

LIGNES DIRECTRICES DE L'OCDE POUR LES ESSAIS DE PRODUITS CHIMIQUES

Étude quantitative des résidus de pesticides dans les produits transformés

INTRODUCTION

1. Une grande partie des produits agricoles bruts sont transformés avant leur consommation. Les études sur la transformation servent normalement à déterminer le niveau de résidus contenus dans les produits primaires transformés après l'application de pesticides dont l'étiquetage est susceptible de conduire à un maximum de résidus. De telles situations incluent le recours aux pesticides avant et après la récolte, mais aussi le traitement direct des animaux et les utilisations vétérinaires. La présente ligne directrice ne porte pas sur les techniques d'épluchage ou de lavage, ni sur la production de fourrage, dans la mesure où ces pratiques sont généralement abordées dans les essais supervisés de terrain sur les résidus.

OBJECTIF

2. Les études sur la teneur en résidus des produits transformés fournissent des informations sur le transfert des résidus des produits agricoles bruts aux différents produits transformés. Elles visent à quantifier les niveaux de résidus dans les produits transformés, mais aussi à évaluer leur répartition (ingrédient actif et/ou métabolites, produits de dégradation) dans ces différents produits. Ces informations sur la dilution et la concentration des résidus, ainsi que l'estimation des facteurs de transformation (quotient du niveau de résidus dans le produit transformé sur celui dans le produit brut) servent à :

- affiner les évaluations de l'exposition alimentaire aux résidus par le biais des produits primaires transformés, afin d'évaluer la sécurité du consommateur ;
- donner des résultats sur les résidus des produits agricoles susceptibles d'être utilisés pour nourrir les animaux et permettre ainsi un calcul plus réaliste de l'exposition des animaux par leur alimentation ;
- fixer des LMR pour les produits transformés ; enfin,
- veiller au respect de ces LMR.

Les procédures mises en œuvre dans la transformation des produits agricoles sont diverses et variées. La présente ligne directrice donne des indications sur la conception et la réalisation des études de transformation.

CHAMP D'APPLICATION DES ÉTUDES SUR LA TRANSFORMATION

3. Cette ligne directrice porte sur les produits agricoles bruts d'origine végétale. Elle s'applique également aux produits agricoles bruts d'origine animale en cas de traitement direct des animaux ou d'utilisations vétérinaires. Le champ d'application des études quantitatives des résidus dans les produits agricoles transformés dépend de l'importance d'un produit transformé dans le régime alimentaire humain et/ou animal, de la possibilité que le niveau de résidus dans le produit transformé dépasse celui du produit

© OCDE, (2008).

L'OCDE autorise l'utilisation de ce contenu pour usage personnel, dans un but non commercial sans autorisation préalable, sous réserve de mention de la source. Toute utilisation à but commercial doit faire l'objet d'une autorisation écrite préalable de l'OCDE.

brut, du niveau de résidus dans la plante ou le produit végétal à transformer, des propriétés physico-chimiques de l'ingrédient actif ou de ses métabolites pertinents, enfin, de la possibilité que des produits de dégradation importants sur le plan toxicologique puissent se trouver dans le produit après transformation.

GÉNÉRALITÉS

4. Définitions :

- a) Le terme de « produits primaires transformés » désigne les produits – résultant de l'application de procédés physiques, chimiques ou biologiques ou d'une combinaison de ces procédés sur un « produit alimentaire primaire » - destinés à la vente directe au consommateur, à l'utilisation directe dans la fabrication d'un aliment ou à une nouvelle transformation. Les produits primaires transformés proviennent de la transformation mécanique ou chimique des produits agricoles bruts et ne sont pas à composants multiples (Codex).
- b) Les BPA critiques correspondent au traitement respectueux des bonnes pratiques agricoles pouvant conduire au niveau maximal acceptable de résidus de pesticides pour une combinaison culture/pesticide donnée.

5. Les résidus de pesticides à mesurer dans les études sur la transformation sont choisis en fonction de la définition des résidus tirés des travaux sur la nature des résidus présents dans la transformation et/ou dans le végétal ou le bétail. Les facteurs de transformation sont ensuite calculés en vue des évaluations ultérieures.

6. Les études sur la transformation doivent mesurer les métabolites et les produits de dégradation mentionnés dans la définition des résidus, ainsi que les produits de dégradation identifiés dans le document « [Nature des résidus de pesticides dans les produits transformés - Hydrolyse à haute température](#) » et jugés importants, sur la base du niveau identifié dans l'étude et de sa signification toxicologique.

7. Les études sur la transformation doivent simuler d'aussi près que possible les pratiques industrielles ou domestiques. Les produits agricoles bruts utilisés dans les études sur la transformation doivent contenir des résidus quantifiables (d'origine) traités sur le terrain, à des niveaux suffisants pour que les facteurs de concentration/dilution des différents produits consommés et des intermédiaires non consommés (par exemple, l'eau de cuisson) puissent être déterminés. Cela peut nécessiter un traitement de terrain à des taux d'application exagérément élevés ou d'autres mesures comme le raccourcissement du délai d'emploi avant récolte (s'il n'y a pas d'indication que la composition ou le comportement s'en trouveront altérés), de sorte à obtenir des niveaux de résidus suffisants pour les études sur la transformation. Les études sur la transformation utilisant des échantillons dopés ne sont pas acceptables.

8. Le facteur de transformation (P_f) provenant des résidus d'un seul et même composé dans le produit agricole brut est calculé de la manière suivante :

$$P_f = \frac{\text{Niveau de résidus dans le produit transformé}}{\text{Niveau de résidus dans le produit agricole brut ou le produit à transformer}}$$

9. Pour chaque site d'essai échantillonné, le niveau de résidus du produit transformé est comparé à celui du produit agricole brut. On calcule le facteur de transformation en faisant la moyenne des deux P_f obtenus sur deux sites d'essai indépendants. Ce facteur vaut pour la combinaison procédure/produit de base examinée dans l'étude de transformation. Si plus de deux essais de transformation sont menés, le facteur de transformation est la médiane des facteurs de chaque essai.

10. Si pour des raisons de mise en œuvre la définition des résidus n'est pas la même dans les produits transformés que dans le produit agricole brut, le facteur de transformation doit être calculé en tenant compte du poids moléculaire des différentes substances. Trois cas différents ont été étudiés pour le calcul et sont décrits dans le Document d'orientation de l'OCDE sur les résidus dans les produits transformés. (insérer un lien quand il sera disponible)

11. Le manuel de la FAO prévoit que « si les facteurs de transformation de deux essais sont inconciliables, c'est-à-dire différent d'un facteur 10, la moyenne est inappropriée car elle ne représenterait aucun des deux processus. Dans ce cas, il est préférable de choisir l'une des deux valeurs et de la considérer comme représentative. S'il n'y a pas de raison de choisir l'une plutôt que l'autre, c'est par défaut la valeur (prudente) la plus élevée qui doit être retenue. » En outre, dans de tels cas, les essais compris dans l'étude doivent être réexaminés avec soin pour déterminer si leurs résultats sont valides ou si deux procédures complètement différentes se sont trouvées comparées.

12. Lorsqu'il existe une grande différence entre les résultats de deux essais au sein d'une étude sur la transformation, il peut être nécessaire de procéder à un essai supplémentaire de la procédure. Il est connu que les résultats de deux essais de transformation varient toujours dans une certaine mesure. Une différence de 50 % constitue une estimation pratique de la variation maximale entre deux essais. Lorsque les facteurs de transformation résultant de deux essais de la même procédure de transformation diffèrent, pour les produits transformés, de plus de 50 %, il peut être nécessaire de réaliser un troisième essai pour obtenir un facteur de transformation cohérent. La différence de 50 % est calculée de la manière suivante :

$$\frac{Pf \text{ (valeur haute)} - Pf \text{ (valeur basse)}}{Pf \text{ (valeur haute)}} \geq 0.5$$

13. Avant d'organiser un troisième essai de la procédure de transformation, les essais existants doivent être examinés afin de déterminer quels facteurs influent sur le niveau de résidus dans le produit transformé et ainsi de choisir pour le troisième essai des conditions les plus défavorables réalistes.

14. D'importantes conclusions concernant le comportement de l'ingrédient actif et/ou de ses métabolites pendant la transformation peuvent être déduites des coefficients de partage *n*-octanol/eau, de la stabilité à l'hydrolyse, de la stabilité à la chaleur et du comportement de solubilité. Ainsi, quand le log P_{oe} est supérieur à trois, on peut considérer que le résidu sera probablement concentré dans les huiles ou dans les solides comme la farine, tandis qu'une forte solubilité dans l'eau indique que les résidus peuvent être attendus dans les jus. Par exemple, les facteurs de concentration potentiellement extrêmement élevés des essences d'agrumes ($P_f = 1000$) et de l'essence de menthe ($P_f = 330$) doivent être considérés.

15. Dans les processus où le passage du produit agricole brut au produit transformé nécessite une déshydratation, un simple calcul basé sur la perte d'eau suffit à dériver les facteurs de transformation génériques par défaut permettant d'évaluer le potentiel de dépassement de la LMR du produit agricole brut. Ces facteurs représentent le transfert de résidus maximum théorique vers le produit déshydraté et, dans la pratique, le transfert réel est souvent inférieur. Si ces facteurs peuvent servir à réaliser une évaluation préliminaire de l'exposition alimentaire, il ne relève pas des bonnes pratiques que d'établir les LMR des produits transformés sur la base des facteurs de déshydratation par défaut (pourcentage de matière sèche, noté % MS). Au lieu de ces facteurs par défaut, ce sont les études de transformation qui doivent servir aux fins de mise en œuvre et d'amélioration des évaluations de l'exposition alimentaire.

16. Dans les cas où le processus de transformation produit un composé approprié, les facteurs par défaut ne peuvent même pas servir à l'évaluation préliminaire de l'exposition alimentaire. Lorsque la

procédure génère un composé approprié (par exemple, si les dithiocarbamates produisent de l'éthylène thiourée suite à la déshydratation du produit agricole brut), une estimation du rendement du composé initial est nécessaire pour le métabolite/produit de dégradation (plutôt qu'un facteur de transformation distinct).

Cas dans lesquels une étude est ou n'est pas nécessaire

17. Le tableau 1 décrit deux catégories de procédures de transformation. La catégorie 1 comprend des procédures bien définies, généralement pratiquées à grande échelle industrielle pour des produits de base majeurs. La plupart des autorités réglementaires considèrent les études sur ces procédures comme essentielles. Un usage domestique correspondant peut également exister et être inclus dans l'usage industriel. La catégorie 2 mêle les procédures domestiques et les procédures industrielles. Les études de transformation de ce type, bien qu'encouragées, sont souvent considérées comme facultatives par les autorités réglementaires. Elles sont particulièrement utiles à l'amélioration des évaluations de l'exposition alimentaire.

18. Lorsque les concentrations de résidus sont inférieures à la limite de quantification (LQ) appropriée dans le produit agricole brut aux BAP critiques dans l'**ensemble** des essais de terrain supervisés, aucune étude sur la transformation n'est nécessaire pour les procédures relevant de la catégorie 2 du tableau 1. De même, aucune étude sur la transformation n'est nécessaire pour les procédures de la catégorie 1 du tableau dans les conditions qui viennent d'être citées, pourvu qu'en outre aucun potentiel significatif de concentration n'existe pour l'aliment transformé. Le potentiel de concentration est évalué sur la base de trois considérations :

- a) Les propriétés du pesticide – Elles permettent de prévoir si le pesticide (et ses métabolites, le cas échéant) se concentrera dans le produit transformé. Ainsi, un pesticide soluble dans l'eau (par ex. solubilité dans l'eau > 0.5 mg/l) ne devrait pas se concentrer dans l'huile transformée à partir d'un oléagineux, mais le même pesticide peut se concentrer dans du jus d'orange.
- b) Le facteur de concentration théorique – Il s'appuie sur les pourcentages relatifs (en masse) des fractions transformées obtenues à partir d'un produit de base donné.
- c) Facteur de concentration extrêmement élevé – L'attention accordée par les études sur la transformation aux produits de base ne présentant aucun résidu quantifiable lorsque la culture a été traitée selon les BPA critiques est particulièrement importante pour les produits de base dont les facteurs de concentration théorique sont extrêmement élevés. Parmi ces transformations figurent celles de la menthe à l'essence de menthe, de l'agrume à l'essence d'agrume et du maïs à l'huile de germes de maïs. Si les résidus présents dans l'écorce d'agrume sont inférieurs à la LQ après une application cinq fois plus élevée que le taux proposé, les données sur l'essence d'agrume ne sont pas requises.

19. Si les propriétés du pesticide (et/ou de ses métabolites le cas échéant) indiquent qu'il est susceptible de se concentrer dans une fraction transformée donnée, une étude sur la transformation peut être nécessaire. Le pesticide devra alors être appliqué à la culture à un taux exagéré, allant jusqu'à cinq fois le taux recommandé, pour chercher à obtenir des résidus quantifiables, sauf en cas de phytotoxicité. Ce produit de base, s'il contient des résidus quantifiables, sera transformé. S'il n'en contient pas, il ne sera pas nécessaire de procéder à une étude de transformation.

20. La nécessité de réaliser une étude de transformation pour les produits de base utilisés dans des procédures appartenant à la catégorie 1 du tableau 1 et ne présentant pas de résidu quantifiable aux conditions des BPA critiques peut varier en fonction des pouvoirs publics nationaux ou régionaux : le demandeur doit consulter l'autorité réglementaire compétente.

Types de procédures de transformation et extrapolation

21. S'agissant de la transformation, il existe par nature différents types de produits de base. Ces types de produits de base peuvent ou non correspondre globalement aux groupements de cultures des essais de terrain. Une justification plus complète des types d'extrapolation possibles suit ci-dessous.

22. Pour les produits de base appartenant au même type et subissant la même procédure de transformation, on suppose que les résultats portant sur un produit de base peuvent être extrapolés aux autres produits de même type, notamment à tous les produits similaires transformés par la même procédure. Par exemple, les résultats portant sur la transformation d'oranges en jus d'orange et en marc peuvent être extrapolés à la transformation d'autres agrumes.

23. On peut considérer qu'il existe deux types d'oléagineux : oléagineux à faible et à forte teneur en huile (respectivement environ 20 et 50 %). Des exemples de la teneur en huile des différents oléagineux sont donnés dans le Document d'orientation sur les résidus dans les produits transformés. La transposition du facteur de transformation d'un oléagineux contenant 50 % d'huile en facteur pour oléagineux en contenant 10 % pourrait théoriquement sous-estimer la concentration d'un facteur 5 pour ce dernier lors de la transformation de produits agricoles bruts issus de cultures (ou de produits agricoles bruts destinés à des utilisations post-récolte) traités avec des composés solubles dans la graisse. Néanmoins, l'extrapolation d'un oléagineux à faible teneur en huile à l'aide de données sur un oléagineux à forte teneur en huile serait acceptable, bien qu'elle puisse constituer une surestimation.

24. De plus, dans certains cas, il est proposé d'extrapoler les résultats d'une étude de transformation menée sur une culture à d'autres cultures appartenant au même groupe de cultures, lorsque le même type de procédure de transformation est utilisé. Comme dans l'exemple précédent, les résultats d'une étude de transformation portant sur l'élaboration de jus d'orange sont susceptibles d'être transposés à d'autres jus de fruits tropicaux. Dans ce type de cas, l'extrapolation aux autres produits transformés selon le même processus peut ou non s'effectuer. La possibilité de l'extrapolation doit être examinée avec soin et discutée avec les autorités réglementaires compétentes. Les extrapolations possibles sont indiquées dans le tableau 1.

25. Les cultures mentionnées dans la colonne 4 du tableau 1 ne sont que des exemples de cultures importantes pour les différentes procédures de transformation. Le choix de la culture/du produit agricole brut dépend du dispositif d'utilisation du pesticide, dans un certain nombre de pays de la gamme de cultures pour lesquelles l'homologation a été demandée, et de ses propriétés physico-chimiques, qui affectent son comportement de la manière décrite plus haut.

Tableau 1: Types de procédures de transformation et extrapolations recommandées sur la base de produits agricoles bruts typiques

Type ¹⁾	Procédure de transformation	Explications	Exemples de cultures/produits agricoles bruts typiques	Extrapolations	Procédure Domestique ou Industrielle ²⁾
<i>Catégorie 1 (Principales procédures industrielles)</i>					
II	Préparation de jus de fruits	Couvre également le marc ou la pulpe séchée (produits dérivés) destinés à l'alimentation animale	Oranges Pommes Raisin (voir également V)	Oranges → agrumes (jus, alimentation animale), fruits tropicaux (jus uniquement) Pommes → fruits à pépins, fruits à noyau (jus, alimentation animale) Raisin → petites baies (jus, alimentation animale)	D/I
V	Préparation de boissons alcoolisées	Fermentation Maltage Brassage Distillation	Raisin (vin) Riz Orge Houblons Autres céréales (blé, maïs, seigle) Canne à sucre	Raisin ³⁾ → tous produits agricoles bruts permettant de produire du vin sauf le riz Riz (bière, vin) → aucune extrapolation Orge ⁴⁾ → tous produits agricoles bruts permettant de produire de la bière (sauf le riz et les houblons) Orge → tous produits agricoles bruts permettant de produire du whisky	D/I
VII	Préparation de jus de légumes	Comprend la préparation de jus concentrés, notamment concentré et purée de tomates	Tomates Carottes	Tomates → tous légumes	D/I
X	Préparation d'huiles	Pressage ou extraction y compris tourteaux utilisés comme aliments pour animaux	Colza (canola) Olives Maïs	1) Extraction par solvant (broyage) : Olives → aucune extrapolation Graines de coton graines de soja → colza (canola) ↔ autres oléagineux 2) Pression à froid : Olives → aucune extrapolation graines de soja → colza (canola) ↔ autres oléagineux	I

Type ¹⁾	Procédure de transformation	Explications	Exemples de cultures/produits agricoles bruts typiques	Extrapolations	Procédure Domestique ou Industrielle ²⁾
				3)Mouture (humide et sèche) : Maïs → aucune extrapolation	
XI	Distribution de mouture	Y compris son et gluten utilisés comme aliments pour animaux. Autres fractions de céréales utilisées pour l'alimentation animale.	Blé Riz Maïs	Blé → toutes les céréales à paille à l'exception du riz (avoine, orge, triticale, seigle) Riz → riz sauvage Maïs (mouture sèche)→ sorgho	I
XIV	Production d'ensilage	Éléments importants de l'alimentation animale.	Betteraves Graminées prairiales / luzerne	Betteraves (pulpe)→ racines et tubercules Ensilage de graminées prairiales / luzerne → ensilage de toutes les plantes vertes	I
XII	Préparation de sucre	Mélasses et bagasse (pour l'alimentation animale) sont les seuls produits susceptibles de contenir des résidus concentrés. D'autres produits transformés, comme le sucre, doivent également être évalués.	Betteraves sucrières, canne à sucre, sorgho sucrier	Canne ↔ betterave (sucre raffiné uniquement)	I
<i>Catégorie 2 (Autres procédures industrielles ou procédures domestiques)</i>					
XIII	Infusions et extractions	Infusions, y compris thé vert et thé noir. Torréfaction et extraction (y compris café soluble)	Thé Cacao Café	Aucune extrapolation	D/I
III	Préparation de fruits en conserve		Conserves : Pommes/Poires Cerises/Pêches Ananas	Tous fruits mis en conserve avec leur peau → tous fruits en conserve	D/I
IV	Préparation d'autres produits fruitiers (procédures primaires uniquement)	Comprend la production de marmelade, confiture, gélee, sauce/purée ⁵⁾	Fruits à pépins Fruits à noyau Raisin Agrumes (orange)	N'importe quel fruit→ autres grands fruits	D/I
VI	Cuisson à l'eau de légumes, légumes secs et grains (y compris cuisson à la vapeur)		Carottes Haricots/pois (secs) Haricots/pois (succulents) Pommes de terre Épinards Riz [poli (blanc) ou décortiqué (brun)]	Épinards → légumes - feuille, légumes du genre Brassica (< 20 minutes) " Pommes de terre racines, tubercules, légumes bulbeux, légumes frais (> 20 minutes) Riz → tous grains	D
VIII	Préparation de légumes en conserve		Haricots communs (verts)	Haricots communs, maïs, pois ou épinards → tous	D/I

Type ¹⁾	Procédure de transformation	Explications	Exemples de cultures/produits agricoles bruts typiques	Extrapolations	Procédure Domestique ou Industrielle ²⁾
			ou mange-tout) Maïs (sucré) Pois (petits pois, succulents) Pommes de terre Épinards Betteraves (potagère, de table) Tomates Légumes secs (pois ou haricots)	légumes Pommes de terre patate douce	
IX, XVIII	Préparations diverses et autres produits légumineux	Friture Cuisson au four à micro-ondes Cuisson au four	Pommes de terre	Pommes de terre → tous légumes (cuisson au four à micro-ondes) Pommes de terre → tous légumes (friture et cuisson au four)	D/I
XV	Transformation de produits d'origine animale y compris de viandes et de poissons ⁶⁾	Barattage Ébullition/pochage Cuisson au four/fumage Friture Fermentation	Lait Œufs Viande Poisson	Aucune extrapolation	D/I
XVI	Déshydratation	Enlèvement de l'eau	Fruits (en part. raisin, prunes) Légumes Pommes de terre Graminées	Aucune extrapolation	I
XVII	Fermentation de graines de soja, de riz et autres (sauf boissons alcoolisées)	Fermentation	Chou Soja (graines de soja) Riz	Aucune extrapolation	D/I
XIX	Préparation de saumure	Saumurage ou salaison, la procédure visant à préserver les aliments par fermentation anaérobique dans une solution de sel	Concombre Chou	Concombres → tous légumes	D/I

- 1) La liste complète des types de procédures est disponible à l'annexe 1 du « Document d'orientation sur les résidus dans les produits transformés ».
- 2) Pour plus d'explications, reportez-vous au paragraphe 31.
- 3) Les études sur la transformation sont nécessaires pour le raisin à vin rouge et blanc.
- 4) Bien que la bière ne soit pas considérée comme un produit primaire transformé, puisqu'il s'agit d'un produit à composants multiples dont la transformation comporte plusieurs étapes, c'est un produit transformé important et les procédures à suivre pour sa préparation doivent être incluses dans la catégorie 1.
- 5) Les procédures de préparation de la marmelade, de la confiture et de la gelée ne sont pas considérées comme primaires, aussi ne nécessitent-elles pas d'étude sur la transformation ; dans la mesure où la quantité de sucre utilisée dans ces procédures est importante (30 à 60 % de sucre), tout calcul pour déterminer un facteur de transformation sans étude réelle doit se baser sur une teneur en fruit de 50 %

ou sur un facteur de transformation de 0.5 pour cette étape de la procédure (étape d'addition du sucre : résidu de fruit X 0.5 = résidu présent dans la marmelade).

- 6) Les études de transformation des produits agricoles bruts animaux ne sont requises qu'en cas d'utilisation vétérinaire (traitement direct des animaux).

26. La phase d'essais de l'étude sur la transformation doit respecter les lignes directrices régionales appropriées sur la conduite des essais de terrain. Une ligne directrice harmonisée de l'OCDE sur les essais de terrain est en cours d'élaboration et, une fois finalisée, servira de base au volet des études sur la transformation consacré aux essais de terrain. La phase analytique de l'étude sur la transformation devra respecter le « Document d'orientation de l'OCDE sur les méthodes d'analyse des résidus de pesticides ».

CONDUITE DES ÉTUDES

Conditions de l'essai

27. Des études sur la transformation représentatives des utilisations potentielles d'un pesticide donné sur les cultures servant à la préparation domestique ou industrielle d'aliments (à destination humaine ou animale) sont généralement nécessaires. Au moins deux essais indépendants, utilisant des échantillons de produit agricole brut de deux sites distincts, sont requis pour chaque procédure de transformation (domestique/industrielle). La même installation conforme aux bonnes pratiques de laboratoire peut être utilisée pour les deux essais.

28. Deux essais ne suffisent pas dans les situations où au moins deux grandes procédures commerciales différentes sont en usage pour un produit donné. Par exemple, deux essais indépendants ne suffisent pas pour l'élaboration du vin, la mouture du maïs et la production d'huile. La préparation du vin blanc diffère de celle du vin rouge dans la mesure où la transformation du vin rouge comprend un traitement thermique et l'inclusion des pellicules. Ainsi conviendra-t-il de mener au moins deux essais sur la préparation du vin blanc et deux sur celle du vin rouge. La mouture du maïs repose sur deux procédures complètement différentes, la mouture sèche et la mouture humide. Dans ce cas également, il conviendra de mener au moins deux essais sur la mouture sèche et deux sur la mouture humide. En ce qui concerne la production d'huile, si l'extraction par solvant et la pression à froid sont toutes deux utilisées pour la culture considérée, au moins deux essais pour chacune des procédures sont requis.

Substance d'essai

29. Les échantillons de produits agricoles bruts utilisés dans les études sur la transformation doivent contenir des résidus quantifiables – (\geq LQ), atteignant de préférence au moins 0.1 mg/kg ou 10 fois la LQ – de manière à ce que les facteurs de transformation puissent être déterminés pour les différents produits transformés. Seuls les produits agricoles bruts contenant des résidus d'origine devront être utilisés pour la transformation.

30. Les résidus présents dans l'échantillon doivent être analysés avant la transformation et le résultat de cette analyse doit être noté. Au moins deux échantillons identiques du produit agricole brut devront être analysés. Le poids réel des échantillons à transformer doit être consigné.

Technologie de transformation

31. L'utilisation de la technologie retenue lors des études de transformation doit se dérouler dans des conditions aussi proches que possible des conditions réelles normales. C'est pourquoi il convient de distinguer entre procédures industrielles et procédures domestiques. Ainsi, les produits transformés préparés de manière domestique (par exemple des légumes cuits) doivent être produits à l'aide de

l'équipement et des techniques de préparation normalement utilisés à la maison. En revanche, les produits transformés fabriqués industriellement (par ex. fractions de céréales, fruits en conserves et bocaux, jus de fruit, sucre, huiles) doivent être fabriqués au moyen d'une technologie commercialement représentative, y compris en ce qui concerne les étapes de nettoyage, même lorsqu'il existe une procédure domestique correspondante. Un organigramme et/ou une POS décrivant le processus principal sont fortement recommandés tant pour les transformations industrielles que pour les transformations domestiques.

Produits à couvrir

32. Pour chaque culture contenant des résidus et faisant l'objet d'une procédure de transformation, un ensemble d'études sur la transformation devrait en principe être mené. Il doit être possible d'extrapoler le facteur de transformation d'un pesticide donné à toutes les cultures du groupe en question subissant la même procédure. Cette possibilité doit être examinée avec soin et discutée avec les autorités réglementaires compétentes (voir tableau 1). L'objectif du Document d'orientation sur les résidus dans les produits transformés est de fournir aux utilisateurs une liste d'informations sur les produits transformés importants pour le calcul de l'exposition alimentaire humaine et animale. C'est pourquoi il intègre les produits compris dans le tableau de l'OCDE sur les aliments pour animaux, ainsi que les principaux produits transformés utilisés dans l'alimentation humaine. Néanmoins, il ne s'agit pas ici de fournir une liste exhaustive de l'ensemble des produits transformés issus de toutes les cultures et dans toutes les circonstances.

Prélèvement des échantillons

33. Des informations détaillées sur les types d'échantillons transformés à analyser figurent à l'annexe 1 du « Document d'orientation sur les résidus dans les produits transformés ». Les échantillons de produits agricoles bruts à analyser doivent être prélevés de l'échantillon global immédiatement avant la transformation et entreposés au congélateur avant analyse. Des échantillons doivent être prélevés à la fin de la procédure de transformation et, s'il y a lieu, entreposés au congélateur dans des récipients scellés inertes. Si des échantillons intermédiaires sont nécessaires pour les facteurs de transformation, ils doivent être prélevés à des moments appropriés du processus et également entreposés au congélateur. Certains échantillons non homogènes, comme dans la transformation vinicole, se prêtent à un nouveau prélèvement d'échantillons afin de garantir une valeur représentative des résidus. Un nouveau prélèvement et plusieurs analyses sont souvent conseillés. Le poids total de chaque fraction transformée doit être spécifié.

Analyse des échantillons

34. La méthode analytique, y compris les protocoles d'extraction et de nettoyage des échantillons, doit être décrite en détail ou faire l'objet d'une référence, et doit être conforme au « Document d'orientation sur les méthodes d'analyse des résidus de pesticides ». Les échantillons dopés doivent être analysés parallèlement à ceux de l'étude sur la transformation pour valider la méthode. La validation de la méthode analytique doit viser une limite de quantification appropriée par rapport à la toxicité des composants de la définition du résidu et à la nécessité de données en vue d'une évaluation de l'exposition par l'alimentation.

Stabilité durant l'entreposage

35. En cas d'utilisation avant récolte, les échantillons doivent être transformés dès que possible après la récolte de manière à préserver l'intégrité des produits agricoles bruts. En cas d'utilisation après récolte (avec les graines de céréale par exemple), la transformation doit avoir lieu après un intervalle simulant les durées d'entreposage commercial, à savoir 3 à 6 mois après traitement, pour permettre aux résidus de « vieillir », ce qui est susceptible d'influencer le profil des résidus dans les produits transformés. Comme le souligne la ligne directrice de l'OCDE intitulée « [Stabilité des résidus de pesticides dans les produits](#)

entreposés », si l'observation des cinq catégories de produit (y compris, s'il y a lieu, de matrices animales) lors de l'étude de stabilité durant l'entreposage des produits agricoles bruts ne révèle aucune baisse des résidus, des données spécifiques sur la stabilité des résidus au congélateur pour les aliments transformés ne seront pas nécessaires. Cependant, si une instabilité est observée après une certaine durée d'entreposage, le demandeur devra s'assurer que chaque produit (produit agricole brut, tissu animal ou produit transformé) est analysé pendant la période de stabilité. Concernant les échantillons non analysés dans l'intervalle d'entreposage approuvé pour le produit agricole brut en question, il convient de fournir des données sur la stabilité à l'entreposage pour prouver l'absence de toute dégradation notable des composants de la définition du résidu entre le prélèvement et l'analyse des échantillons.

CONSIDÉRATIONS SUR LE RAPPORT DES RÉSULTATS

36. Les éléments suivants doivent être pris en compte lors de la conception, de la conduite et du rapport de l'étude :

Résumé/Introduction

- Procédures communes de transformation employées et justification de leur choix.
- Protocole expérimental général employé, en particulier discussion, s'il y a lieu, des problèmes expérimentaux inhabituels rencontrés, des tentatives visant à résoudre ces problèmes qui ont conduit à s'écarter du protocole d'essai envisagé et des effets, le cas échéant, de ces écarts sur les résultats de l'étude.
- Résumé des résultats essentiels : présence de résidus dans différents produits transformés, facteurs de transformation, accumulation préférentielle dans certains produits transformés, nature des résidus présents en quantités les plus élevées.
- Évaluation de ces résultats.
- Toutes les anomalies de l'étude, évaluation de leur importance par rapport à l'objectif visé.

Objectif

Description détaillée des objectifs de l'étude, notamment des questions à résoudre dans l'étude.

Substance d'essai

Le produit (ou la formulation) pesticide de protection de la plante doit être identifié par les caractéristiques suivantes :

- Type de formulation ;
- contenu du ou des ingrédients actifs ;
- source et pureté.

L'ingrédient actif pesticide et/ou les métabolites qui sont utilisés dans l'étude sur la transformation doivent être identifiés par les caractéristiques suivantes :

- nom chimique (IUPAC) ;
- nom commun (ANSI, BSI, ISO) (s'ils existent) ;
- noms et numéros CAS (Chemical Abstracts Service) ;

- détails sur la source et la pureté de chaque composé lorsque des échantillons dopés sont préparés pour valider la méthode d'analyse et/ou étudier la stabilité du stockage, s'il y a lieu ;
- la ou les structures chimiques de l'ingrédient actif et des métabolites qui constituent les résidus doivent être fournies, et un renvoi pour chaque nom utilisé dans le développement ou l'expérimentation doit être proposé dans un document de synthèse ou une annexe de l'étude. Les certificats d'analyse décrivant la pureté et l'identité des étalons utilisés dans le processus d'identification seront également joints, s'ils sont disponibles.

Processus/site d'essai

- Description des installations utilisées dans l'essai, en indiquant leur emplacement
- Justification de la procédure – domestique ou industrielle – utilisée

Produits agricoles bruts destinés à la transformation

- Historique des produits agricoles bruts et de l'utilisation du pesticide avant l'étude, soit en citant l'intégralité de l'étude des résidus, soit en décrivant cette étude
- Noms de produits du Codex ou équivalents du Codex les plus proches de la description des produits utilisés
- Prélèvement des échantillons : poids des échantillons
- Préparation des produits agricoles bruts avant leur transformation, y compris durée et conditions d'entreposage (s'il y a lieu, conditions de transport)

Transformation

- Description détaillée de la procédure accompagnée, si possible, d'un schéma
- Prélèvement des échantillons : poids des fractions transformées
- Description des prélèvements et état du produit échantillonné

Méthode analytique

- Description détaillée des méthodes ou références pour les méthodes déjà soumises, y compris les données de validation, de récupération et de limite de quantification de la méthode. La préparation et la manipulation de l'échantillon dans toutes les étapes de la méthode doivent être décrites en détail. Des méthodes concernant les métabolites sont parfois également nécessaires. Parallèlement aux analyses de résidus, il convient de recueillir des données sur la récupération afin de valider la méthode et de déterminer sa limite de quantification. La description du modèle expérimental de toute étude de validation disponible doit être jointe, et elle comportera :
 - (i) l'identité des composés d'essai et de la plante ou du produit représentatifs testés ;
 - (ii) la concentration des chargements,
 - (iii) le nombre de répétitions par composé d'essai par concentration.

- Les dates de chargement des échantillons, d'extraction et d'analyse des extraits sont indiquées. Si les extraits ne sont pas analysés le jour de la préparation, les conditions d'entreposage doivent être décrites.
- Les données brutes telles que le poids des échantillons, les volumes finaux des extraits et les surfaces et hauteurs de pic relatives aux échantillons témoins, dopés (y compris, s'il y a lieu, ceux destinés à l'obtention de données de stabilité durant l'entreposage) et traités, qui permettront de confirmer les valeurs et les récupérations de résidus enregistrés, seront communiquées.
- Il faut identifier les instruments, en particulier l'équipement et les réactifs utilisés et les conditions de fonctionnement des instruments. Un diagramme de procédé doit être soumis pour les protocoles d'extraction et de purification complexes.
- Il faut adjoindre des copies des chromatogrammes représentatifs pour les échantillons témoins, dopés et traités, assortis de quelques exemples de calculs de concentrations de résidus et de pourcentages de récupération à partir des données brutes. Des exemples de courbes d'étalonnage basées sur les étalons analytiques doivent également être proposés.

Résultats et discussion

Ce chapitre rassemble les résultats scientifiques de l'étude et analyse leur pertinence relativement aux utilisations proposées du produit phytosanitaire.

- Description rédigée et sous forme de tableaux des étapes mises en œuvre pour déterminer les résidus de pesticide dans les échantillons à différents stades de la procédure. Les tableaux des valeurs réelles ayant servi à tracer les graphes doivent être joints à toutes les représentations graphiques des données, y compris, pour chaque prélèvement et s'il y a lieu, les poids totaux des produits transformés.
- Tableau des structures et des noms chimiques ou désignations du composé initial et des métabolites.
- Concentration des résidus (sans correction par rapport à la récupération) pour chaque produit analysé lors de la procédure (notamment les échantillons témoins (non traités)). Des valeurs individuelles doivent caractériser chaque échantillon (et non de simples moyennes ou intervalles). La mesure séparée du pesticide et des métabolites impliquera l'indication des résidus dans chaque analyte. Les pourcentages de récupération (toutes les valeurs et non simplement les moyennes ou les intervalles) du pesticide et/ou des métabolites doivent être présentés pour toutes les matrices végétales.
- Les dates de collecte, de congélation, de décongélation et d'analyse des échantillons sont demandées. La durée et la température d'entreposage de ces échantillons doivent être précisées. Il est possible de renvoyer aux données de stabilité durant l'entreposage issues d'autres études et qui définissent le comportement des résidus en fonction du temps dans le produit concerné. Tout échantillon qui n'est pas analysé dans l'intervalle d'entreposage approuvé pour le produit agricole brut en question doit être accompagné de données démontrant que l'entreposage n'a pas affecté les résultats de l'étude.
- Discussion sur la cohérence des résultats indiqués par les données avec l'étude sur la nature des résidus dans les produits transformés (hydrolyse à haute température) si des produits de dégradation de cette étude ont été compris dans la phase analytique de l'étude sur la transformation.

- Description des facteurs de transformation accompagnée d'un exemple de calcul utilisant des valeurs de résidus non arrondies.
- Description des divergences par rapport au protocole d'essai prévu et de leurs effets sur les résultats.

Conclusion

Il est indispensable de dégager une conclusion sur l'éventualité d'obtenir des résidus quantifiables après utilisation du pesticide aux doses saisonnières maximales et aux dates d'application prévues. L'observation de quantités de résidus supérieures aux limites de quantification dans les matrices transformées doit faire l'objet d'un résumé, de préférence sous forme de tableau. La discussion mentionnera l'importance de l'absorption des résidus dans les produits transformés et le mode de répartition de l'ingrédient actif et des métabolites/produits de dégradation, en particulier dans quels produits transformés et en quelles quantités des résidus quantifiables peuvent être escomptés. La comparaison des facteurs de transformation devra également être discutée si deux ou plusieurs essais sont menés au cours d'une même étude et décrits dans un rapport final.

Tableaux/Figures

- Tableaux (par exemple) :
 - (i) Nom, structure, pureté de tous les étalons et métabolites de référence utilisés dans l'étude.
 - (ii) Répartition et importance du composé initial et des métabolites dans les divers produits transformés.
 - (iii) Temps de rétention en CLHP/GC et valeurs de R_f en CCM de l'ingrédient actif, des métabolites et des composés apparentés dans différentes conditions de colonne ou de solvant (élution).
- Figures (par exemple) :
 - (i) Discussion ou diagramme décrivant l'emplacement et la superficie du site de transformation.
 - (ii) Stratégies ou schémas généraux d'extraction et de fractionnement appliqués à chaque matrice d'échantillon analysée.
 - (iii) Répartition des résidus dans les produits transformés.
 - (iv) Diagrammes ou schémas de toute la procédure.

Références

Annexes

- Chromatogrammes, spectres représentatifs, etc. (le cas échéant).
- Tirés à part, cités ou de référence, de documents publiés ou non publiés, rapports d'entreprises, lettres, méthodes d'analyses, etc., employés par les demandeurs (sous réserve que ces documents ne figurent pas ailleurs dans le dossier de données, auquel cas un renvoi suffira).

- Autres. Tout matériel pertinent qui n'entre dans aucune des autres sections de ce rapport doit être annexé.

Rapport d'étude

37. Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes :

- Identification de l'ingrédient actif du pesticide d'essai, en particulier nom chimique, nom courant (American National Standards Institute (ANSI), British Standards Institution (BSI), ou International Standards Organization (ISO) ; nom utilisé par la compagnie pour le développement ou l'expérimentation ; et nom et numéro Chemical Abstracts Service (CAS) et nom chimique IUPAC.
- Justification du choix de la procédure de transformation domestique ou industrielle utilisée.
- Arguments légitimant le choix de la culture ou du produit à transformer.
- Description des installations utilisées dans l'essai.
- Concentration de résidus dans la culture ou le produit à transformer.
- Produits transformés échantillonnés pendant toute la procédure et justification de leur choix.
- Description des procédures de transformation utilisées.
- Dates de prélèvement des échantillons (pour les procédures à longue échéance comme la production vinicole en jours) pour les échantillons transformés ; description des échantillons et nombre d'échantillons et de répétitions.
- Argumentation du choix des analytes déterminés dans l'étude en tenant compte des résultats de l'étude sur la nature des résidus dans les produits transformés (hydrolyse à haute température) et/ou des études sur le végétal ou le bétail.
- Détails précis sur les méthodes analytiques, en particulier sur les instruments, l'équipement et les réactifs utilisés ainsi que sur les conditions de fonctionnement des instruments.
- Description de la préparation et de la manipulation des échantillons sur l'ensemble de la méthode. Des diagrammes des protocoles d'extraction et de purification doivent être joints pour les méthodes complexes.
- Données analytiques caractérisant les composants de la définition des résidus dans chaque produit transformé. Données brutes telles que poids des échantillons, volumes finaux des extraits et surfaces et hauteurs de pic relatives aux échantillons témoins, dopés (y compris ceux destinés à l'obtention de données de stabilité durant l'entreposage) et traités, qui permettront de confirmer les valeurs et les récupérations de résidus enregistrés.
- Réponses analytiques des étalons (courbes d'étalonnage).
- Données de validation de la méthode, données de récupération et de limite de quantification de la méthode.

- Copies des chromatogrammes représentatifs pour les échantillons témoins, dopés et traités de chaque produit échantillonné.
- Dates de chargement des échantillons, d'extraction et d'analyse des extraits. Si les extraits ne sont pas analysés le jour de la préparation, les conditions d'entreposage doivent être décrites.
- Données de stabilité en congélation (le cas échéant).
- Résumé des données sur les résidus (tous les analytes) dans les produits transformés.
- Discussion sur l'importance des résidus présents dans les produits transformés et mode de répartition de l'ingrédient actif, notamment dans quels produits transformés et en quelles quantités des résidus quantifiables peuvent être escomptés.
- Conclusion sur l'éventualité d'obtenir des résidus quantifiables après utilisation du pesticide aux doses saisonnières maximales et aux dates d'application prévues. L'observation de quantités de résidus supérieures aux limites de quantification dans les matrices transformées doit faire l'objet d'un résumé, de préférence sous la forme d'un tableau présentant les facteurs de transformation.

LITTÉRATURE

The following documents provide additional guidance on conducting studies on the magnitude of residues in processed commodities.

- (1) OCDE (2008). Guidance Document for Residues in Processed Commodities, Health and Safety Publications. En préparation.
- (2) Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture (2002) Submission and Evaluation of Pesticide Residues Data for the Estimation of Maximum Residue Levels in Food and Feed, Rome.
- (3) Division de la production végétale et de la protection des plantes de la FAO, Report 2004 (Paper 178): Pesticide Residues in Food, Rome, Italy 2004.
- (4) Division de la production végétale et de la protection des plantes de la FAO, Report 2005 (Paper 183): Pesticide Residues in Food, Rome, Italy 2005.
- (5) OCDE (2007). Ligne directrice des essais de produits chimiques de l'OCDE. [Nature des résidus de pesticides dans les produits transformés Hydrolyse à haute température n°507](#), OCDE, Paris 2007.
- (6) OCDE (2007). Guidance Document on Pesticide Residue Analytical Methods. Environment, Health and Safety Publications. Series on Testing and Assessment No. 72 and Series on Pesticides No. 39, OCDE, Paris 2007.
- (7) United States Environmental Protection Agency (1996). OPPTS Test Guidelines, Series 860: Residue Chemistry Test Guidelines, OPPTS 860.1520 Processed Food/Feed, EPA Report 712-C-96-184, Washington, D.C. <http://www.epa.gov/pesticides/science/guidelines.htm>.

- (8) Agence de la réglementation de la lutte antiparasitaire (1998). Dir98-02 Directive d'homologation, Lignes directrices sur les résidus chimiques. Section 10 Aliments transformés destinés à la consommation humaine ou animale.
- (9) Australian Pesticides and Veterinary Medicines Authority. Residue Guidelines, Guideline No. 7 Processing Studies. <http://www.apvma.gov.au/guidelines/rgl7.shtml>
- (10) Communautés européennes (1997). Guidelines for the generation of data concerning residues as provided in Annex II part A, section 6 and Annex III, part A, section 8 of Directive 91/414/EEC concerning the placing of plant protection products on the market: Appendix E - Processing studies, (Doc. 7035/VI/95 rev. 5), 22 July 1997.
http://europa.eu.int/comm/food/plant/protection/resources/publications_en.htm
- (11) P. T. Holland, D. Hamilton, B. Ohlin and M. W. Skidmore, 1994. Effects of Storage and processing on Pesticide Residues (Technical Report). Pure & Appl. Chem., Vol. 66, No. 2, pp. 335-356, 1994.
- (12) OCDE (2006). Guidance Document on Overview of Residue Chemistry Studies. Environment, Health and Safety Publications, series on Testing and Assessment No. 64 and Series on Pesticides No. 32, OECD, Paris 2006.
- (13) OCDE (2006). Guidance Document on Definition of the Residue . Environment, Health and Safety Publications, series on Testing and Assessment No. 63 and Series on Pesticides No. 31, OCDE, Paris 2006.
- (14) OCDE (2007). Lignes directrices des essais de produits chimiques de l'OCDE – [Stabilité des résidus de pesticides dans les produits entreposés n° 506](#), OCDE, Paris 2007.
- (15) OCDE (2007) Lignes directrices des essais de produits chimiques de l'OCDE – [Métabolisme dans les plantes cultivées n° 501](#), OCDE, Paris 2007.
- (16) OCDE (2007) Lignes directrices des essais de produits chimiques de l'OCDE – [Métabolisme dans les animaux d'élevage n° 503](#), OCDE, Paris 2007.