



Rapport annuel d'activité, année 2020
Laboratoire National de Référence
Pesticides dans les denrées alimentaires d'origine animale et
produits à forte teneur en matière grasse
(groupes B2c, B3a sauf PCB et dioxines et B3b selon l'annexe I de
la directive 96/23/CE du Conseil)

Nom du responsable du LNR

Dary INTHAVONG

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

Laboratoire de sécurité des aliments

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

Unité Pesticides et Biotoxines Marines (PBM), site de Maisons-Alfort

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

Laboratoire de Sophia Antipolis (laboratoire associé)

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

Unité de Pathologie de l'Abeille (UPA)

Les faits marquants de l'année

UPBM :

Afin de répondre au règlement d'exécution UE (2020/585) de la Commission du 27 Avril 2020 concernant un programme de contrôle, pluriannuel et coordonné, de l'Union Européenne destiné à garantir le respect des teneurs maximales en résidus de pesticides dans les denrées alimentaires d'origine animale, la DGAI a missionné le LNR Pesticides DAOA pour la mise en place de deux nouvelles méthodes d'analyse de type multirésidus sur la matrice foie. Ces méthodes développées, en cours de validation seront appliquées aux prélèvements d'environ 70 échantillons de foie de bovin (PSPC 2020). Les résultats de ces analyses sont destinés à être transférés à la Commission Européenne en Mars 2021.

Démarrage de 3 thèses en septembre 2020 :

thèse AMPHIBIE : Caractérisation de la contamination en produits phytosanitaires, pharmaceutiques et additifs de plastiques dans les huîtres et les moules du bassin de Marennes-Oléron

2 thèses dans le cadre du projet « ANR ALIMOMIC » : Quest of Pesticides in Foodstuff by using High Resolution Mass Spectrometry: targeted and untargeted approach

UPA :

Le laboratoire de Sophia Antipolis a poursuivi ses travaux de développement analytique et de validation visant à étendre le spectre de molécules recherchées. Une méthode de dosage des métabolites de l'amitrazé dans le miel par LC-MS/MS a été développée.

La méthode de dosage des néonicotinoïdes dans le pollen par LC-MS/MS a été révisée afin d'inclure le sulfoxaflor dans cette méthode suite à la demande du dispositif national de phyto-pharmacovigilance (PPV), d'où développement d'une nouvelle méthode d'analyse dans le pollen.

Abréviations

- AO : Animal Origin
- DER : Direction de l'Evaluation des Risques
- DGAI : Direction Générale de l'Alimentation
- EFSA : Autorité européenne de sécurité des aliments
- EILA : Essai Inter Laboratoires d'Aptitude
- EUPT : European Union Proficiency Test
- GC-MS/MS : Chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse en tandem
- LC-MS/MS : Chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse en tandem
- LMR : Limite Maximale de Résidus
- LNR : Laboratoire national de référence
- LRUE : Laboratoire de référence de l'Union européenne
- MRI/MRE : Matériau de Référence Interne/Externe
- PBM : Pesticides et Biotoxines Marines (unité)
- PPV : Phyto-pharmacovigilance
- PSPC : Plan de Surveillance/Plan de contrôle
- PT : Proficiency test
- SCL : Service Commun des Laboratoires
- UPA : Unité de Pathologie de l'Abeille

1. Méthodes développées ou révisées

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

0 méthode(s)

Intitulé et brève description de chacune de ces méthodes

Sans objet

Informations complémentaires

UPBM :

3 méthodes développées :

Méthode de dosage du fipronil et du fipronil sulfone dans la matrice muscle + peau (Extension méthode INS 1216). Le protocole est basé sur la méthode QuEChERS (extraction à l'aide de solvant suivi d'une purification sur phase solide dispersive). La méthode INS 1216 est utilisée par le LNR en interne actuellement pour répondre aux PSPC fipronil dans le muscle de volaille en 2020.

Méthode de dosage du famoxadone dans la matrice muscle + peau (méthode INS 1495). Le protocole est basé sur la méthode QuEChERS (extraction à l'aide de solvant suivi d'une purification sur phase solide dispersive). La méthode INS 1495 est utilisée par le LNR en interne actuellement pour répondre aux PSPC famoxadone dans le muscle de volaille en 2020.

Méthode rapide de dosage des pesticides organochlorés et de pyrethrinoides dans la graisse par chromatographie en phase gazeuse couplée à la spectrométrie de masse en tandem (INS 1253). Le protocole est basé sur la méthode QuEChERS, séparation liquide/liquide suivie d'une purification sur phase solide (SPE dispersive). Les extraits sont ensuite analysés en GC-MS/MS.

La méthode INS 1253 est destinée à être transférée aux laboratoires du réseau, sa demande d'accréditation est programmée début 2021.

Mise en place de 2 méthodes de dosage multirésidus de pesticides en GC et LC-MS/MS dans la matrice foie. Ces deux méthodes développées, en cours de validation présentent des protocoles similaires à savoir basés sur la méthode de type QuEChERS, séparation liquide/liquide suivie d'une purification sur phase solide (SPE dispersive) EMR lipid d'une part et de phase C18 PSA d'autre part. Les extraits sont ensuite analysés en GC-MS/MS pour les pesticides apolaires, et en LC-MS/MS pour les pesticides plus polaires. Ces deux méthodes sont destinées à être appliquées aux échantillons de foie prélevés en 2020.

UPA :

Méthode de dosage des métabolites de l'amitraz et du diméthoate dans le miel par LC-MS /MS. Cette méthode développée par le laboratoire permet de doser dans le miel par LC-MS/MS les métabolites de l'amitraz (DMA, DMF, DMPF) et le diméthoate après extraction par dissolution.

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

0 méthode(s)

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...)

476 analyse(s)

Détail par type d'analyse de première intention

UPBM :

- réalisation des analyses officielles du PSPC fipronil (et métabolite) 70 échantillons de PSPC lait 2019 (comptabilisé en 2020)
- réalisation des analyses officielles du PSPC fipronil (et métabolite) dans les œufs (72 échantillons) en 2020
- réalisation des analyses officielles du PSPC fipronil (et métabolite) dans le muscle de volaille + peau (70 échantillons) en 2020,
- réalisation des analyses officielles du PSPC famoxadone dans le muscle de volaille + peau (70 échantillons) en 2020
- réalisation des analyses officielles du PSPC OC PYR dans le foie (70 échantillons) en 2020 - en attente non comptabilisés
- réalisation des analyses officielles du PSPC OP (y compris fipronil) dans le foie (70 échantillons) en 2020 en attente non comptabilisés
- analyse de DDT : cas suspicion graisse ovine (3 prélèvements)

UPA :

- Réalisation des analyses officielles du PSPC dans le miel : analyses multirésidus (50 échantillons), analyses néonicotinoïdes (50 échantillons) et métabolites de l'amitraze (50 échantillons).
- Réalisation des analyses des miels envoyés par les PIF : analyses multirésidus (5 échantillons), analyses néonicotinoïdes (4 échantillons) et métabolites de l'amitraze (5 échantillons).
- Réalisation des analyses de néonicotinoïdes dans le pollen (27 échantillons).

3.2 Analyses officielles de confirmation

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

0 analyse(s)

Détail par type d'analyse de confirmation

Sans objet

3.3 Autres analyses

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

347 analyse(s)

Détail par type d'autres analyses

UPBM :

EILA FAPAS graisse de porc : 15 analyses (70 analytes à rechercher).

AMI EVEAT (master 2 « Traquer les pesticides et les contaminants dans les études de l'alimentation totale grâce à la chromatographie liquide couplée à la spectrométrie de masse haute résolution et aux approches ciblée et non-ciblée » : analyses de 100 échantillons de baby food pour évaluer la performance de la méthode.

UPA :

Analyses non officielles et autres analyses réalisées dans le cadre de projet de recherche et développement :

- Recherche multirésidus dans le miel par GC-MS/MS : 1
- Recherche des néonicotinoïdes dans le miel par LC-MS/MS : 10
- Recherche des métabolites de l'amitraze dans le miel par LC-MS/MS : 33
- Recherche multirésidus dans le miel par LC-MS/MS : 30
- Recherche des néonicotinoïdes et du sulfoxaflor dans le pollen par LC-MS/MS : 158

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**

UPBM :

A titre exceptionnel et avec accord du BERL de la DGAI, le LNR n'a pas participé à l'exercice PT AO 15 (matrice huile de colza) organisé par le LRUE car la matrice proposée ne fait pas partie du domaine de compétence du LNR

Exercice Screening SM 12 matrice oignons (recherche non ciblée)

Le LNR Pesticides DAOA a participé au PT FAPAS Graisse de porc

UPA :

Le laboratoire de Sophia Antipolis a participé à l'EILA organisé par le BIPEA (analyses acaricides, multirésidus et néonicotinoïdes dans le miel).

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

Non

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

0 demande(s)

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

0 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

Sans objet

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...).

UPBM :

- Contribution pour l'élaboration du protocole dédié à la collecte des aliments autoproduits et du cahier des clauses techniques particulières dans le cadre de l'étude Anses PestiRiv (Etude d'exposition aux pesticides chez les riverains de zones viticoles et non-viticoles)
- Participation à la mise en place de la 3ème Etude de l'Alimentation Totale (EAT3)

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 groupe de travail "Méthodes Analytiques dans l'Alimentation"
- 1 membre du groupe de travail V03-110 "Protocole de caractérisation en vue de la validation d'une méthode d'analyse quantitative par construction du profil d'exactitude"
- 1 expert au groupe de travail Phytopharmacovigilance
- 1 membre du Comité Scientifique Chimie du laboratoire national de métrologie et d'essais (LNE)
- 1 membre du comité de thèse « Nouvelles méthodes d'analyses des produits de transformation de la chlordécone afin de comprendre les capacités du vivant à dégrader ce pesticide récalcitrant » (LGBM, UMR Génomique Métabolique, Genoscope/CEA)
- 1 expert au groupe de travail couvrant le thème du développement des analyses ciblées et non-ciblées en spectrométrie de masse haute résolution jusqu'au développement de la métabolomique (HRMET) : participation aux travaux du groupe (1 réunion par mois). Ce GT a été créé dans le cadre de la transversalité " Exposition & Toxicologie des contaminants chimiques " (Anses).

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

UPA :

- Groupe de travail sur les résidus dans les produits de la ruche au sein de l'International Honey Commission - World Network of Honey and Bee Product Science (membre du groupe).
- Groupe de travail couvrant le thème du développement des analyses ciblées et non-ciblées en spectrométrie de masse haute résolution jusqu'au développement de la métabolomique (HRMET) de l'ANSES : participation aux travaux du groupe.

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

UPBM :

- échanges téléphoniques et par mails avec DGAI (en général 2 fois par mois minimum)
- Relecture et révision du tableau A servant pour paramétrer SIGAL (BIPSE, B3CP) et du LabCam (5 jours)
- Relecture des instructions techniques de la DGAI (3 jours)
- Révision des fiches de plan dans le cadre des PSPC (BISPE) (10 jours)
- Avis sur le projet de révision de la Directive 2002/657 (2 jours)

UPA :

- Régulièrement, le laboratoire de Sophia Antipolis reçoit, par téléphone ou par e-mail, des demandes de renseignements de la part de la filière apicole (DGAI, DD(CS)PP, PIF, SRAL, apiculteurs, vétérinaires, techniciens sanitaires apicoles, instituts techniques, organisations apicoles) (4 fois par mois minimum).
- Relecture et révision du tableau A servant pour paramétrer SIGAL (BIPSE, B3CP) et du LabCam (1 jour).
- Relecture des instructions techniques de la DGAI (2 jours).
- Révision des fiches de plan dans le cadre des PSPC (BISPE) (1 jour).

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

9 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...)

Non

6.3 Autres actions visant à vérifier l'aptitude des laboratoires

Actions mises en œuvre

En accord avec la DGAI, il n'y a pas eu d'organisation d'EILA ni de participation au PT test organisé par le LRUE car ce dernier a choisi une matrice ne faisant pas partie du domaine de compétence des laboratoires agréés. Compte tenu de la charge de travail du LNR, nous n'avons pas programmé, en accord avec la DGAI, d'EILA en 2020, considérant le réseau actuel performant suite au suivi des performances au cours de ces 5 dernières années. En revanche le LNR a recommandé aux laboratoires agréés de participer à d'autres EILA existants tel que le FAPAS ou le BIPEA afin de pouvoir évaluer leur performance comme préconisé par la NF ISO EIC 17025.

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

Après plusieurs reports relatifs aux événements de l'année 2020 (grèves, crise sanitaire CoViD19), l'atelier annuel de travail des 4 Laboratoires Nationaux de Référence (LNR) pour l'analyse de résidus de pesticides dans les denrées alimentaires s'est tenu à distance le 12 décembre 2020. Les 4 mandats étaient représentés par : le SCL Paris pour le mandat céréales et aliments pour animaux, le SCL Montpellier pour le mandat fruits et légumes et l'Anses (unité PBM) pour les deux mandats denrées d'origine animale et méthodes mono-résidus. Des représentants de la DGAI, de la Direction de l'Évaluation des Risques (DER), de la Direction de l'Évaluation des Produits Réglementés (DEPR) et de la Direction Scientifique des Programmes (DSP) de l'Anses, et les laboratoires des différents réseaux étaient présents (50 participants environ). Les résultats des EILA 2019-2020 ont été présentés. Le LNR mono-résidus a présenté sa nouvelle méthode d'analyse des pesticides polaires (glyphosate, glufosinate, éthéphon) dans le lait et le foie, et la DGAI est intervenue pour présenter le Working Document relatif aux pesticides à considérer pour inclusion aux plans de contrôle pluri-annuels, les actualités pour les plans de contrôles pesticides dans les denrées alimentaires d'origine animale (avec lecture d'une fiche plan), et la nouvelle réglementation qui remplacera la directive 96/23. Un point particulier a été réalisé pour relayer les informations du LRUE SRM (Single Residus Method) quant aux alertes relatives à la présence d'oxyde d'éthylène dans les graines de sésame. La DEPR est intervenue pour un point d'information sur le nouveau document guide sur les méthodes pré et post homologation. Par ailleurs, un point particulier a été porté sur la transmission des données (sur les échanges de données informatisé (EDI) avec RESYTAL-DGAI) et l'amélioration de la qualité des données issues des PS/PC (projet Qualiplan).

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

Sans objet

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

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
ALIMOMIC	Quest of Pesticides in Foodstuff by using High Resolution Mass Spectrometry: targeted and untargeted approach	en cours
AMPHIBIE	Caractérisation de la contamination en produits phytosanitaires, pharmaceutiques et additifs de plastiques dans les huîtres et les moules du bassin de Marennes-Oléron	en cours
FP	Food Processing et CD	en cours
GT HRMET	Développement des analyses ciblées et non-ciblées en spectrométrie de masse haute résolution jusqu'au développement de la métabolomique	en cours

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 (food of animal origin and commodities with high fat content)

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

Discussions sur la révision du guide SANTE 12682/2019

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

Sans objet

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

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

Aucun

Annexes

Liste des publications et communications 2020 dans le cadre du mandat de LNR DAOA

Les noms des auteurs appartenant au LNR sont soulignés. Les publications de cette liste sont sous presse ou publiées.

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

Bicudo de Almeida-Muradian, L., D. Barth, O. Dietemann, M. Eyer, A. Da Silva de Freitas, A.-C. Martel, G. Marcazzan, C. Marchese, C. Mucignat-Caretta, A. Pascual-Maté, W. Reybroeck, M. Sancho, et J. Gasparotto Sattler. 2020. "Standard methods for *Apis mellifera* honey research." *Journal of Apicultural Research* 59 (3): 1-62. <https://doi.org/10.1080/00218839.2020.1738135>.