

Rapport annuel d'activité, année 2019 Laboratoire National de Référence Pesticides par méthodes monorésidus

Nom du responsable du LNR

Marine LAMBERT

Nom du laboratoire où l'activité du LNR est mise en oeuvre

Laboratoire de sécurité des aliments

Nom de l'unité où l'activité du LNR est mise en oeuvre

Unité Pesticides et Biotoxines Marine (PBM)

Nom du ou des laboratoires ayant collaboré avec le LNR dans le cadre de son mandat sur l'exercice considéré

sans objet

Nom des unités ayant collaboré avec le LNR dans le cadre de son mandat sur l'exercice considéré

sans objet

Les faits marquants de l'année

Accréditation de la méthode d'analyse du chlordécone dans le sérum d'origine animale (LSA-INS1233)

Finalisation de l'étude Triplets (convention Direction Générale de l'Alimentation (DGAI)-Anses) établissant des liens de corrélation entre les teneurs en chlordécone retrouvées dans différents tissus provenant d'un même animal (la graisse périrénale, le muscle, le foie et le sérum de bovins en provenance de Martinique (121 "quadruplets"). Envoi du rapport à la DGAI le 20/12/19.

Développement d'une méthode d'analyse du glyphosate et de 3 métabolites (N-acetyl-glyphosate, AMPA, N-acetyl-glyphosate) dans le lait, validation en cours.

Participation à un Essai Inter Laboratoires de Validation d'une des sous-méthodes de la méthode QuPPE à la demande du laboratoire européen de référence (LRUE) pour l'analyse de pesticides par méthodes mono-résidus (en cours).

Abréviations

PBM : Pesticides et Biotoxines Marines (unité)

DGAI : Direction Générale de l'Alimentation

PSPC : Plan de Surveillance/Plan de contrôle

LMR : Limite Maximale de Résidus

EUPT : European Union Proficiency Test

SRM : Single Residue Method

EILA : Essai Inter Laboratoires d'Aptitude

EILV : Essai Inter Laboratoires de Validation

LRUE : Laboratoire Européen de Référence

MRI/MRE : Matériau de Référence Interne/Externe

EFSA : Autorité européenne de sécurité des aliments

SCL : Service Commun des Laboratoires

DER : Direction de l'Évaluation des Risques

1. Méthodes développées ou révisées

Nombre de méthodes développées ou révisées proposées à l'autorité compétente

2 méthode(s)

Intitulé et brève description de chacune de ces méthodes

LSA-INS-0164 : Méthode de dosage des résidus de chlordécone dans les denrées d'origine animale

Révision majeure de la méthode officielle (revalidation sur la matrice graisse).

Le chlordécone est extrait de l'échantillon par un mélange de solvants organiques (hexane/acétone (et acétonitrile/dichlorométhane pour la graisse)) et transféré dans une phase aqueuse après transformation en chlordécone-hydrate (hydrosoluble) en présence de soude. La phase aqueuse est rincée à l'hexane pour en éliminer la matière grasse. Le chlordécone est reformé en milieu acide, puis extrait par un mélange hexane/acétone. L'extrait est ensuite analysé par chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse en tandem et la quantification du chlordécone est réalisée par dilution isotopique (étalon interne marqué ajouté à la matrice avant extraction).

LSA-INS-1299 : Dosage de pesticides polaires anioniques et de leurs métabolites dans les denrées alimentaires d'origine animale

Nouvelle méthode validée sur la matrice lait.

La méthode décrite est destinée au dosage des pesticides suivants dans le lait :

- Le Glyphosate et ses métabolites l'acide aminométhylphosphonique (AMPA), le N-Acetyl-Glyphosate et le N-Acetyl-AMPA
- L'Éthéphon et son métabolite l'acide 2-Hydroxyethylphosphonic (HEPA ou hydroxy-éthéphon)
- Le Glufosinate et ses métabolites l'acide 3-Méthylphosphinopropionique (MPPA) et le N-Acetyl-Glufosinate

La méthode d'analyse est basée sur la méthode QuPPE (Quick Polar Pesticides) du laboratoire européen de référence pour l'analyse de résidus de pesticides selon des méthodes mono-résidus (EURL-SRM) dont la première étape consiste en une extraction liquide-liquide par du méthanol acidifié, complétée par l'ajout d'acide éthylènediaminetétraacétique (EDTA) et d'acide formique. Après centrifugation cryogénique, l'extrait est purifié par SPE puis filtré par ultracentrifugation.

Le dosage s'effectue par chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse en tandem (CL-SM/SM) en présence d'étalons internes marqués isotopiques.

Nombre total de méthodes transférées par le LNR à son réseau dans l'année

1 méthode(s)

Intitulé de chacune des méthodes transférées

LSA-INS-0164 : Méthode de dosage des résidus de chlordécone dans les denrées d'origine animale (révision)

2. Matériels biologiques ou chimiques, échantillons et souches d'intérêt

Information disponible auprès du LNR.

3. Activités d'analyse

3.1 Analyses officielles de première intention

Nombre d'analyses officielles de première intention réalisées dans l'année (de biotypage, sérotypage, caractérisation moléculaire...)

0 analyse(s)

Détail par type d'analyse de première intention

70 échantillons de laits en attente d'analyse dans le cadre du PS/PC glyphosate 2019.

3.2 Analyses officielles de confirmation

Nombre d'analyses officielles de seconde intention réalisées dans l'année (de biotypage, sérotypage, caractérisation moléculaire...)

2 analyse(s)

Détail par type d'analyse de confirmation

Confirmation de 2 échantillons d'œuf issus des Plans de surveillance/Plans de contrôle (PSPC) chlordécone dans les œufs de 2018, dont la teneur en chlordécone dépassait la Limite Maximale de Résidu (LMR ; 0,02 mg/kg).

3.3 Autres analyses

Nombre estimé d'autres analyses (non officielles) réalisées dans l'année en lien avec le mandat de LNR

678 analyse(s)

Détail par type d'autres analyses

European Union Proficiency Test – Single Residue Method (EUPT SRM-14) : 54 analyses (2 échantillons)

BIPEA CIL 19c n°1719 (pomme de terre) : 24 analyses (1 échantillon)

Projet INSSICCA : 600 analyses (300 échantillons)

3.4 Essais interlaboratoires d'aptitude auxquels le LNR a participé dans l'année

Détail des essais interlaboratoires d'aptitude (EILA) auxquels le LNR a participé dans l'année, dans le cadre : National; UE (en particulier les EILA organisés par le LRUE); International

Le LNR Pesticides mono-résidus a participé à l'essai inter-laboratoires européen EUPT SRM 14 organisé par le Laboratoire Européen de Référence (LRUE) SRM sur le foie bovin.

Le LNR Pesticides mono-résidus a également participé à l'essai interlaboratoires BIPEA CIL 19c n°1719 (retraitement des résultats des laboratoires agréés par le LNR ;

Anses_LSAI_2019_11_PBL-Pest-BIPEA mono) sur la pomme de terre.

4. Activités de production et de contrôle de matériaux de référence et de réactifs biologiques

Le LNR produit des réactifs à usage du LNR uniquement

Non

Le LNR produit des réactifs à usage du LNR et du réseau

Non

Le LNR produit des matériaux de référence à usage du LNR uniquement

Non

Le LNR produit des matériaux de référence à usage du LNR et du réseau

Oui

Types de matériaux de référence produits et fournis (MRE, MRI, contrôle positif ou négatif, autre)

À chaque EILA organisé par le LNR, du matériel de référence est fabriqué en surnombre afin de pouvoir être utilisé par la suite comme matériel de référence interne pour les besoins du LNR ou pour en faire bénéficier les laboratoires officiels du réseau lorsque cela est nécessaire.

Format (sérum, souche, produit chimique, autre) de ces matériaux de référence

Les matrices concernées sont la graisse périrénale, la patate douce, la chair de poisson, l'ensemble de ces matrices étant contaminées artificiellement par des résidus de pesticides.

Ces matériels sont disponibles pour les laboratoires officiels sur demande. Cependant, le LNR ne peut garantir la stabilité de ces matériaux, les études de stabilité n'étant pas réalisées au-delà de la période de l'exercice. Le LNR utilise ces MR pour chlordécone pour les habilitations de personnel et en contrôle qualité dans les séries d'analyse.

Nombre de lots produits dans l'année

A ce jour, plus d'une cinquantaine de matériaux de référence internes/externes (MRI/MRE) sont disponibles à l'état congelé (-20°C) au LNR.
En 2019, aucun matériau de référence n'a été produit.

Nombre d'unités distribuées au plan national

0

Aucune demande de la part des laboratoires agréés.

Analyse de l'évolution (augmentation, diminution) des tendances en termes d'activité sur les 5 dernières années

Diminution du nombre de matériaux de référence produits car pas d'EILA organisé par le LNR en 2019, en accord avec la DGAI.

Le LNR réalise des contrôles de réactifs commerciaux

Non

5. Activités d'appui scientifique et technique

5.1 Demandes d'appui scientifique et technique (AST) des ministères (de l'agriculture, de la santé, etc...) ou d'instances européennes ou internationales qui concernent le domaine de compétence du LNR

Nombre de demandes d'AST reçues dans l'année

1 demande(s)

Nombre de rapports d'AST rendus dans l'année, issus de demandes de l'année ou de l'année précédente

1 rapport(s)

Détail des demandes d'AST, le cas échéant numéro de saisine pour les demandes de portée nationale ayant fait l'objet d'un traitement en Comité de Traitement des Saisines, et noms des mandataires de ces demandes

- Avis sur le projet du Working document on pesticides to be considered for inclusion in the national control programmes to ensure compliance with maximum residue levels of pesticides residues in and on food of plant and animal origin SANCO/12745/2013

-Participation à la révision du LAB GTA 26 : Analyses de résidus de pesticides et de contaminants organiques dans les denrées alimentaires destinées à l'homme ou aux animaux et les matrices biologiques d'origine animale

- Discussion et vote sur la révision du guide SANTE 2019 lors du workshop annuel des 4 LRUE pesticides.

- Relecture du tableau A servant pour paramétrer SIGAL (BIPSE)

- Relecture des instructions techniques de la DGAI

- Echanges avec la DGAI

- Rapport de synthèse n° PBM/2019/01 Dosage de chlordécone dans le sérum de bovins en Martinique et Guadeloupe, et corrélation avec les concentrations retrouvées dans la graisse périrénale, le foie et le muscle (suite étude TRIPLET, Convention 526B)

5.2 Autres expertises

Les membres de l'équipe du LNR peuvent avoir des activités d'expertise (internes: CES, GT ou externe: EFSA...) ou des activités auprès de commissions de normalisation (Afnor...).

À titre intuitu personae : 1 membre du groupe de travail "Méthodes Analytiques dans l'Alimentation"

À titre intuitu personae : 3 membres de :

- la Commission générale V03B " Méthodes d'analyses horizontales des denrées alimentaires " et de son groupe de travail GM3/4 " Pesticides "
- CEN/TC 275/WG 4 Working group Pesticides in foods of plant origin, devenu " CEN/TC 275/WG 4 Working group Pesticides " depuis novembre 2017

À titre intuitu personae :

- 1 membre du GECU eau de mer propre en réponse à la SAISINE EAUX 2018-SA-0183
- 1 Expert rapporteur dans le cadre de la saisine " Demande d'avis relatif à un projet d'arrêté relatif aux méthodes d'analyse utilisées dans le cadre du contrôle sanitaire des eaux "
- 1 Expert au GT phytopharmacovigilance
- 1 Membre du Comité Scientifique Chimie du laboratoire national de métrologie et d'essais (LNE)

5.3 Dossiers de demande d'agrément

Nombre de dossiers de demande d'agrément étudiés dans l'année

0 dossier(s)

5.4 Activités d'appui ou de conseil aux autorités ou aux professionnels

- échanges téléphoniques et par mails avec DGAI (en général 1 à 2 fois par mois minimum) : mise à jour Tableau A, avis sur instructions techniques, avis sur les méthodes analytiques, avis sur l'interprétation des référentiels pesticides (guide SANTE notamment.)
- pas d'activités d'appui aux professionnels

6. Animation du réseau de laboratoires agréés ou reconnus

6.1 Description du réseau

Animation d'un réseau de laboratoires agréés

Oui

Nombre de laboratoires agréés dans le réseau

8 laboratoires

Animation d'un réseau de laboratoires reconnus

Non

6.2 Essais interlaboratoires d'aptitude

6.2.1 Organisation d'essais interlaboratoires d'aptitude

Nombre d'EILA organisés par le LNR au cours de l'année

0 EILA

6.2.2 Exploitation de résultats d'essais interlaboratoires d'aptitude organisé par un tiers

Le LNR exploite les résultats d'EILA organisé(s) par un (des) tiers (LRUE, autre...)

Oui

Nombre d'EILA organisés par un tiers dont les résultats ont été exploités par le LNR au cours de l'année

1 EILA

Nom de l'EILA organisé par un tiers

Anses_LSAI_2019_11_PBL-Pest-BIPEA mono : Analyse de pesticides dans la pomme de terre - évaluation de la performance des laboratoires à partir des résultats obtenus à l'EIL du BIPEA Cil 19c n°1719

Nom de l'organisateur

BIPEA

L'EILA est-il réalisé sous accréditation "17043"?

Oui

Nombre de laboratoires agréés participants

8 laboratoire(s) agréé(s)

Le LNR a-t-il participé à l'EILA?

Oui

Nombre de laboratoires participants en cours de demande d'agrément

0 laboratoire(s) en demande d'agrément

Nombre de laboratoires agréés dont la performance individuelle a été jugée non satisfaisante par le LNR**

5 laboratoire(s) agréé(s)

Nature des écarts

z-scores > 2

Faux-négatif

Écarts aux instructions

Gestion des écarts : actions mises en œuvre pour l'identification des causes et définition des mesures correctives

en cours

Suivi de décisions sur l'agrément

en cours

Evolution du réseau dans le temps

en cours

6.3 Autres actions visant à vérifier l'aptitude des laboratoires

Actions mises en œuvre

sans objet

(**) au sens de la norme 17043

6.4 Formation, organisation d'ateliers

Nombre de journées d'échange et de restitution rassemblant les laboratoires agréés du réseau, organisées dans l'année

1 journée(s)

Détail de ces activités et nombre de participants par journée

L'atelier annuel de travail des 4 Laboratoires Nationaux de Référence (LNR) pour l'analyse de résidus de pesticides dans les denrées alimentaires est programmé le 23/24 mars 2020 à l'Anses au Laboratoire de Sécurité des Aliments de Maisons Alfort.

Nombre de sessions de formation des personnels des laboratoires agréés aux méthodes utilisées pour les contrôles officiels, organisées dans l'année

0 session(s) de formation

Autres formations dans le cadre des activités du LNR

Formation théorique et pratique de trois ingénieurs du laboratoire SFDA d'Arabie Saoudite sur les missions LNR, les référentiels (guides et réglementation), la validation de méthode, les contrôles qualités, et sur les méthodes utilisées par le laboratoire, pendant 3 jours. Présentation des activités du laboratoire aux encadrants du laboratoire SDFA, 1 journée

6.5 Organisation d'autres essais interlaboratoires (EIL)

Nombre d'EIL de validation (EILV) organisés par le LNR au cours de l'année

0 EILV

Nombre d'EIL de transfert (EILT) organisés par le LNR au cours de l'année

0 EILT

7. Surveillance, alertes

7.1 Surveillance programmée par l'autorité sanitaire, notamment PS/PC et prophylaxie officielle en santé animale

L'autorité sanitaire a mis en œuvre dans l'année une surveillance programmée dans le champ du LNR

Oui

7.2 Autres activités de surveillance

Le LNR est impliqué dans des activités de surveillance autres que celle programmée par l'autorité sanitaire

Oui

Cadre de ces activités

Biotox - Piratox

Activités dans lesquelles le LNR a été impliqué dans le cadre de "Biotox - Piratox"

Réalisation d'analyses de première intention ; Réalisation d'analyses de confirmation

7.3 Fiches d'alerte ou de signal

Le LNR a émis dans l'année des fiches d'alerte ou de signal dans Salsa (système d'alerte sanitaire de l'Anses)

Non

8. Activités de recherche en lien avec l'activité de référence

Acronyme	Titre	Statut
ANR project INSSICCA	INnovative Strategies to establish Safe livestock rearing systems In Chlordecone Contaminated Areas – A model approach developed in the French West Indies to be implemented worldwide in contaminated areas	en cours
MET-PEST	Multi-approach determination of metal based pesticides in food	terminé
TRIPLET-sérum	Etude de la corrélation de la teneur en chlordécone entre le sérum et la graisse, le muscle, et le foie de bovins	terminé

9. Relations avec le CNR

Existence d'un CNR dont le mandat recouvre au moins en partie celui du LNR

Non

10. Relations avec le LRUE

Détention d'un mandat LRUE qui recouvre au moins en partie celui du LNR

Non

Existence d'un LRUE dont le mandat recouvre au moins en partie celui du LNR

Oui

Intitulé du LRUE

Residues of pesticides (single residues methods)

Le LNR a participé au Workshop organisé par le LRUE

Oui

Le LNR a participé à une formation organisée par le LRUE

Oui

Relations avec le LRUE

Questions posées par le LNR

Echanges sur les méthodes analytiques mono-résidus et sur le document guide SANTE /11813/2017

Points particuliers ou d'actualité sur l'année, à signaler

Présentation par le LNR du développement en cours de notre méthode de dosage du glyphosate (et métabolites) dans le lait lors de la formation organisée par le LRUE-SRM (Stuttgart) en octobre 2019.

11. Détention d'autres mandats de référence au niveau international

Autres mandats détenus par le LNR dans le même domaine de compétences

LNR pesticides dans les denrées alimentaires d'origine animale et produits à forte teneur en matière grasse

Annexes

Liste des publications et communications 2020 dans le cadre du mandat de LNR Pesticides par méthodes mono-résidus

Publications scientifiques nationales et internationales *(Revue à comité de lecture)*

Sirot V., Rivière G., Leconte S., Vin K., Traore T., Jean J., Carne G., Gorecki S., Veyrand B., Marchand P., Le Bizec B., Cravedi J-P., Feidt C., Vasseur P., Lambert M., Inthavong C., Guérin T., Hulin M. “French infant total diet study: Dietary exposure to heat-induced compounds (acrylamide, furan and polycyclic aromatic hydrocarbons) and associated health risks”. *Food and Chemical Toxicology*, 130, 308-316 (2019).

Communications internationales

Chanthadary Inthavong, Julien Parinet, Karelle Huby, Laurent Noël, Thierry Guérin, , Gwenaëlle Lavison-Bompard, Marine Lambert. 2019. “ Distribution study of Chlordecone in different bovine matrices sampled in French West Indies”, *RAFA, Prague, République Tchèque, 5-8 novembre 2019* (poster)

Dirtu A. C., Lavison-Bompard G., Antoine Ducrocq, Inthavong C., Guérin T., Jitaru P. “Multi-approach determination of dithiocarbamate fungicides and of their degradation products in fruits and vegetables”. *XVI Symposium in Pesticide Chemistry -Advances in risk assessment and management*, 3-5 September 2019, Piacenza, Italie. (poster)

Dirtu A. C., Lavison-Bompard G., Antoine Ducrocq, Inthavong C., Guérin T., Jitaru P. “Multi-Approach Determination of Dithiocarbamate Fungicides and of their Degradation Products in Fruits and Vegetables”. *4th IMEKOFODDS Conference-Metrology supporting emerging food topics*, Brussels (Tervuren), Belgique, 16-18 septembre 2019. (communication orale)