition que la pureté reste acceptable.^{5,6,5} Cette approche est basée sur le document d'orientation SANTE (SANTE/11312/2021). Dans ce cas, un nouveau MR serait nécessaire à des fins de comparaison.

10. Selon l'approche 2, chaque fois qu'un laboratoire se procure un nouveau MR, sa pureté est contrôlée conformément aux conditions analytiques de la fiche d'information sur le produit/CoA et la pureté est contrôlée périodiquement avant et après la date d'expiration en utilisant les mêmes conditions analytiques. Dans ce cas, il n'est pas nécessaire d'acheter un nouvel étalon interne. Un étalon interne non périmé peut être utilisé pour tenir compte de tout changement dans la réponse de l'équipement. Cette approche n'est applicable qu'aux MR purs accompagnés de la fiche d'information sur le produit/du certificat d'origine du MR.

Approche 1: comparaison de la stabilité d'étalons de référence de pesticides anciens et fraîchement acquis ; applicable aux étalons purs de matériaux de référence et aux solutions mères correspondantes

11. Préparer une solution mère fraîche de l'ancien (ou du périmé) et du nouvel étalon RM de concentration appropriée. La concentration appropriée dépend de la réponse du MR dans le détecteur. En général, pour l'HPLC-DAD/GC-FID, une bonne réponse est obtenue entre 10 ppm et 100 ppm. Une concentration plus élevée de MR peut entraîner une saturation du détecteur.
12. Injecter la solution standard de la nouvelle MR préparée à partir de la solution de base à une concentration appropriée dans l'instrument (HPLC -DAD⁶⁷ /HPLC-UV⁸ /GC -FID⁹¹⁰ /LC-MS¹¹ et GC-MS en mode de balayage complet) et enregistrer la surface du pic . Effectuer au moins cinq mesures répétées pour obtenir un niveau de variation acceptable (% RSD ≤ 10 %). La valeur moyenne de la surface du pic pour la nouvelle solution mère est considérée comme étant de 100 % et est également utilisée comme base pour le calcul du pourcentage de différence.

⁴ SANTE/11312/2021, Mise en œuvre au 01/01/ 2022, Direction générale de la santé et de la sécurité alimentaire de la Commission européenne.

⁵ EURL DataPool, <https://www.eurl-pesticides-datapool.eu/>

⁶ Chromatographie liquide à haute performance

⁷ Détection par barrettes de diodes

⁸ Spectroscopie dans l'ultraviolet

⁹ Chromatographie en phase gazeuse

¹⁰ Détecteur à ionisation de flamme

¹¹ Spectrométrie de masse

13. Injecter l'ancienne solution étalon préparée à partir de la solution de base à la même concentration que le nouvel étalon de référence dans l'instrument et enregistrer la surface du pic. Effectuer un minimum de cinq mesures répétées afin d'obtenir une valeur moyenne de la surface du pic pour l'ancien étalon avec un %RSD ≤ 10 %.
14. Si la surface moyenne du pic de l'ancienne solution mère présente un écart ≤ 10 % par rapport à la nouvelle solution mère, l'ancien étalon (périmé) peut être considéré comme utilisable.
15. L'ancien étalon doit être comparé à l'étalon non périmé à intervalles réguliers d'un an, à condition que les conditions de conservation recommandées soient respectées.
16. Les relevés gravimétriques doivent être conservés pour les MR (ouverts ou non), qu'ils soient solides ou liquides, ainsi que pour leurs solutions mères respectives au cours du stockage. Avant d'enregistrer le poids, il convient de laisser la fiole jaugée atteindre la température ambiante et de l'essuyer pour éliminer toute humidité adhérente. L'exposition des RM et des solutions mères à des températures élevées et à la lumière doit être aussi courte que nécessaire.
17. L'enregistrement quotidien des conditions de stockage (température) et de la date d'utilisation des MR et de leur solution mère doit être conservé. Il convient également d'enregistrer la température à laquelle les MR et leurs solutions mères sont ouverts en vue de leur utilisation.

Approche 2: Vérification de la pureté des étalons neutres de matériaux de référence de pesticides pendant un stockage prolongé (ne convient pas à la vérification des solutions mères)

18. Pour vérifier la pureté de la matière première, un essai chromatographique doit être réalisé conformément aux conditions analytiques mentionnées dans la fiche d'information sur le produit/le certificat d'agrément par le PGR. La vérification de la pureté du MR est effectuée en considérant la pureté (en termes de pourcentage de surface de pic) mentionnée dans la fiche d'information sur le produit/CoA comme la valeur de référence.
19. Préparer une solution mère fraîche des étalons nets de MR nouvellement acquis et de l'étalon interne (un autre MR non périmé) de concentration appropriée dans un solvant organique adéquat. La concentration appropriée dépend de la réponse du MR dans le détecteur. En général, pour l'HPLC-DAD/GC-FID, une bonne réponse est obtenue entre 10 ppm et 100 ppm. Une concentration plus élevée de RM peut conduire à la saturation du détecteur.
20. La solution standard de la MR préparée à une concentration appropriée à partir de la solution de base est injectée dans l'instrument (HPLC-DAD /HPLC-UV /GC-FID/ LC-MS et GC-MS en mode de balayage complet) conformément aux conditions analytiques mentionnées dans la fiche d'information sur le produit/CoA et le pourcentage de la surface du pic ainsi obtenu est enregistré en tant que pourcentage de pureté. Un minimum de cinq mesures répétées doit être effectué pour obtenir une valeur moyenne du pourcentage de pureté et le %RSD doit être ≤ 10 %. L'instrument doit être étalonné conformément aux conditions recommandées par le fabricant.
21. Comparer la valeur moyenne de la pureté vérifiée obtenue à partir de l'analyse en laboratoire avec la valeur de référence de la pureté fournie dans la fiche d'information sur le produit/CoA. Aucun écart significatif ne doit être observé entre le chiffre de pureté fourni par le fabricant et la pureté obtenue en laboratoire.
22. Ajouter un autre MR (non périmé) à la solution étalon du MR à analyser. Ce MR différent sert d'étalon interne. Injecter la solution et enregistrer la surface du pic du MR et de l'étalon interne et calculer le rapport moyen entre la surface de l'étalon interne et la surface du MR. Le pic de l'étalon interne doit avoir une abondance similaire à celle du MR à vérifier et ne doit pas interférer avec l'analyse de l'analyte cible.
23. Répéter la même procédure à intervalles réguliers d'un an en utilisant une nouvelle solution mère de la MR, en particulier avant et après la péremption de la MR pour contrôler sa stabilité pendant un stockage prolongé.
24. Après expiration du MR, si la valeur moyenne du pourcentage de pureté en termes de surface de pic obtenue pour le MR au cours de l'analyse présente un écart ≤ 10 % par rapport à la valeur de référence et si le rapport de la surface de pic pour le MR par rapport à l'étalon interne est ≤ 10 %, le MR peut être considéré comme apte à être utilisé dans le laboratoire.
25. Les relevés gravimétriques doivent être conservés pour les matières premières (ouvertes ou non), qu'elles soient

solides ou liquides, pendant leur stockage. Avant d'enregistrer le poids, il convient de laisser la fiole jaugée atteindre la température ambiante et de l'essuyer pour éliminer toute humidité adhérente. L'exposition des MR et des solutions mères à des températures élevées et à la lumière doit être aussi courte que nécessaire.

26. L'enregistrement quotidien des conditions de stockage (température) et de la date d'utilisation des MR doit être conservé. Il convient également d'enregistrer la température à laquelle les MR sont ouverts pour être utilisés.

ANNEXE

DÉFINITIONS

Matériau de référence certifié (CRM) : Matériau de référence (MR) caractérisé par une procédure métrologiquement valide pour une ou plusieurs propriétés spécifiées, accompagné d'un certificat de MR qui fournit la valeur de la propriété spécifiée, son incertitude associée et une déclaration de traçabilité métrologique.

Pesticides multi-classes : Les pesticides multi-classes comprennent les insecticides, les fongicides, les bactéricides, les nématicides, les herbicides, etc. appartenant à différents groupes chimiques.

Fiche d'information sur le produit ou certificat d'analyse (CoA) : Un document qui fournit les informations pertinentes sur la pureté certifiée, la concentration, la date de péremption et l'incertitude de mesure d'un MR, conformément aux exigences de la norme ISO 17034 et du Guide ISO 31.

Pureté : Caractéristique d'un matériau de référence qui indique la proportion du composant d'intérêt indiqué par rapport à la substance totale. La pureté est généralement exprimée en pourcentage et doit être prise en compte lors de la préparation des solutions étalons.

Matériau de contrôle de la qualité (QCM) : Matériau de référence utilisé pour le contrôle de la qualité d'une mesure.

Matériau de référence (MR) : Matériau suffisamment homogène et stable en ce qui concerne une ou plusieurs propriétés spécifiées, dont il a été établi qu'il est adapté à l'utilisation prévue dans un processus de mesure.

Producteur de matériaux de référence (PMR) : organisme (organisation ou entreprise, publique ou privée) entièrement responsable de la planification et de la gestion du projet, de l'attribution et de la décision concernant les valeurs de propriété et les incertitudes pertinentes, de l'autorisation des valeurs de propriété et de la délivrance d'un certificat de matériaux de référence ou d'autres déclarations pour les matériaux de référence qu'il produit.

Stabilité : Caractéristique d'un matériau de référence, lorsqu'il est stocké dans des conditions spécifiées, de maintenir une valeur de propriété spécifiée dans des limites spécifiées pendant une période de temps donnée.

Solution mère : Solution d'un réactif, à forte concentration, à partir de laquelle des dilutions appropriées peuvent être effectuées au moment de l'utilisation.

ANNEXE II**LISTE DES PARTICIPANTS****Présidence****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**

Ms. Sonia Oliva
 Coordinator of Laboratory of National Food Safety and Quality Service (SENASA)

Singapour

Dr. Wu Yuansheng
 Director, National Centre for Food Science
 Singapore Food Agency

PAYS MEMBRES**Argentine**

Jonatan Pietronave
 Jefe del Servicio de Físico-Química y Composición
 Nutricional
 INAL-ANMAT

Juan Pablo Maseda;
 Laboratory Analyst;
 INAL-ANMAT

Australie

Karina Budd
 Director, Residue Chemistry & Laboratory
 Performance Evaluation
 Department of Agriculture, Fisheries and Forestry

Belgique

Ms Chantal Vervaet
 Scientific assessor residues
 Federal Public Service Health,
 Food Chain Safety and Environment
 DG Animals, Plants and Food
 Plant protection & Fertilising Products

Mr Wim Hooghe
 Head of Unit Human Toxicology and Residues
 Scientific assessor residues
 Federal Public Service Health,
 Food Chain Safety and Environment
 DG Animals, Plants and Food
 Plant protection & Fertilising Products

Canada

Dr. Jian Wang
 Research Scientist
 Canadian Food Inspection Agency

Chili

Luis Honda Soto
 Official Representative
 Pesticide Residue Laboratory professional
 National Department and Reference in Environmental
 Health

Chine

Canping PAN
 P R of China

Costa Rica

Alejandro Rojas Leon
 Coordinator of the National CCPR
 Registration Officer
 State Phytosanitary Service

Amanda Lasso Cruz
 Technical Advisor of the National Codex Contact Point
 Ministry of Economy, Industry and Commerce

Mrs. Tatiana Vasquez Morera
 Coordinator of the National CCPR
 Chemistry
 State Phytosanitary Service

Allemagne

Dr. Florian Hägele
Department for Pesticide Residues and Contaminants
Chemical and Veterinary Analysis Agency

Inde

Dr. Debi Sharma
Principal Scientist (Retd.)
ICAR-Indian Institute of Horticultural Research,
Bengaluru

Indonésie

Dr. Prima Luna
Senior Policy Analyst
Indonesian Center for Agricultural Postharvest
Standard

Riza
Food Security Analyse
Indonesia/National Food Agency

Malaisie

Nurhayati Kamyon
Assistant Director
Department of Agriculture, Malaysia

Arabie saoudite

Dr. Mohammed M. Al-Shehri
Chief Monitoring Expert
Saudi Food and Drug Authority,
Kingdom of Saudi Arabia

Nimah M. Baqadir
Standards and Regulations Expert
Saudi Food and Drug Authority,
Kingdom of Saudi Arabia

Corée du sud

Hwang Kisoen
SPS Researcher
Ministry of Agriculture, Food and Rural Affairs

Ministry of Agriculture, Food and Rural Affairs
(MAFRA)
The Republic of Korea Codex Contact Point
Quarantine Policy Division, Ministry of Agriculture,
Food and Rural Affairs (MAFRA)

Uruguay

Dr. Roberto Puentes
Laboratorio Tecnológico del Uruguay (LATU)

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

USA

Dr. Sara McGrath
U.S. Food and Drug Administration
Center for Food Safety and Applied Nutrition

Thaïlande

Ms. Chompoonuch Sentongkaew
Standards Officer
Office of Standard Development, National Bureau of
Agricultural Commodity and Food Standards, Thailand

ORGANISATION OBSERVATRICE**Institute of Food Technologists**

Timothy Herrman