



Orientations concernant l'établissement de limites maximales de résidus de pesticides (LMR) à la lumière de données d'essais sur le terrain

Le présent document de consultation fournit des orientations sur l'établissement de limites maximales de résidus (LMR) de pesticides dans les produits végétaux à la lumière de données sur les résidus découlant d'essais sur le terrain. Aux États-Unis, les LMR sont appelées « tolérances ». Ces directives sont le fruit des efforts du Groupe de travail de l'ALENA sur l'harmonisation des LMR, qui a pour mandat de formuler une méthodologie d'établissement de LMR appuyée par des données scientifiques et fondée sur une approche statistique. Un des objectifs de l'harmonisation du processus d'établissement de LMR est de réduire les obstacles au commerce. Toutefois, cette harmonisation repose sur l'hypothèse selon laquelle les différents organismes de réglementation chargés d'établir ces LMR disposent des mêmes ensembles de données pour le faire. Ainsi, l'harmonisation devrait promouvoir l'échange de données d'essais sur le terrain par ces organismes.

La première section du document décrit le contexte dans lequel le groupe de travail a été créé et présente les bases statistiques sur lesquelles repose la méthodologie proposée par le groupe de travail. La deuxième section présente une description de l'algorithme de décision à utiliser pour l'établissement de LMR appropriées fondé sur une approche statistique. La troisième section présente des procédures normales d'exploitation (PNE) d'un tableur Excel[®] qui intègre les calculs statistiques et l'algorithme de décision. Le tableur est disponible au www.pmra-arla.gc.ca/english/pdf/mrl/method_calc.xls. La quatrième section porte sur des sujets complémentaires, dont l'arrondissement. Une annexe est également fournie à titre d'exemple de calcul d'une LMR à l'aide du tableur.

Veillez faire parvenir vos commentaires à la section des publications, à l'adresse suivante, dans les 45 jours suivant la diffusion de ce document.

(also available in English)

Le 28 septembre 2005

Ce document est publié par la Division des nouvelles stratégies et des affaires réglementaires, Agence de réglementation de la lutte antiparasitaire. Pour de plus amples renseignements, veuillez communiquer avec :

Publications
Agence de réglementation de la lutte antiparasitaire
Santé Canada
I.A. 6605C
2720, promenade Riverside
Ottawa (Ontario) K1A 0K9

Internet : pmra_publications@hc-sc.gc.ca
www.pmra-arla.gc.ca
Service de renseignements :
1 800 267-6315 ou (613) 736-3799
Télécopieur : (613) 736-3798



ISBN : 0-662-70276-X (0-662-70277-8)

Numéro de catalogue : H113-8/2005-4F (H113-8/2005-4F-PDF)

© Sa Majesté la Reine du chef du Canada, représentée par le Ministre des Travaux publics et Services gouvernementaux Canada 2005

Tous droits réservés. Il est interdit de reproduire ou de transmettre l'information (ou le contenu de la publication ou produit), sous quelque forme ou par quelque moyen que ce soit, enregistrement sur support magnétique, reproduction électronique, mécanique, ou par photocopie, ou autre, ou de l'emmagasiner dans un système de recouvrement, sans l'autorisation écrite préalable du Ministre des Travaux publics et Services gouvernementaux Canada, Ottawa, Ontario K1A 0S5.

**Document d'orientation de l'ALENA pour effectuer les
études de la dissipation en milieu terrestre au champ**

**United States Environmental Protection Agency
Office of Pesticide Programs**

et

**Santé Canada
Agence de réglementation de la lutte antiparasitaire**

Résumé

Le présent document fournit des orientations sur l'établissement de limites maximales de résidus (LMR)¹ de pesticides dans les produits végétaux à la lumière de données sur les résidus découlant d'essais sur le terrain. Ces directives sont le fruit des efforts du Groupe de travail de l'ALENA sur l'harmonisation des LMR, qui a pour mandat de formuler une méthodologie d'établissement de LMR appuyée par des données scientifiques et fondée sur une approche statistique. Un des objectifs de l'harmonisation du processus d'établissement de LMR est de réduire les obstacles au commerce. Toutefois, cette harmonisation repose sur l'hypothèse selon laquelle les différents organismes de réglementation chargés d'établir ces LMR disposent des mêmes ensembles de données pour le faire. Ainsi, l'harmonisation devrait promouvoir l'échange de données d'essais sur le terrain par ces organismes. La première section du présent document décrit le contexte dans lequel le groupe de travail a été créé et présente les bases statistiques sur lesquelles repose la méthodologie proposée par le groupe de travail. La deuxième section présente une description de l'algorithme de décision à utiliser pour l'établissement de LMR appropriées fondé sur une approche statistique. La troisième section présente des procédures normales d'exploitation (PNE) d'un tableur Excel[®] qui intègre les calculs statistiques et l'algorithme de décision. La quatrième section porte sur des sujets complémentaires, dont l'arrondissement. Une annexe est également fournie à titre d'exemple de calcul d'une LMR à l'aide du tableur.

¹ Aux États-Unis, les LMR sont appelées « tolérances ».

Table des matières

I.	Introduction et contexte	1
A.	Motif de l'harmonisation	1
B.	Fondements statistiques	2
II.	Organigramme/algorithme de décision	5
III.	Utilisation du tableur de calcul de LMR	9
A.	Vérification et ajustement des données	9
B.	Saisie des données dans le tableur	9
C.	Teneurs en résidus inférieures à la LD et/ou la LQ	17
D.	Évaluation de l'hypothèse de lognormalité	18
E.	Considération de la taille de l'échantillon	21
F.	Choix de la bonne LMR	21
IV.	Établissement des LMR	23
	Liste des abréviations	25
Annexe I	Exemple de calcul	27
A.	Vérification et ajustement des données	27
B.	Saisie des données dans le tableur	27
C.	Teneurs en résidus inférieures à la LD et/ou à la LQ	29
D.	Évaluation de l'hypothèse de lognormalité	30
E.	Considération de la taille de l'échantillon	31
F.	Choix de la bonne LMR	31
G.	Établissement des LMR	33

I. Introduction et contexte

A. Motif de l'harmonisation

Le présent document fournit des directives et procédures normales d'exploitation (PNE) pour l'établissement de LMR fondé sur des données d'essais sur le terrain. Ces directives et PNE sont le fruit des efforts du Groupe de travail de l'ALENA sur l'harmonisation des LMR, dont le mandat est de formuler une méthodologie fondée sur des données scientifiques et une approche statistique de détermination des LMR, les limites maximales acceptables de résidus de pesticides dans les cultures vivrières ou fourragères. Le but ultime du projet d'harmonisation des LMR était de proposer une méthodologie normalisée que pourraient utiliser les États-Unis et le Canada dans le cadre de leur programme d'examen conjoint afin de faire en sorte que les mêmes ensembles de données ou des ensembles similaires se traduisent par les mêmes recommandations concernant les LMR. Cette harmonisation devrait permettre une réduction considérable des obstacles au commerce et promouvoir l'échange de données d'essais sur le terrain par les différents organismes de réglementation gouvernementaux concernés. Bien que ce groupe de travail soit officiellement considéré comme ayant été établi dans le cadre d'un projet de l'ALENA, des observateurs de l'Union européenne (UE), de la Commission européenne (CE) et du California Department of Pesticide Regulation (DPR) ont également participé de façon constructive aux réunions et discussions. Le groupe de travail reconnaît que toute procédure proposée tiendra lieu d'orientation pour l'établissement de LMR, et non de règle incontournable.

La méthode actuelle d'établissement de LMR est fondée sur la détermination de la teneur en résidus la plus élevée d'un ensemble de données d'essais sur le terrain, valeur qui est ensuite « arrondie ». Il n'existe guère d'orientation sur l'écart acceptable entre la LMR et la teneur la plus élevée observée dans le cadre d'essais sur le terrain. Différents examinateurs et différents organismes ou gouvernements peuvent avoir des opinions divergentes concernant les LMR. Toutefois, on s'entend généralement sur le fait que l'établissement de LMR devrait reposer sur la quête d'un équilibre entre la probabilité d'une saisie non justifiée d'une récolte traitée de façon légale et celle de l'incapacité de déceler avec un degré de certitude raisonnable l'utilisation illégale de pesticides. C'est pourquoi le groupe de travail a très tôt convenu que toute méthodologie proposée doit reconnaître cette quête d'équilibre implicite à l'établissement de LMR. Un équilibre doit être trouvé entre l'établissement de LMR suffisamment élevées pour éviter la saisie de récoltes traitées de façon légale, mais suffisamment faibles pour permettre la détection de résidus découlant d'une utilisation illégale. De plus, le groupe de travail sur l'harmonisation a décidé que toute méthodologie doit être d'usage raisonnablement simple pour des non-statisticiens (c.-à.-d. ne nécessitant qu'une calculatrice ou un tableur), être acceptée par une portion raisonnablement importante des utilisateurs éventuels et, dans la mesure du possible, reposer sur des principes et des méthodes statistiques reconnus.

B. Fondements statistiques

Les méthodes actuelles d'établissement de LMR (par « arrondissement ») peuvent se traduire par des valeurs proposées très différentes selon la taille de l'échantillon et le jugement et les partis pris des examinateurs ou des organismes de réglementation concernés. La méthodologie employée actuellement ne repose pas sur des bases statistiques solides et ses résultats dépendent trop du nombre d'essais sur le terrain pris en compte. Plus précisément, la valeur maximale peut varier énormément d'un ensemble de données à un autre et devrait augmenter proportionnellement à la taille de l'échantillon. Il s'ensuit que des teneurs en résidus découlant de la même distribution d'origine (c.-à-d. mêmes forme, moyenne et écart-type) peuvent se traduire par des LMR très différentes en termes de magnitude et de centile nominal prévu, selon le nombre d'essais sur le terrain considéré; plus le nombre d'essais/d'échantillons est faible, plus la LMR et le centile nominal auquel cette dernière est établie seront faibles².

Il n'existe *a priori* aucune raison intrinsèquement valable justifiant l'établissement d'une LMR pour un produit caractérisé par un nombre généralement moindre d'essais sur le terrain (p. ex. les cultures sur surfaces réduites) à un centile nominal moindre que celui auquel est établie la LMR pour un produit caractérisé par un plus grand nombre requis d'essais sur le terrain (c.-à-d. les cultures dominantes). Idéalement, pour être plus facilement justifiable sur le plan statistique, la LMR devrait toujours être établie au même centile nominal de la distribution prévue de la population, peu importe le nombre d'essais sur le terrain. Cette méthode reposant sur le centile se traduirait par une réduction significative de l'influence du nombre d'échantillons sur les LMR, qui montreraient une variation beaucoup moindre d'un échantillon à l'autre comparativement aux estimations reposant sur la valeur observée la plus élevée (c.-à-d. la méthode actuelle d'établissement de LMR).

Toute procédure de détermination des LMR devrait tenir compte du nombre d'essais sur le terrain présentés afin de faire en sorte, avec suffisamment de certitude, que l'application de façon légale d'un pesticide donné ne se traduira pas par des teneurs en résidus qui excèdent la LMR. Plus le nombre d'essais sur le terrain est grand, plus la probabilité est élevée qu'une valeur de centile nominal donnée englobe adéquatement les applications légales de pesticides. Ainsi, les LMR devraient être établies, en partie du moins, en fonction de la limite de confiance supérieure (LCS) d'un centile nominal. Cette façon de faire tient compte explicitement d'un aspect de la quête d'équilibre qui constitue une partie intrinsèque de l'établissement de la LMR, à savoir qu'elle permet de faire en sorte que la LMR est établie à une valeur suffisamment élevée pour exclure toute possibilité raisonnable que des résidus de pesticides appliqués de façon légale excèdent la valeur établie. Par exemple, si une LMR est établie à 95 % de la LCS du 95^e centile, le

² Pour vérifier cette conclusion, le groupe de travail a comparé des échantillons aléatoires de différentes tailles tirés de la même distribution lognormale (c.-à-d. une distribution lognormale caractérisée par la même moyenne et le même écart-type). Le groupe a observé que, en général, la valeur maximum augmente de concert avec la taille de l'échantillon.

degré de confiance est de 95 % en ce qui concerne la possibilité que la LMR établie excède au moins 95 % des teneurs en résidus d'un pesticide appliqué au taux d'application maximum sur une culture récoltée après le délai d'attente avant récolte (DAAR) minimum indiqué dans le mode d'emploi figurant sur l'étiquette.

Il existe toutefois un revers à cette médaille de la quête d'équilibre. Il s'agit en effet de ne pas établir des LMR si élevées que la probabilité de détecter une utilisation inadéquate devient très faible. Pour atteindre un tel équilibre, il faut éviter de fixer la LMR à un niveau qui excède de beaucoup un centile nominal (supérieur) donné de la distribution, et ce, peu importe la LCS du centile inférieur. Par exemple, il pourrait être souhaitable d'éviter de fixer une LMR à des valeurs supérieures au 99^e centile prévu d'une distribution de valeurs de résidus. Les deux pendants de cette quête d'équilibre peuvent être combinés pour permettre l'établissement de « critères doubles » qui, combinés, satisfont à la nécessité de ne pas établir des LMR si faibles que des pratiques légales se traduiraient par des teneurs en résidus illégales (supérieures à la LMR), ni si élevées que l'utilisation illégale de pesticides ne serait que rarement détectée. Cela ne peut se faire que par l'élaboration d'une ligne directrice à l'effet que les LMR doivent être établies au minimum à 95 % de la LCS du 95^e ou du 99^e centile.

Il s'agit en fait du principal fondement de la méthodologie proposée par le groupe de travail, qu'on a surnommé la « règle du 95/99 », selon laquelle il faut établir la LMR à la plus faible des deux valeurs correspondant soit à 95 % de la LCS du 95^e centile soit à l'estimation ponctuelle du 99^e centile fondée sur l'hypothèse que les teneurs en résidus découlant d'essais sur le terrain présentent une distribution lognormale. D'autres méthodes de calcul de LMR ont été examinées comme supplément à la règle du 95/99 dans les cas où certaines circonstances (p. ex., distribution non lognormale, échantillon de petite taille, grand nombre de teneurs en résidus inférieures à la limite de détection [LD]) font en sorte que les hypothèses sous-jacentes ne sont pas respectées ou que les LMR sont trop élevées pour être applicables dans la pratique. Étant donné que la méthodologie sera ou pourrait être acceptée par l'UE, le Codex ou des organismes de réglementation de pays n'ayant pas ratifié l'ALENA, le groupe de travail a tenu compte des méthodes actuelles utilisées par ces organismes.

Une des méthodes examinées par le groupe de travail est celle utilisée de façon non officielle par le California DPR, surnommée la « méthode californienne ». Cette méthode consiste à ajouter trois écarts-types arithmétiques à la moyenne arithmétique des teneurs en résidus découlant des essais sur le terrain. Pour une distribution normale, la moyenne plus trois écarts-types représentent l'estimation ponctuelle du 99^e centile. Bien que les membres du groupe de travail du DPR ne croyaient pas que les teneurs en résidus présentent une distribution normale, ils ont observé de façon empirique que cette méthode produit des estimations raisonnables et ont donc jugé qu'elle fournissait une estimation valide d'un centile supérieur. En effet, si la méthode californienne est interprétée en fonction de l'inégalité de Tchebychev, qui stipule que *pour toute distribution, au moins $(1 - 1/k^2)$ % de cette distribution se situe à moins de k écarts-types de la moyenne*, alors la moyenne plus trois écarts-types représentent au moins le 89^e centile.

Comme il en a déjà été fait mention, les calculs associés à la règle du 95/99 reposent sur l'hypothèse que les teneurs en résidus découlant des essais sur le terrain présentent une distribution lognormale. Puisque cela n'est pas nécessairement le cas pour tous les ensembles de données, le groupe de travail a tenté de formuler une solution de rechange indépendante du type de distribution (ou sans égard à la distribution) pour le calcul de la LMR fondé sur un centile supérieur. La méthode californienne combinée à l'interprétation de Tchebychev semble constituer une solution de rechange raisonnable à la règle du 95/99 pour les ensembles de données pour lesquelles l'hypothèse de lognormalité pourrait ne pas être fondée. En raison du caractère général de l'inégalité de Tchebychev, la méthode californienne pourrait ne pas produire une valeur aussi élevée du centile supérieur que celle découlant de la règle du 95/99. Toutefois, pour fournir une limite supérieure sur le 95^e centile, l'inégalité de Tchebychev nécessite l'addition de 4,5 écarts-types à la moyenne plutôt que 3. Le groupe de travail s'est entendu sur le fait que cet élargissement de la définition du centile supérieur constituait un compromis raisonnable étant donné l'application plus générale (c.-à-d. par rapport à n'importe quelle distribution) de l'inégalité.

Le groupe de travail estime que, en plus de tenir compte des ensembles de données non lognormaux, la méthodologie doit pouvoir s'appliquer à de petits ensembles de données (c.-à-d. moins de 15 échantillons environ), pour lesquelles la moyenne et l'écart-type de la population obtenus peuvent ne pas être très exacts. Afin de réduire de deux (moyenne et écart-type) à un le nombre de paramètres à estimer pour la distribution lognormale, une autre hypothèse concernant une relation entre la moyenne et l'écart-type est formulée relativement à ces petits ensembles de données. Plus précisément, cette hypothèse veut que l'écart-type soit égal à la moyenne (c.-à-d. le coefficient de variation [c.v.] est égal à 1). D'un point de vue empirique, un c.v. égal à 1 ne semble pas constituer une hypothèse déraisonnable pour des données sur des teneurs en résidus provenant d'essais sur le terrain. Étant donné les hypothèses de lognormalité de la population et d'un coefficient de variation égal à 1, le calcul du 95^e centile consiste à multiplier la médiane (c.-à-d. le 50^e centile) par 3,9. Pour s'assurer que la LMR ainsi déterminée est suffisamment grande pour que les teneurs en résidus de cultures traitées de façon légale ne l'excèdent pas, la limite de prédiction supérieure (LPS) de 95 % sur la médiane est calculée puis multipliée par 3,9. Cette méthode de calcul est surnommée la « méthode de la LPS de 95 % sur la médiane ». Pour des échantillons de petite taille, elle peut servir de solution de rechange à la règle du 95/99 si l'écart-type estimé est jugé trop élevé par rapport à la valeur exacte.

L'UE est un des rares organismes de réglementation à avoir élaboré des méthodes statistiques pour l'établissement de LMR. Une des méthodes formulées par l'UE (la « méthode I de l'UE ») est conceptuellement équivalente à la première partie de la règle du 95/99 (c.-à-d. qu'il s'agit de calculer la LCS de 95 % sur le 95^e centile). Toutefois, cette méthode de l'UE repose sur l'hypothèse voulant que les teneurs en résidus découlant des essais sur le terrain présentent une distribution *normale*, et non lognormale. Les membres du groupe de travail se sont entendus sur le fait que l'hypothèse par défaut de lognormalité est plus appropriée que celle de la normalité de la distribution pour les teneurs en résidus découlant d'essais sur le terrain. La forme présumée de la distribution

des données est importante puisque le calcul de la LCS de 95 % sur le 95^e centile produira systématiquement un résultat **plus grand** s'il est présumé que les teneurs en résidus présentent une distribution lognormale plutôt qu'une distribution normale. De plus, l'UE utilise également le test Q de Dixon pour déterminer si les teneurs en résidus élevées sont des observations aberrantes ou non. À l'instar de la méthode I de l'UE, le test Q de Dixon repose sur l'hypothèse de la normalité de la distribution. Par conséquent, les teneurs en résidus qui définissent une distribution lognormale (c.-à-d. une distribution asymétrique étalée à droite) peuvent être considérées comme étant des « observations aberrantes » par rapport à l'hypothèse d'une distribution normale. Autrement dit, si la distribution des teneurs en résidus est présumée être lognormale (plutôt que normale), un moins grand nombre de valeurs seront considérées comme étant des observations aberrantes.

L'autre méthode qu'utilise l'UE est une estimation « sans égard à la distribution » désignée du nom de « méthode II de l'UE ». Elle consiste à multiplier par deux le 75^e centile des valeurs de teneurs en résidus découlant des essais sur le terrain. La justification de cette méthode est apparemment de nature empirique. Au moment de la mettre en avant, l'UE estimait que le 75^e centile constituait une valeur supérieure de centile raisonnable qui pourrait être estimée de façon fiable pour les petits ensembles de données. La multiplication par deux de la valeur du 75^e centile était vue comme constituant un « facteur de sécurité » qui faisait en sorte que la LMR ne pouvait être dépassée. En général, l'UE calcule les LMR à l'aide des méthodes I et II et retient la plus petite des deux valeurs ainsi obtenues.

Les méthodes susmentionnées (la règle du 95/99, les méthodes I et II de l'UE et la méthode californienne) n'englobent pas toutes les méthodes prises en compte, mais représentent néanmoins les principales méthodes sur lesquelles le groupe de travail s'est penché. La section suivante du présent document explique l'algorithme de décision élaboré par le groupe de travail, qui tient compte des circonstances dans lesquelles certaines de ces méthodes seraient utilisées.

II. Organigramme/algorithme de décision

L'organigramme de la figure 1 décrit la méthodologie formulée par le Groupe de travail de l'ALENA sur l'harmonisation des LMR pour le calcul fondé sur une approche statistique des LMR de pesticides dans les produits végétaux à la lumière de teneurs en résidus découlant d'essais sur le terrain dans les cas où les bonnes pratiques agricoles critiques³ (BPAC) sont respectées. Au départ, le groupe de travail a mis l'accent sur des méthodes statistiques de calcul de LMR pour des ensembles de données « idéaux ». Le groupe de travail considère qu'un ensemble de données est « idéal » s'il satisfait les critères suivants : 1) la quantité de résidus non détectables est relativement faible, 2) l'ensemble de données présente une distribution approximativement lognormale et 3) la

³ Les conditions selon lesquelles un pesticide est utilisé au taux d'application maximum et la culture est récoltée après le DAAR minimum conformément au mode d'emploi apparaissant sur l'étiquette du produit sont désignées du nom de « bonnes pratiques agricoles critiques ».

taille de l'échantillon est grande. Les trois principaux nœuds de décision de l'organigramme nécessitent l'évaluation préalable de ces trois aspects de l'ensemble de données avant l'établissement d'une LMR. Si un losange indique qu'un ensemble de données ne satisfait pas un ou plusieurs des critères susmentionnés, d'autres procédures ou méthodes statistiques peuvent être utilisées préalablement à l'établissement d'une LMR. L'organigramme mentionne ces procédures et méthodes et les facteurs dont il faut tenir compte s'il s'avère qu'un ensemble de données déroge de façon marquée aux critères d'idéalité.

Dans la première étape de la méthodologie, l'utilisateur doit entrer les données découlant des essais sur le terrain dans le tableur de calcul de LMR. **Étant donné que le tableur est hautement automatisé, il importe que l'utilisateur entre les données dans un format normalisé et suive les procédures exactes de « copier et coller » décrites dans la section intitulée « Utilisation du tableur de calcul de LMR ».**

La deuxième étape consiste en l'examen et la vérification des données découlant d'essais sur le terrain afin de déceler toute question concernant les résidus non détectables ou des DAAR ou des taux d'application non uniformes (consulter la section « Utilisation du tableur de calcul de LMR » du présent document pour de plus amples détails).

Une fois que les données ont été entrées dans le tableur et examinées/vérifiées, la prochaine étape consiste à déterminer quelle méthode sera utilisée pour établir la LMR et si des données additionnelles sont nécessaires. Pour souci de simplicité, la présente description portera d'abord sur les cas où l'ensemble de données est « idéal ». Si aucune question des losanges concernant le non-respect d'un ou de plusieurs des trois critères d'idéalité n'est positive (c.-à-d. le résultat des trois premiers nœuds de décision est « No »), il convient d'utiliser la règle du 95/99 (voir la section intitulée « Fondements statistiques ») pour l'établissement de la LMR. Autrement dit, pour un ensemble de données idéal, la LMR correspondrait à la LCS de 95 % sur le 95^e centile ou à l'estimation ponctuelle du 99^e centile, la plus faible des deux valeurs étant retenue.

Si la réponse à la question du premier losange indique que l'ensemble de données contient de nombreuses valeurs non détectables (c.-à-d. si le résultat du nœud de décision « Flag for ND Issue? » est « Yes »), l'utilisateur devrait songer à employer des techniques d'estimation de vraisemblance maximale (EVM) pour élargir l'ensemble de données. Le groupe de travail suggère que l'ensemble de données utilisé ne devrait pas compter plus de 10 % à 15 % de valeurs non détectables et note que, pour les ensembles de données comportant une proportion inférieure de valeurs non détectables, l'écart entre les LMR calculées à partir de l'ensemble de données original et celles calculées à partir des mêmes ensembles élargis à l'aide de techniques d'EVM est minime. Si de telles techniques sont employées pour élargir l'ensemble de données, il faut utiliser l'ensemble de données élargi ainsi obtenu à tous les autres nœuds de décision.

Si la réponse à la question du deuxième losange indique que l'ensemble de données ne présente pas un caractère lognormal suffisant à la lumière du résultat du test statistique approximatif de Shapiro-Francia (c.-à-d. si le résultat du nœud de décision « Flag for Lognormal Issue? » est « Yes »), l'utilisateur devrait procéder à un examen visuel du graphe de la probabilité de lognormalité afin de déterminer si l'ensemble de données présente un caractère lognormal raisonnable (consulter la section « Utilisation du tableur de calcul de LMR » pour de plus amples détails). Si cette vérification visuelle confirme la conclusion du test statistique approximatif Shapiro-Francia (c.-à-d. si le résultat du nœud de décision « Visually Inspect Probability Plot, OK? » est « No »), il faut alors utiliser la méthode « Mean + 3SD » (moyenne + 3 fois l'écart-type, c.-à-d. la méthode californienne) pour calculer la LMR à partir de l'ensemble de données. La LMR calculée à l'aide de la méthode californienne représente la limite supérieure de l'estimation du 89^e centile pour quelque distribution que ce soit (se reporter à la section intitulée « Fondements statistiques »). Toutefois, si l'utilisateur n'est pas d'accord avec la conclusion découlant du test statistique Shapiro-Francia (c.-à-d. l'utilisateur détermine, sur examen du graphe de probabilité, que l'ensemble de données présente un caractère lognormal raisonnable) ou que cette dernière indique que l'ensemble de données présente un caractère lognormal raisonnable, il devrait passer au dernier nœud de décision.

Si la réponse à la question du troisième losange indique que l'ensemble de données compte trop peu de valeurs (c.-à-d. si le résultat du nœud de décision « Flag for # Points Issue? » est « Yes »), il faut alors utiliser la méthode de la LPS de 95 % sur la médiane. Le groupe de travail recommande que tout ensemble de données constitué de moins de 15 valeurs soit considéré comme étant un petit ensemble de données. La valeur est obtenue en utilisant la méthode de la LPS de 95 % sur la médiane (voir la section « Fondements statistiques »). Cette valeur devrait être comparée à celle calculée à l'aide de la méthode de la règle du 95/99 (ces deux méthodes reposent sur l'hypothèse de la lognormalité de la distribution des teneurs en résidus) et la plus faible de ces deux valeurs devrait être retenue comme valeur de la LMR.

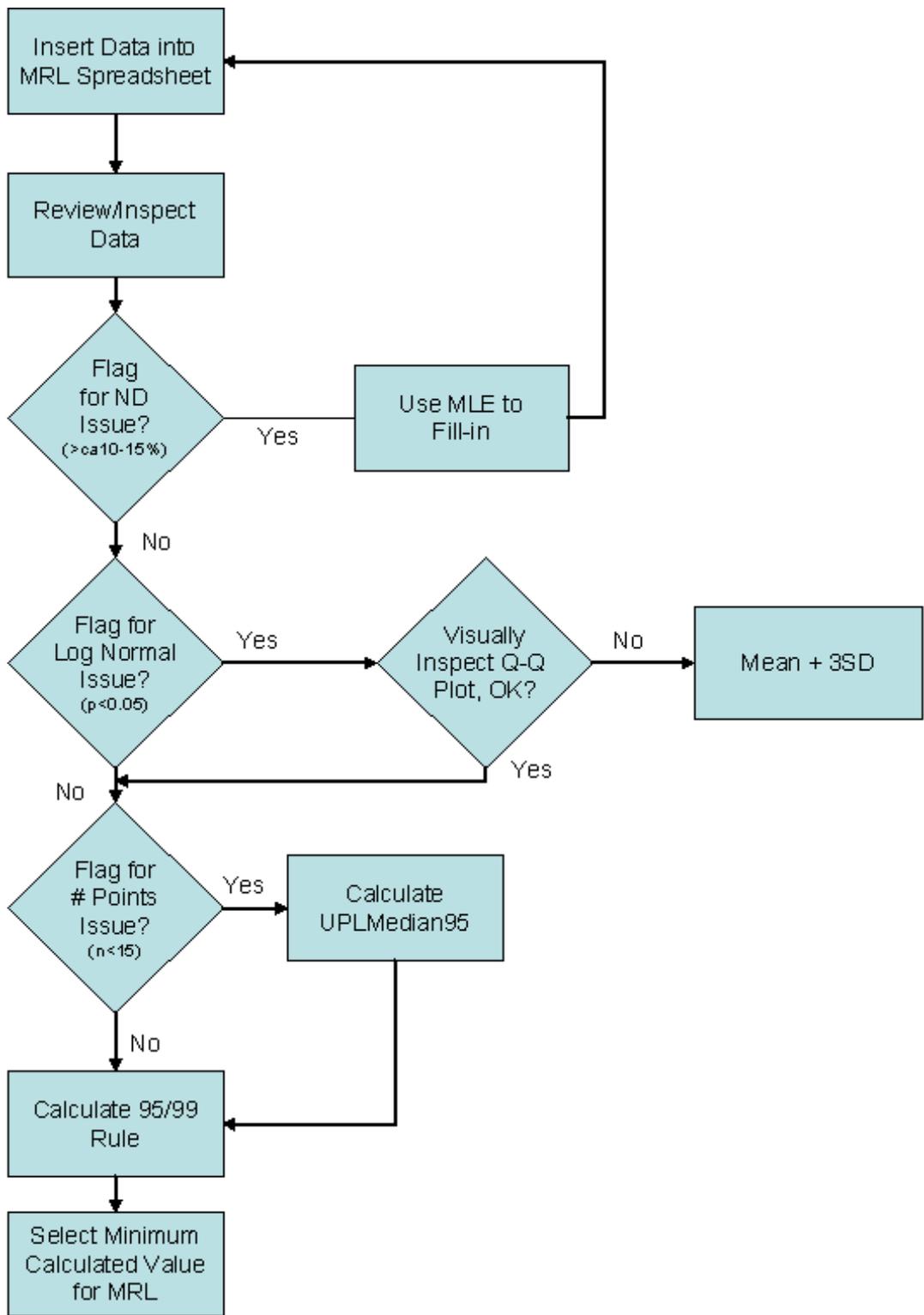


Figure 1 **Algorithme du tableur pour l'estimation des LMR de pesticides**

III. Utilisation du tableur de calcul de LMR

A. Vérification et ajustement des données

Avant d'entrer un ensemble de données dans le tableur de calcul de LMR, il faut inspecter les données découlant des essais sur le terrain pour déterminer quelles teneurs de résidus devraient y être incluses. Dans certains cas, une étude d'essais sur le terrain comprendra des teneurs recueillies à divers DAAR ou représentant différents taux d'application. En général, toutes les valeurs dans un même ensemble de données devraient être associées à des taux d'application qui se situent à $\pm 25\%$ du taux d'application maximum et à des DAAR qui se situent à $\pm 25\%$ du DAAR minimum inscrits sur l'étiquette. Le groupe de travail recommande fortement l'utilisation exclusive d'ensembles de données dont seul un de ces paramètres (c.-à-d. le taux d'application ou le DAAR) déroge aux BPAC figurant sur l'étiquette⁴. Bien que le groupe de travail favorise une approche au cas par cas pour l'ajustement des valeurs, il recommande fortement de ne pas utiliser des données découlant d'essais sur le terrain associées à un taux d'application ou un DAAR dont la valeur ne se situe pas dans un intervalle de $\pm 25\%$ de la valeur des BPAC.

De plus, dans la mesure du possible, l'analyste devrait noter les teneurs découlant d'essais sur le terrain inférieures à la limite de quantification (LQ) et les teneurs inférieures à la LD⁵. Les teneurs en résidus inférieures à la LQ sont parfois dites non quantifiables (NQ), alors que celles qui sont inférieures à la LD sont parfois dites non détectables (ND). Bien qu'il existe une différence entre les NQ et les ND, ces valeurs sont souvent traitées de façon similaire. À cette étape, l'analyste devrait également décider quelles valeurs imputer aux NQ (ou aux ND). $LQ/\sqrt{2}$ (ou $LD/\sqrt{2}$), $LQ/2$ (ou $LD/2$) et LQ (ou LD) sont des valeurs couramment utilisées. Bien que les valeurs imputées aux NQ (ou aux ND) puissent avoir une incidence sur l'estimation de la moyenne et de l'écart-type, ces effets sont jugés minimes si une fraction relativement faible des données (moins de 10 % environ) est censurée (c.-à-d. inférieure à la LQ)⁶.

B. Saisie des données dans le tableur

Une fois que les données ont été vérifiées et ajustées dans les cas d'écarts par rapport aux BPAC (si cela est jugé nécessaire et approprié), elles doivent être entrées (dans une

⁴ Dans certains cas, l'effet d'un DAAR plus long que le DAAR minimum peut *compenser* l'effet d'un taux d'application supérieur au taux maximum. Pour de tels ensembles de données, les teneurs en résidus ne doivent pas être ajustées.

⁵ Une façon simple de distinguer ces valeurs est d'utiliser une autre couleur comme le rouge.

⁶ Les techniques d'estimation de vraisemblance maximale (EVM) produisent une meilleure estimation de la moyenne et de l'écart-type d'un ensemble de données censuré. Bien que le présent document ne présente pas d'instructions sur la détermination de valeurs estimatives fondée sur l'EVM, le groupe de travail a mis au point un tableur pour le calcul d'estimations à l'aide de ces techniques qu'il sera possible de se procurer.

colonne) dans la feuille de calcul « Data Library » (bibliothèque de données) du tableur de calcul de LMR. Ces données doivent être entrées en un format normalisé et être accompagnées des renseignements suivants :

- 1) l'organisme de réglementation auquel les données d'essais sur le terrain ont été présentées (p. ex., ARLA ou EPA);
- 2) le nom du produit chimique utilisé dans l'étude d'essais sur le terrain;
- 3) le nom de la culture sur laquelle le produit chimique a été appliqué dans l'étude sur le terrain;
- 4) le DAAR nominal (ou la fourchette de DAAR) de l'ensemble de données découlant des essais sur le terrain, puisque l'étude d'essais sur le terrain peut comprendre de multiples DAAR et/ou taux d'application;
- 5) le taux d'application nominal puisque, à l'instar du point précédent, l'étude d'essais sur le terrain peut comprendre de multiples DAAR et/ou taux d'application;
- 6) le nom de l'entreprise ou du groupe qui présente les données découlant des essais sur le terrain.

Ces renseignements sont importants afin d'identifier de façon exclusive les ensembles de données, en particulier lorsque ces derniers sont utilisés par de multiples organismes de réglementation. Une autre feuille de calcul intitulée « Citation » (référence) est incluse dans le tableur pour permettre de fournir des détails supplémentaires sur l'étude d'essais sur le terrain⁷.

Une fois qu'un ensemble de données a été entré dans la feuille de calcul « Data Library » dans un format convenable, tout l'ensemble (y compris les renseignements d'identification) doit être copié dans la feuille de calcul « Data » (données). Il s'agit là de la seule étape dont doit se charger l'examineur. Il n'est pas nécessaire de trier les valeurs des teneurs en résidus. Les autres procédures/calculs du tableur du calcul de LMR sont effectués automatiquement. **Étant donné que le tableur est hautement automatisé, il importe que l'examineur suive les procédures exactes décrites (et illustrées) ci-après. Toute dérogation à ces instructions pourrait entraîner des erreurs de calcul.**

⁷ Les renseignements entrés dans la feuille de calcul « Data Library » sont automatiquement copiés dans la feuille « Citation ». Toutefois, tout renseignement supplémentaire doit être directement entré dans cette dernière feuille de calcul.

Il faut suivre les étapes suivantes pour utiliser le tableau :

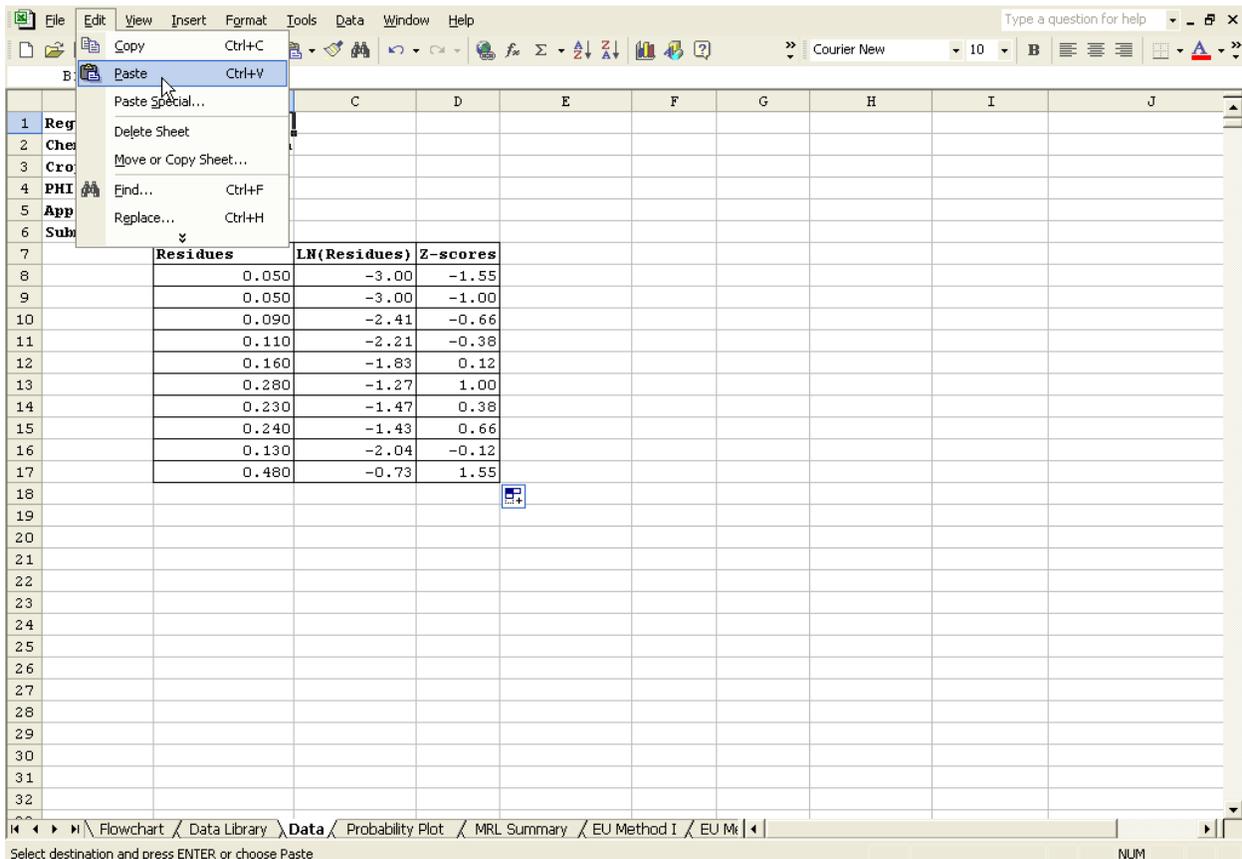
1. Copier tout l'ensemble de données de la feuille de calcul « Data Library ».

The screenshot shows an Excel spreadsheet with the following data:

	FD	FE	FF	FG	FH	FI	FJ
1	EPA						
2	Pym	Pymetrozine	Pymetrozine	Pymetrozine	Pymetrozine	Pymetrozine	Pymetrozine
3	Hea	LeafLettuce	LeafLettuce	LeafLettuce	LeafLettuce	LeafLettuce	NonBellPepper
4	7 D	0-1 Day	3 Days	5 Days	7 Days	7 Days	9 Days
5							
6							
7	Residues						
8		0.052	0.616	0.136	0.021	0.059	0.059
9		0.000	0.574	0.195	0.127	0.060	0.060
10		0.001	0.838			0.232	0.232
11		0.001	0.316			0.036	0.036
12		0.002	1.314			0.020	0.011
13		0.090	0.977			0.047	0.047
14		0.003	0.789			0.168	0.168
15		0.005	0.757			0.102	0.102
16		0.008	1.403			0.387	0.387
17		0.012	0.492			0.054	0.054
18			1.938			0.020	0.016
19			1.036			0.062	0.062
20			0.136				
21			0.374				
22							
23							
24							
25							
26							
27							
28							
29							
30							
31							
32							

2. Aller à la feuille de calcul « Data » et sélectionner la cellule B1, puis coller l'ensemble de données.

REMARQUE : Habituellement, il y aura déjà un ensemble de données dans la feuille de calcul des données. Le nouvel ensemble de données collé sera plus ou moins long que l'ensemble qu'il remplace. Les étapes 3a à 5a décrivent les procédures à suivre si le nouvel ensemble est plus long que l'ensemble précédent et les étapes 3b à 4b décrivent les procédures à suivre si le nouvel ensemble est plus court que le précédent.



- 3a. Si le nouvel ensemble à coller est plus long que l'ensemble précédent, sélectionner la dernière cellule des colonnes C et D, puis placer le curseur sur le coin inférieur droit de la dernière cellule de la colonne D pour activer la procédure « glisser et remplir » dans Excel® indiquée par le pointeur en croix.

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
1	Regulator:	EPÀ								
2	Chemical:	Pymetrozine								
3	Crop:	LeafLettuce								
4	PHI:	0-1 Day								
5	App. Rate:									
6	Submitter:									
7		Residues	LN(Residues)	Z-scores						
8		0.616	-0.48	-0.38						
9		0.574	-0.56	-0.66						
10		0.838	-0.18	0.38						
11		0.316	-1.15	-1.55						
12		1.314	0.27	1.00						
13		0.977	-0.02	0.66						
14		0.789	-0.24	0.12						
15		0.757	-0.28	-0.12						
16		1.403	0.34	1.55						
17		0.492	-0.71	-1.00						
18		1.938								
19		1.036								
20		0.136								
21		0.374								

- 4a. Ensuite, appuyer sur le bouton gauche de la souris et faire glisser le pointeur en croix verticalement vers le bas jusqu'à ce que l'extrémité inférieure de la boîte à la bordure ombragée s'aligne avec la dernière valeur de l'ensemble de données nouvellement collé.

The screenshot shows an Excel spreadsheet with the following data:

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
1	Regulator:	EPA								
2	Chemical:	Pymetrozine								
3	Crop:	LeafLettuce								
4	PHI:	0-1 Day								
5	App. Rate:									
6	Submitter:									
7		Residues	LN(Residues)	Z-scores						
8		0.616	-0.48	-0.38						
9		0.574	-0.56	-0.66						
10		0.838	-0.18	0.38						
11		0.316	-1.15	-1.55						
12		1.314	0.27	1.00						
13		0.977	-0.02	0.66						
14		0.789	-0.24	0.12						
15		0.757	-0.28	-0.12						
16		1.403	0.34	1.55						
17		0.492	-0.71	-1.00						
18		1.938								
19		1.036								
20		0.136								
21		0.374								

The status bar at the bottom indicates: Drag outside selection to extend series or fill; drag inside to clear. Sum=-1.71 NUM

- 5a. Une fois que le bouton gauche de la souris est relâché, la formule appropriée est appliquée aux cellules se trouvant dans la boîte à la bordure ombragée. Ceci met fin aux opérations manuelles que doit effectuer l'utilisateur pour calculer la LMR.

REMARQUE : La procédure « glisser et remplir » décrite dans la section précédente équivaut à copier les dernières cellules des colonnes C et D et à les coller dans les cellules vides des colonnes C et D situées à droite du nouvel ensemble de données.

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
1	Regulator:	EPA								
2	Chemical:	Pymetrozine								
3	Crop:	LeafLettuce								
4	PHI:	0-1 Day								
5	App. Rate:									
6	Submitter:									
7		Residues	LN(Residues)	Z-scores						
8		0.616	-0.48	-0.27						
9		0.574	-0.56	-0.45						
10		0.838	-0.18	0.27						
11		0.316	-1.15	-1.21						
12		1.314	0.27	0.90						
13		0.977	-0.02	0.45						
14		0.789	-0.24	0.09						
15		0.757	-0.28	-0.09						
16		1.403	0.34	1.21						
17		0.492	-0.71	-0.66						
18		1.938	0.66	1.71						
19		1.036	0.04	0.66						
20		0.136	-2.00	-1.71						
21		0.374	-0.98	-0.90						
22										
23										
24										
25										
26										
27										
28										
29										
30										
31										
32										

- 3b. Si le nouvel ensemble à coller est plus court que l'ensemble précédent, sélectionner les cellules des colonnes B, C et D qui dépassent la dernière teneur en résidus du nouvel ensemble de données.

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
1	Regulator:	EPA								
2	Chemical:	Pymetrozine								
3	Crop:	LeafLettuce								
4	PHI:	0-1 Day								
5	App. Rate:									
6	Submitter:									
7		Residues	LN(Residues)	Z-scores						
8		0.616	-0.48	0.19						
9		0.574	-0.56	0.06						
10		0.838	-0.18	0.59						
11		0.316	-1.15	-0.31						
12		1.314	0.27	1.13						
13		0.977	-0.02	0.74						
14		0.789	-0.24	0.45						
15		0.757	-0.28	0.31						
16		1.403	0.34	1.40						
17		0.492	-0.71	-0.06						
18		1.938	0.66	1.87						
19		1.036	0.04	0.92						
20		0.136	-2.00	-0.45						
21		0.374	-0.98	-0.19						
22		0.055	-2.90	-1.87						
23		0.055	-2.90	-1.40						
24		0.060	-2.81	-1.13						
25		0.083	-2.49	-0.92						
26		0.110	-2.21	-0.74						
27		0.110	-2.21	-0.5						
28										
29										
30										
31										
32										

- 4b. Ensuite, appuyer sur la touche « Supprimer » du clavier. Ceci met fin aux opérations manuelles que doit effectuer l'utilisateur pour calculer la LMR.

REMARQUE : L'utilisation de la fonction « Supprimer » du menu d'édition ou du menu déroulant du bouton droit de la souris peut se traduire par des calculs erronés.

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
1	Regulator:	EPA								
2	Chemical:	Pymetrozine								
3	Crop:	LeafLettuce								
4	PHI:	0-1 Day								
5	App. Rate:									
6	Submitter:									
7		Residues	LN(Residues)	Z-scores						
8		0.616	-0.48	-0.27						
9		0.574	-0.56	-0.45						
10		0.838	-0.18	0.27						
11		0.316	-1.15	-1.21						
12		1.314	0.27	0.90						
13		0.977	-0.02	0.45						
14		0.789	-0.24	0.09						
15		0.757	-0.28	-0.09						
16		1.403	0.34	1.21						
17		0.492	-0.71	-0.66						
18		1.938	0.66	1.71						
19		1.036	0.04	0.66						
20		0.136	-2.00	-1.71						
21		0.374	-0.98	-0.90						
22										
23										
24										
25										
26										
27										
28										
29										
30										
31										
32										

C. Teneurs en résidus inférieures à la LD et/ou la LQ

Comme il en a été fait mention précédemment, les teneurs en résidus inférieures à la LQ sont dites non quantifiables (NQ) et celles qui sont inférieures à la LD, non détectables (ND). Bien qu'il existe une distinction claire entre ces deux catégories de données, elles sont traitées de manière similaire et, de façon générique, sont désignées du nom de données censurées. Ces dernières doivent être identifiées au préalable (de façon à être facilement reconnaissables, idéalement) comme le décrit la section intitulée « Vérification et ajustement des données ».

Le groupe de travail recommande l'utilisation de techniques d'EVM pour estimer la moyenne et l'écart-type d'un ensemble de données dont plus de 10 % à 15 % des données sont censurées. Le groupe de travail a mis au point une feuille de calcul qui applique la « méthode robuste », une procédure fondée sur l'EVM pour l'estimation de la moyenne et

de l'écart-type d'une population à distribution lognormale à partir d'un échantillon censuré (c.-à-d. inférieur à la LQ ou la LD)⁸. Selon les estimations découlant de l'EVM, des valeurs conformes à la distribution estimée sont calculées pour les teneurs de résidus censurées. L'avantage de l'utilisation de l'EVM est que l'estimation de la moyenne et de l'écart-type repose sur de l'information relative à la proportion de l'échantillon qui est censurée en plus des valeurs de résidus détectables. Toutefois, le groupe de travail recommande de ne pas utiliser les techniques d'EVM pour les ensembles de données hautement censurés (c.-à-d. > 60 % des valeurs sont ND ou NQ), puisqu'elles sont moins fiables dans ces circonstances.

D. Évaluation de l'hypothèse de lognormalité

Un graphe de probabilité normale est un graphe des valeurs ordonnées d'un ensemble de données en fonction de leurs valeurs statistiques d'ordre normal prédites. Si les données présentent une distribution normale, elles définiront approximativement une ligne droite sur un tel graphe. De la même manière, si les logarithmes des valeurs ordonnées sont reportés en fonction de leurs valeurs statistiques d'ordre normal prédites, une distribution qui définit approximativement une ligne droite indique que les données présentent une distribution lognormale.

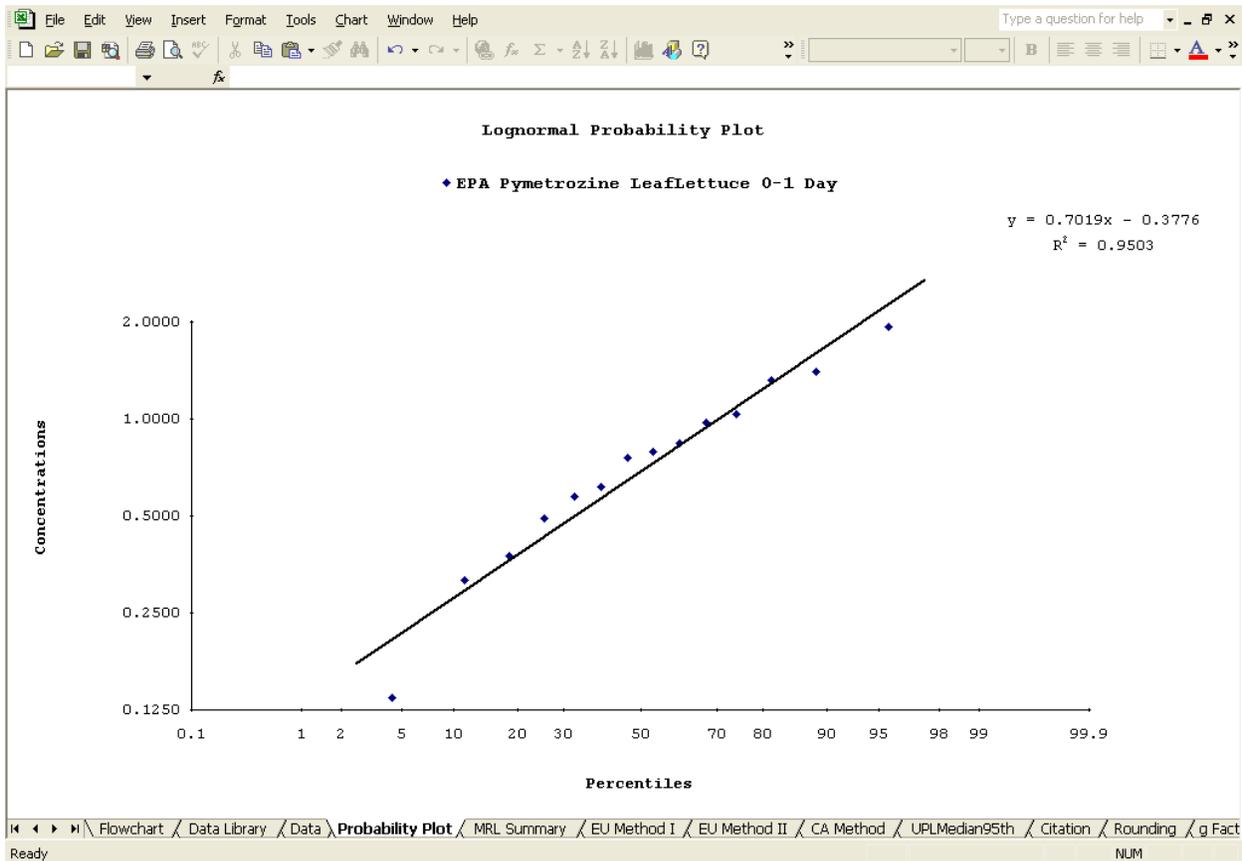
Un graphe de probabilité lognormale est automatiquement généré dans le tableur dans la feuille de calcul intitulée « Probability Plot » (graphe de probabilité) en fonction des données découlant des essais sur le terrain entrées ou copiées dans la feuille de calcul « Data ». Les logarithmes des teneurs en résidus sont reportés sur l'ordonnée, mais les unités sont celles des données initiales non transformées (p. ex., ppm); ainsi, l'échelle de l'ordonnée est logarithmique. De plus, les valeurs statistiques d'ordre normal prévues des logarithmes des teneurs en résidus sont reportées sur l'abscisse. Toutefois, les unités de l'abscisse sont les centiles correspondant à ces valeurs statistiques d'ordre normal, qui sont plus utiles⁹.

Le graphe de probabilité permet à l'analyste d'évaluer visuellement l'hypothèse de lognormalité en déterminant la mesure dans laquelle la courbe définie par les teneurs en résidus (ayant fait l'objet d'une transformation logarithmique) s'apparente à une ligne droite. Le graphique de probabilité permet également à l'utilisateur de comparer la valeur réelle d'une teneur en résidus à la valeur prédite par l'hypothèse de lognormalité. La valeur à l'ordonnée de la droite de régression représente la valeur prédite de la teneur en résidus pour le centile correspondant sur l'abscisse. Ainsi, si la valeur réelle de la teneur se situe au-dessus (ou au-dessous) de la droite de régression, elle est supérieure (ou

⁸ Bien que le présent document ne présente pas d'instructions sur la détermination de valeurs estimatives fondée sur l'EVM, le groupe de travail a mis au point un tableur pour le calcul d'estimations à l'aide de ces techniques qu'il sera possible de se procurer, ainsi que des instructions détaillées sur la façon de l'utiliser.

⁹ Les valeurs statistiques d'ordre normal -2,33, -1,645, 0, 1,645 et 2,33 correspondent aux 1^{er}, 5^e, 50^e, 95^e et 99^e centiles, respectivement.

inférieure) à sa valeur prédite par l'hypothèse de lognormalité. Par exemple, dans le graphe ci-dessous, la teneur en résidus la plus élevée (1,94 ppm) correspond approximativement au 95^e centile et est légèrement inférieure à la valeur prédite (2,28 ppm). Toutefois, la teneur en résidus la plus faible (0,14 ppm) correspond approximativement au 5^e centile et est considérablement inférieure à sa valeur prédite (0,21 ppm). Globalement, cependant, l'ensemble de données semble présenter un caractère lognormal raisonnable.



Bien que la vérification visuelle du graphe de probabilité lognormale constitue une composante très importante de l'évaluation de l'hypothèse de lognormalité, le groupe de travail estime que cette évaluation devrait également comprendre l'application d'un test statistique formel. Les tests de Shapiro-Wilk et de Shapiro-Francia sont deux tests statistiques employés pour évaluer le caractère normal d'une distribution. En assujettissant au préalable les données à une transformation logarithmique, il est donc possible d'utiliser ces tests pour évaluer leur caractère lognormal. Les capacités d'un tableur se prêtent mal aux calculs complexes que nécessite l'application de ces tests. Le groupe de travail a donc opté pour une approximation de ces tests statistiques, beaucoup plus facile à calculer, basée sur le coefficient de détermination (R^2) de la courbe de régression linéaire du graphe de probabilité.

La variable statistique découlant du test de normalité fondé sur le coefficient de détermination est calculée dans la feuille de calcul intitulée « MRL Summary » (Sommaire du calcul de la LMR) et désignée « Approximate Shapiro-Francia Normality Test » (approximation du test de normalité de Shapiro-Francia). Une conclusion à savoir s'il convient ou non de rejeter l'hypothèse de lognormalité des teneurs en résidus (c.-à-d. la normalité de la distribution des teneurs assujetties à une transformation logarithmique) étant donné un niveau de signification de 5 % figure sous cette valeur statistique. Les valeurs critiques pour le calcul de la variable du test figurent sur la feuille de calcul intitulée « R Critical Values » (valeurs critiques de R) et sont tirées d'une page web du National Institute of Standards and Technology (É.-U.) (www.itl.nist.gov/div898/handbook/eda/section3/eda3676.htm).

	95th Percentile	99th Percentile	99.9th Percentile
EU Method I Normal	1.62 (2.09)	1.95 (2.56)	2.32 (-)
EU Method I Log Normal	2.12 (4.12)	3.38 (8.02)	5.71 (-)
EU Method II		2.21	
Distribution-Free			
California Method		2.28	
UPL Median 95th		5.34	
Approximate Shapiro-Francia Normality Test Statistic		0.9503	

NOTE: Tabled values in parentheses indicate 95% upper confidence bounds on the point estimates of the 95th or 99th percentiles. No upper confidence bounds on the 99.9th percentile are provided and these are represented by "-". Tabled values that are shown directly without parentheses represent point estimates of the indicated percentile (e.g., 95, 99, or 99.9)

NOTE: Additional details regarding the algorithms and decision rules used by this spreadsheet can be found under the tab labeled "Flowchart" in this workbook.

NOTE: Rounding is performed and significant figures are presented in accordance with the EPA/PMRA guidance document entitled "Guidance for Setting Pesticide Tolerances Based on Field Trial Data" that accompanies this spreadsheet. Details are provided in this document as well as the worksheet tab labeled "Rounding" located in this workbook.

L'évaluation de la pertinence de l'hypothèse de lognormalité d'un ensemble de données est importante puisque sa conclusion détermine la méthode qu'il convient d'utiliser pour calculer une LMR. Si l'évaluation permet de conclure que l'hypothèse de lognormalité n'est pas valide, il faut alors utiliser une méthode « sans égard à la distribution » pour le calcul de la LMR. Autrement, on utilise des méthodes qui reposent sur l'hypothèse de lognormalité.

E. Considération de la taille de l'échantillon

La taille de l'échantillon d'un ensemble de données découlant d'essais sur le terrain est une des statistiques sommaires apparaissant sur la feuille de calcul intitulée « MRL Summary », en plus des valeurs maximum, minimum, médiane et moyenne de l'ensemble. Le groupe de travail s'est entendu sur le fait que, dans le cas de petits ensembles de données, la moyenne et l'écart-type estimés pourraient s'avérer inexacts dans le cas de distributions asymétriques étalées à droite comme les distributions lognormales. Ainsi, pour les ensembles de données comptant moins de 15 valeurs, une autre méthode fondée sur la lognormalité est prise en compte. En plus de l'hypothèse de lognormalité, cette méthode additionnelle repose sur l'hypothèse que la moyenne est égale à l'écart-type (c.-à-d. le c.v. est égal à 1) et fait appel au calcul de la moyenne et de l'écart-type basé sur la valeur médiane des teneurs en résidus.

F. Choix de la bonne LMR

La présente section explique la logique sous-jacente à la sélection, par le tableur, de la bonne LMR. Pour plus de détails sur les méthodes statistiques et l'algorithme de décision utilisés dans le tableur, l'utilisateur est invité à consulter les sections « Fondements statistiques » et « Organigramme/algorithme de décision ». Toutefois, des commentaires ont été ajoutés dans la feuille de calcul intitulée « MRL Summary » afin de fournir à l'utilisateur de brèves descriptions des différentes LMR calculées. Pour consulter ces commentaires, l'utilisateur doit positionner le curseur sur le triangle rouge qui figure au coin supérieur droit des cellules concernées. En outre, des remarques incluses dans cette feuille de calcul fournissent de plus amples détails sur la page de sommaire et la méthodologie d'établissement des LMR. Une capture d'écran montrant les remarques et tous les commentaires est présentée à la page suivante.

	95th Percentile	99th Percentile	99.9th Percentile
EU Method I Normal	1.7 (2.5)	2.0 (3.0)	2.5 (-)
EU Method I Log Normal	2.5 (4.5)	3.0 (3.0)	6.0 (-)
EU Method II Distribution-Free		2.5	
California Method $\mu + 3\sigma$		2.5	
UPL Median 95th		6.0	
Approximate Shapiro-Francia Normality Test Statistic	p-value > 0.05: Do not reject lognormality assumption		

Would you like the above values rounded? (Y or N)=> Y

NOTE: Rounding is performed and significant figures are presented in accordance with the EPA/PMRA guidance document entitled *Guidance for Setting Pesticide Tolerances Based on Field Trial Data* that accompanies this spreadsheet. Details are provided in this document as well as the worksheet tab labeled "Rounding" located in this workbook.

NOTE: Table values in parentheses indicate 95% upper confidence bounds on the point estimates of the 95th or 99th percentiles. No upper confidence bounds on the 99.9th percentile are provided and these are represented by "-". Table values that are shown directly without parentheses represent point estimates of the indicated percentile (e.g., 95, 99, or 99.9).

NOTE: Additional details regarding the algorithms and decision rules used by this spreadsheet can be found under the tab labeled "Flowchart" in this workbook.

This is the MRL estimate that would be produced by EU Method I. It is the 95% Upper Confidence Limit on the 95th percentile, but assumes that the residues are distributed normally.

This is the MRL estimate that would be produced by EU Method II. This method makes no assumption regarding the form of the distribution (e.g. normal, lognormal etc.) It is calculated by doubling the 75th percentile of the residue values.

This is the estimated 99th percentile value assuming a lognormal distribution with the given mean and standard deviation.

This estimate is produced by adding 3 standard deviations to the mean. By Chebyshev's Rule, at least 8/9 or 89% of measurements will fall within 3 standard deviations of the mean. This is true regardless of the shape of the frequency distribution.

This is the 95% upper confidence limit on the 95th percentile assuming a lognormal distribution with the given mean, standard deviation, and sample size. If the residues are distributed lognormally, one can be 95% confident that 95% of the values in the parent distribution lie below this estimate.

This value is calculated by estimating the 95th percentile from the upper confidence limit of the median value (50th percentile). It assumes a coefficient of variation of 1 and a lognormal distribution. In a lognormal distribution, the 95th percentile is 3.3 times the median. The value represented in this cell is 3.3x the upper confidence limit on the median.

La feuille de travail intitulée « MRL Summary » contient les résultats des différents calculs effectués automatiquement par le tableur de calcul de LMR. La LMR suggérée par le tableur est **en caractères rouges surlignés en gris**; les résultats des autres méthodes potentiellement utiles apparaissent en caractères **gras**. Dans le cas d'un « ensemble de données idéal » pour lequel il est déterminé que l'hypothèse de lognormalité est raisonnable et qui compte au moins 15 valeurs, la LMR déterminée correspond à la LCS de 95 % sur le 95^e centile (cellule B18) ou l'estimation ponctuelle du 99^e centile (cellule C17), la plus faible des deux valeurs étant retenue. Si l'ensemble de données compte moins de 15 valeurs, mais que l'hypothèse de lognormalité s'avère raisonnable, la LMR déterminée correspond à la LCS de 95 % sur le 95^e centile (cellule B18), l'estimation ponctuelle du 99^e centile (cellule C17) ou la limite supérieure d'estimation du 95^e centile sur la médiane (cellule C23), la plus faible de ces trois valeurs étant retenue. Si l'hypothèse de lognormalité s'avère non raisonnable, le résultat du calcul de la méthode sans égard à la distribution qui représente une limite supérieure au 89^e centile (cellule C21) est retenu.

La sélection de la méthode de calcul de la LMR par le tableur est fondée sur le résultat du test statistique Shapiro-Francia approximatif. **Il importe donc que l'utilisateur décide si le résultat du test Shapiro-Francia approximatif correspond avec son évaluation visuelle du graphe de probabilité.** Les tests Shapiro-Wilk et Shapiro-Francia et leurs approximations permettent un plus grand écart par rapport à la normalité pour les petits

échantillons que pour les grands échantillons. Si le résultat de l'approximation du test statistique de Shapiro-Francia suggère que l'hypothèse de lognormalité est raisonnable, mais que l'utilisateur n'est pas d'accord, il faut alors choisir le résultat de la méthode sans égard à la distribution (cellule C21). Si le résultat de l'approximation du test statistique de Shapiro-Francia indique que l'hypothèse de lognormalité n'est pas raisonnable, mais que l'utilisateur n'est pas d'accord, alors pour les petits ensembles de données (c.-à-d. moins de 15 valeurs), la LMR correspond à la LCS de 95 % sur le 95^e centile (cellule B18), l'estimation ponctuelle du 99^e centile (cellule C17) ou la limite supérieure d'estimation du 95^e centile sur la médiane (cellule C23), la plus faible de ces trois valeurs étant retenue; autrement, la LMR correspond à la LCS de 95 % sur le 95^e centile (cellule B18) ou à l'estimation ponctuelle du 99^e centile (cellule C17), la plus faible des deux valeurs étant retenue.

IV. Établissement des LMR

Dans certains cas, il peut être nécessaire d'ajuster les teneurs pour tenir compte de la perte de stabilité en entreposage ou des taux de récupération analytique. Toutefois, le groupe de travail recommande fortement que, si un ensemble de données est ajusté pour l'un de ces facteurs, il ne devrait pas l'être pour l'autre. Le groupe de travail recommande également que ces types d'ajustement soient apportés aux LMR calculées par le tableur et non aux valeurs des teneurs préalablement au calcul de la LMR.

L'opportunité d'ajuster les données pour tenir compte de la perte de stabilité en entreposage devrait être évaluée au cas par cas. Toutefois, le groupe de travail s'entend sur le fait qu'il faut faire preuve de prudence si on utilise des données découlant d'essais sur le terrain qui présentent une perte supérieure à 30 %. Si l'ajustement des données pour tenir compte de la perte de stabilité en entreposage est jugé opportun, la LMR calculée par le tableur devrait être divisée par 1 moins le pourcentage de la perte (exprimé sous forme décimale). Par exemple, si le tableur a calculé une LMR de 15 ppm et que 25 % de l'échantillon analytique est perdu en entreposage, la LMR proposée devrait être :
 $15 \div (1 - 0,25) = 20 \text{ ppm}$.

Les membres du groupe de travail s'entendent sur le fait que des taux de récupération analytique se situant entre 70 % et 120 % sont acceptables et ne recommandent pas l'ajustement des teneurs en résidus pour tenir compte de la récupération puisque les laboratoires chargés de l'application des normes présentent probablement des taux de récupération semblables. Toutefois, le groupe de travail recommande, comme c'est le cas pour la perte de stabilité en entreposage, que la décision d'ajuster ou non les teneurs pour tenir compte du taux de récupération soit prise au cas par cas, mais recommande également de ne pas utiliser de données découlant d'essais sur le terrain dont les taux de récupération ne tombent pas dans la fourchette de 70 % à 120 %.

En dehors des pays de l'ALENA, des catégories de teneurs de résidus sont fréquemment utilisées pour arrondir les LMR calculées. Cette approche peut se traduire par des LMR finales qui sont sensiblement plus élevées que les valeurs calculées. Par contre, le fait de

fixer le nombre de décimales (p. ex., dixièmes, centièmes) ou le nombre de chiffres significatifs régissant l'arrondissement des valeurs peut se traduire par un degré de précision incorrect et pourrait entraîner la prolifération du nombre de LMR. Afin de trouver un équilibre entre ces différentes approches, le groupe de travail a élaboré une procédure qui précise le nombre de chiffres significatifs à utiliser et la valeur décimale à laquelle arrondir les valeurs en fonction de l'ordre de grandeur des LMR calculées. La procédure recommandée par le groupe de travail pour arrondir les LMR calculées par le tableur est présentée au tableau 1. Elle a été formulée selon l'hypothèse que les valeurs des teneurs en résidus sont exprimées en parties par million (ppm). Ainsi, si la LMR est inférieure à 0,01 ou supérieure à 1 000, les teneurs devraient être converties en parties par milliard (ppb) ou en parties par millier, respectivement. Une fois cette conversion accomplie, la même procédure doit être employée pour arrondir les valeurs calculées. Un bouton « yes/no » est inclus dans le tableur pour permettre à l'utilisateur de visualiser les LMR non arrondies (affichées avec deux décimales après le point) ou qui ont été arrondies selon la procédure recommandée par le groupe de travail.

Tableau 1 Conventions concernant l'arrondissement et les chiffres significatifs pour l'établissement des valeurs de LMR

Valeur de la LMR calculée	Arrondir au prochain multiple de ¹⁰	Nombre de chiffres significatifs
0,01 - 0,10	0,01	1
0,11 - 0,50	0,05	2
0,51 - 2,00	0,1	2
2,01 - 5,00	0,5	2
5,01 - 20,00	1	2
20,01 - 100,00	5	2
100,00 - 1 000,00	10	2

¹⁰ Si la valeur calculée est exactement égale à la limite droite de l'intervalle (p. ex. 0,05, 2,0 ou 5,0), elle ne doit pas être arrondie.

Liste des abréviations

ALENA	Accord de libre-échange nord-américain
ARLA	Agence de réglementation de la lutte antiparasitaire
BPAC	bonnes pratiques agricoles critiques
c.v.	coefficient de variation
CE	Commission européenne
DAAR	délai d'attente avant récolte
DPR	Department of Pesticide Regulation
EPA	Unites States Environmental Protection Agency
EVM	estimation de vraisemblance maximale
LCS	limite de confiance supérieure
LD	limite de détection
LMR	limite maximale de résidus
LPS	limite de prédiction supérieure
LQ	limite de quantification
ND	non détectable
NQ	non quantifiable
PNE	procédures normales d'exploitation
ppb	partie par milliard
ppm	partie par million
UE	Union européenne

Annexe I Exemple de calcul

A. Vérification et ajustement des données

L'ensemble de données découlant des essais sur le terrain de la pymétozine sur la laitue frisée comprend des données pour lesquelles les taux d'application étaient semblables (c.-à-d. $\pm 25\%$ du taux maximum indiqué sur l'étiquette). Bien que tous les DAAR ne se situent pas à $\pm 25\%$ du DAAR minimum indiqué sur l'étiquette, les DAAR de 0 jour et de 1 jour sont jugés suffisamment semblables pour être combinés. Il est également noté qu'aucune des teneurs en résidus n'était inférieure à la LD.

B. Saisie des données dans le tableur

L'ensemble de données, y compris tous les renseignements d'identification et les teneurs en résidus, est entré dans la feuille de calcul intitulée « Data Library ».

FD	FE	FF	FG	FH	FI	FJ	FK	FL
1 EPA	EPA	EPA	EPA	EPA	EPA	EPA	EPA	EPA
2 Pymetrozine	Pymetrozine	Pymetrozine	Pymetrozine	Pymetrozine	Pymetrozine	Pymetrozine	Pymetrozine	Pymetrozine
3 LeafLettuce	LeafLettuce	LeafLettuce	LeafLettuce	LeafLettuce	LeafLettuce MLE	LeafLettuce	NonBellPeppers	NonBellPeppers MLE
4 0-1 Day	3 Days	5 Days	7 Days	7 Days	9 Days	0-1 Day	0-1 Day	3 Days
5								
6								
7 Residues	Residues	Residues	Residues	Residues	Residues	Residues	Residues	Residues
8 0.616	0.136	0.021	0.059	0.059	0.036	0.120	0.120	0.020
9 0.574	0.195	0.127	0.060	0.060	0.037	0.020	0.008	0.020
10 0.838			0.232	0.232		0.021	0.021	
11 0.316			0.036	0.036		0.130	0.130	
12 1.314			0.020	0.011		0.020	0.012	
13 0.977			0.047	0.047		0.024	0.024	
14 0.789			0.168	0.168		0.020	0.020	
15 0.757			0.102	0.102		0.024	0.024	
16 1.403			0.387	0.387				
17 0.492			0.054	0.054				
18 1.938			0.020	0.016				
19 1.036			0.062	0.062				
20 0.136								
21 0.374								
22								
23								
24								
25								
26								
27								
28								
29								
30								
31								
32								

La totalité de l'ensemble de données est copiée à partir de la feuille de calcul « Data Library » vers la feuille de calcul « Data ».

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
1	Regulator:	EPA								
2	Chemical:	Pymetrozine								
3	Crop:	LeafLettuce								
4	PHI:	0-1 Day								
5	App. Rate:									
6	Submitter:									
7		Residues	LN(Residues)	Z-scores						
8		0.616	-0.48	-0.38						
9		0.574	-0.56	-0.66						
10		0.838	-0.18	0.38						
11		0.316	-1.15	-1.55						
12		1.314	0.27	1.00						
13		0.977	-0.02	0.66						
14		0.789	-0.24	0.12						
15		0.757	-0.28	-0.12						
16		1.403	0.34	1.55						
17		0.492	-0.71	-1.00						
18		1.938								
19		1.036								
20		0.136								
21		0.374								
22										
23										
24										
25										
26										
27										
28										
29										
30										
31										
32										

Flowchart / Data Library / **Data** / Probability Plot / MRL Summary / EU Method I / EU Mk

Select destination and press ENTER or choose Paste

Sum=11.56 NUM

Le nouvel ensemble de données compte plus de teneurs en résidus que l'ensemble de données précédent, de sorte qu'il faut remplir les dernières cellules des colonnes C et D, jusqu'aux toutes dernières valeurs de l'ensemble de données.

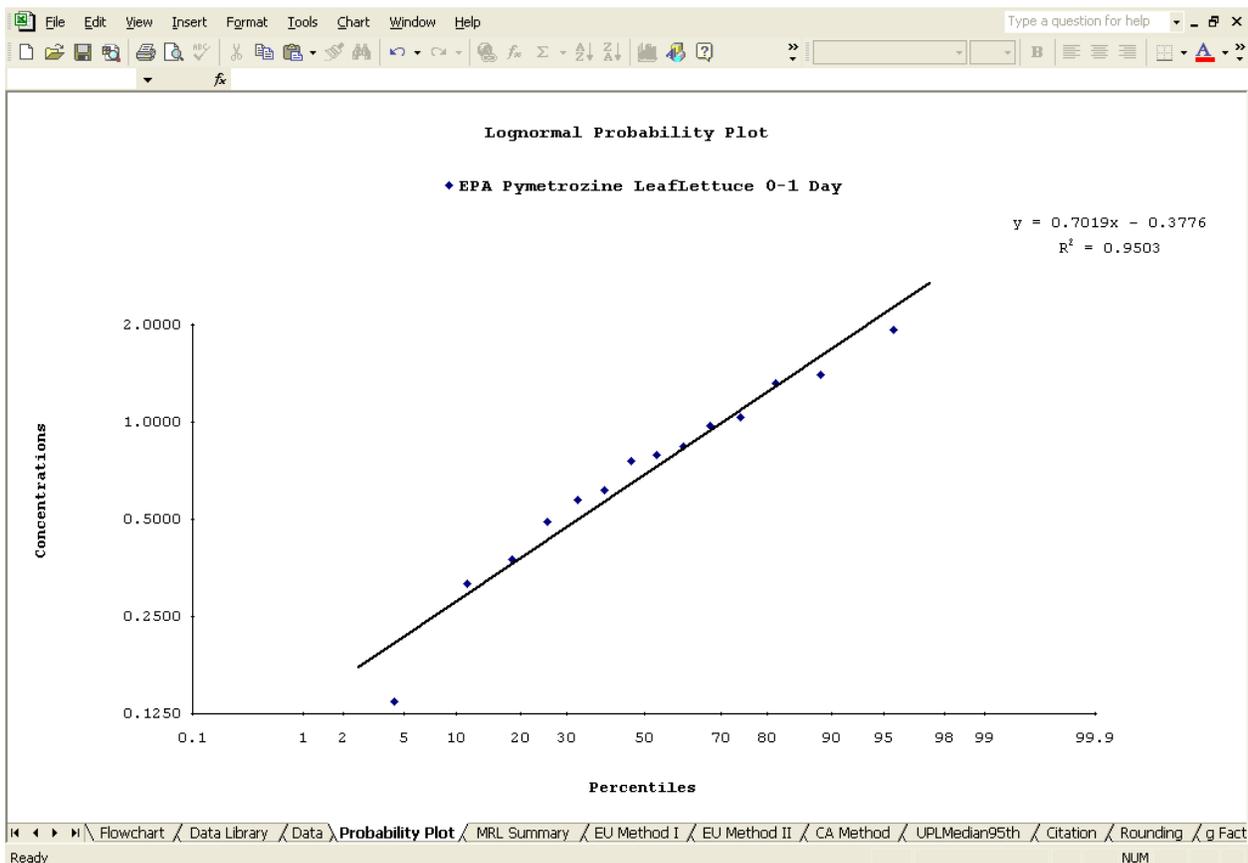
	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
1	Regulator:	EPA								
2	Chemical:	Pymetrozine								
3	Crop:	LeafLettuce								
4	PHI:	0-1 Day								
5	App. Rate:									
6	Submitter:									
7		Residues	LN(Residues)	Z-scores						
8		0.616	-0.48	-0.27						
9		0.574	-0.56	-0.45						
10		0.838	-0.18	0.27						
11		0.316	-1.15	-1.21						
12		1.314	0.27	0.90						
13		0.977	-0.02	0.45						
14		0.789	-0.24	0.09						
15		0.757	-0.28	-0.09						
16		1.403	0.34	1.21						
17		0.492	-0.71	-0.66						
18		1.938	0.66	1.71						
19		1.036	0.04	0.66						
20		0.136	-2.00	-1.71						
21		0.374	-0.98	-0.90						
22										
23										
24										
25										
26										
27										
28										
29										
30										
31										
32										

C. Teneurs en résidus inférieures à la LD et/ou à la LQ

L'ensemble de données ne présente aucune donnée censurée, de sorte qu'il n'est pas nécessaire de tenir compte des estimations fondées sur des techniques d'EVM dans l'estimation de la moyenne et de l'écart-type de l'ensemble.

D. Évaluation de l'hypothèse de lognormalité

Le graphe de probabilité suggère que l'hypothèse de lognormalité est raisonnable pour l'ensemble de données. Le graphe montre que les centiles estimés correspondent très bien aux valeurs réelles (ce qui se traduit par une courbe approximativement droite) et que la valeur la plus élevée des teneurs découlant des essais sur le terrain représente le 95^e ou le 96^e centile.



De plus, l'évaluation qualitative de la lognormalité basée sur le graphe de probabilité est confirmée par le test statistique de Shapiro-Francia (comme l'indique la feuille de calcul intitulée « MRL Summary »), dont la conclusion est qu'on ne peut rejeter l'hypothèse de lognormalité (« Do not reject lognormality assumption »).

	95th Percentile	99th Percentile	99.9th Percentile
EU Method I Normal	1.62 (2.09)	1.95 (2.56)	2.32 (-)
EU Method I Log Normal	2.12 (4.12)	3.38 (8.02)	5.71 (-)
EU Method II Distribution-Free California Method $\mu + 3\sigma$		2.28	
UPLMedian95th		5.34	

Approximate Shapiro-Francia Normality Test Statistic
p-value > 0.05: Do not reject lognormality assumption

Would you like the above values rounded? (Y or N)=> N

NOTE: Rounding is performed and significant figures are presented in accordance with the EPA/PMRA guidance document entitled *Guidance for Setting Pesticide Tolerances Based on Field Trial Data* that accompanies this spreadsheet. Details are provided in this document as well as the worksheet tab labeled "Rounding" located in this workbook.

NOTE: Tabled values in parentheses indicate 95% upper confidence bounds on the point estimates of the 95th or 99th percentiles. No upper confidence bounds on the 99.9th percentile are provided and these are represented by "-". Tabled values that are shown directly without parentheses represent point estimates of the indicated percentile (e.g., 95, 99, or 99.9).

NOTE: Additional details regarding the algorithms and decision rules used by this spreadsheet can be found under the tab labeled "Flowchart" in this workbook.

E. Considération de la taille de l'échantillon

L'ensemble de données compte 14 valeurs; il faut donc tenir compte de la valeur calculée à l'aide de la méthode de la LPS de 95 % sur la médiane (cellule C23) à la prochaine étape, celle du choix de la bonne LMR.

F. Choix de la bonne LMR

L'ensemble de données ne contient aucune teneur en résidus inférieure à la LD (ou la LQ), de sorte qu'il n'est pas nécessaire de faire appel à des techniques d'EVM pour estimer la moyenne et l'écart-type. Le graphe de probabilité et la valeur à tester produite par l'approximation du test de Shapiro-Francia indiquent tous deux que l'ensemble de données présente une distribution approximativement lognormale, de sorte qu'il n'est pas nécessaire d'utiliser une méthode sans égard à la distribution. Toutefois, étant donné que l'ensemble compte moins de 15 valeurs, il faut tenir compte d'une autre méthode de calcul de la LMR (en l'occurrence, la méthode de la LPS de 95 % sur la médiane). La règle du 95/99, qui consiste à choisir la plus faible des deux valeurs entre la LCS de 95 %

sur le 95^e centile (cellule B18) et l'estimation ponctuelle du 99^e centile (cellule C17), permet de conclure que la valeur du 99^e centile (son estimation ponctuelle) doit être retenue. La LMR calculée selon la LPS de 95 % sur la médiane, en l'occurrence 5,34, est supérieure à la LMR découlant de l'application de la règle du 95/99, soit 3,38.

Comme l'indiquent le surlignage gris et les caractères rouges, la valeur du 99^e centile (3,38) est la LMR à retenir. Cette valeur est inférieure à la LCS de 95 % sur le 95^e centile (soit 4,12) et à la LMR calculée à l'aide de la méthode de la LPS de 95 % sur la médiane (5,34).

G. Établissement des LMR

Une fois la bonne LMR sélectionnée, l'analyste doit vérifier s'il convient de l'ajuster pour la perte de stabilité en entreposage et les taux de récupération. Bien qu'il s'agisse là d'importantes étapes du processus d'établissement de la LMR, le tableur ne les fait pas automatiquement. Dans l'exemple présent, il n'est pas nécessaire d'ajuster la LMR pour la perte de stabilité en entreposage ou les taux de récupération.

Par ailleurs, la convention recommandée par le groupe de travail en ce qui concerne l'arrondissement a été intégrée au tableur. Pour obtenir les valeurs de LMR arrondies, on inscrit « Y » (ou « y ») dans la cellule C30 pour indiquer qu'il faut arrondir¹¹. **À la lumière de l'approche d'établissement de LMR décrite dans le présent document, la LMR pour la pymétozine sur la laitue frisée devrait être de 3,5 ppm.**

The screenshot shows a spreadsheet with the following data:

	95th Percentile	99th Percentile	99.9th Percentile
EU Method I Normal	1.7	2.0	2.5
EU Method I Log Normal	(2.5)	(3.0)	(-)
EU Method I Log Normal	2.5	3.5	8.0
EU Method II	(4.5)	(9.0)	(-)
EU Method II Distribution-Free		2.5	
California Method $\mu + 3\sigma$		2.5	
UPL Median 95th		6.0	

Approximate Shapiro-Francia Normality Test Statistic: 0.9503
p-value > 0.05: Do not reject lognormality assumption

Would you like the above values rounded? (Y or N)=> Y

NOTE: Rounding is performed and significant figures are presented in accordance with the EPA/PMRA guidance document entitled *Guidance for Setting Pesticide Tolerances Based on Field Trial Data* that accompanies this spreadsheet. Details are provided in this document as well as the worksheet tab labeled "Rounding" located in this workbook.

¹¹ Si une valeur autre que « Y », « y », « N » ou « n » est saisie dans la cellule C30, un message d'erreur apparaîtra et, par défaut, la valeur de la LMR ne sera pas arrondie.