



**Rapport annuel d'activité, année 2020  
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 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**

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**

Dans le cadre du plan européen pluriannuel (MultiAnnual Control Programme, MACP), le LNR a été mandaté par la Direction Générale de l'Alimentation (DGAI) afin de développer et valider une méthode d'analyse du glyphosate et de ses métabolites (N-acetyl-glyphosate, AMPA, N-acetyl-AMPA) dans le lait (MACP 2019) et dans le foie (MACP 2020). Le LNR a également validé cette méthode pour l'analyse du glufosinate et de ses métabolites (MPPA, N-acetyl-glufosinate) et de l'éthéphon et de son métabolite (HEPA). Cette méthode a été portée à l'accréditation en 2020.

En l'absence de réseau de laboratoires agréés pour l'analyse de pesticides mono-résidus dans les denrées alimentaires d'origine animale, le LNR a réalisé l'ensemble des analyses de glyphosate dans le lait de vache (MACP 2019) et le foie de bovin (MACP 2020).

Suite à l'alerte RASFF donnée sur la présence d'oxyde d'éthylène dans les graines de sésame à des teneurs supérieures à la LMR, le LNR a assuré la communication entre le LRUE et les laboratoires agréés afin de mobiliser le réseau et transmettre la méthode d'analyse mise au point par le LRUE.

## **Abréviations**

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  
LMR : Limite Maximale de Résidus  
LRUE : Laboratoire Européen de Référence  
MACP : Multi Annual Control Programme  
MRI/MRE : Matériau de Référence Interne/Externe  
PBM : Pesticides et Biotoxines Marines (unité)  
PSPC : Plan de Surveillance/Plan de contrôle  
SCL : Service Commun des Laboratoires  
SRM : Single Residue Method

## **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**

LSA-INS-1299 : Dosage de pesticides polaires anioniques et de leurs métabolites dans les denrées d'origine animale par CL-SM/SM  
Extension de la méthode à la matrice foie.

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

- 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-Methylphosphinopropionic (MPPA) et le N-Acetyl-Glufosinate

La méthode d'analyse est adaptée de 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**

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...)**

133 analyse(s)

#### **Détail par type d'analyse de première intention**

- PSPC glyphosate lait 2019 : 64 analyses (correspondant à 64 échantillons, plan 2019 réalisé en février 2020)

- PSPC glyphosate foie 2020 : 57 analyses (correspondant à 57 échantillons ; + 4 échantillons en attente)

- Suspicion acte de malveillance contre un élevage de moutons (pesticide 2,4-D) : 12 analyses (6 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**

340 analyse(s)

#### **Détail par type d'autres analyses**

European Union Proficiency Test – Single Residue Method (EUPT SRM-15) : 12 analyses (1 échantillon)

Projet INSSICCA : 310 analyses

Projet ChlorPark : 18 analyses

### **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 15 organisé par le Laboratoire Européen de Référence (LRUE) SRM sur le riz.

## **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 périréale, 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 2020, 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 et 2020, 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**  
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...).**

- 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).

### **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 la DGAI (en général 3 à 4 fois par mois minimum) : mise à jour Tableau A servant pour paramétrer SIGAL (BIPSE, B3CP) et du LabCam, relecture des instructions techniques de la DGAI, révision des fiches de plan dans le cadre des PSPC (BISPE, B3CP), 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**

EUPT SRM 15 (riz)

**Nom de l'organisateur**

LRUE Single Residue Method (SRM) (Stuttgart)

**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 (selon le protocole spécifique du LRUE-SRM)

Écarts aux consignes

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

En cours

Ré-estimation des limites de quantification

Vérification de la justesse des solutions étalons

Ré-optimisation de méthode ou implémentation de la méthode préconisée par le LRUE

## **Suivi de décisions sur l'agrément**

pas d'impact

## **Evolution du réseau dans le temps**

Les EUPT organisés chaque année par le LRUE SRM portent sur des matrices et des molécules différentes, cependant les résultats de performance obtenus par les laboratoires agréés du réseau monorésidus sont globalement satisfaisants. Ces EUPT permettent d'observer que les laboratoires agréés ont un taux de couverture relativement étendu pour les pesticides par méthode monorésidus sur des matrices végétales très variées.

## **6.3 Autres actions visant à vérifier l'aptitude des laboratoires**

### **Actions mises en œuvre**

sans objet

## **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 monorésidus. 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

(\*\*) Au sens de la norme 17043

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 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 ; Réalisation d'analyses de confirmation ; Appui scientifique et technique (analyses de données, etc...)



### 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	terminé
ChlorPark	Exposition foeto-maternelle au chlordécone et risques de parkinsonisme : évaluation expérimentale chez des souris conventionnelles et transgéniques « humanisées »	en cours
Food Processing et chlordécone	Food Processing et chlordécone	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 (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

Pas de formation proposée

### Relations avec le LRUE

#### Questions posées par le LNR

Echanges sur les méthodes analytiques, sur les définitions complexes de résidus, et sur la thématique oxyde d'éthylène

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

Discussion sur la révision du guide SANTE 12682/2019 lors du workshop annuel des LRUE pesticides

Suite à l'alerte RASFF donnée sur la présence d'oxyde d'éthylène dans les graines de sésame à des teneurs supérieures à la LMR, le LNR a assuré la communication entre le

LRUE et les laboratoires agréés afin de mobiliser le réseau et transmettre la méthode d'analyse mise au point par le LRUE.

**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 Pesticides par méthodes mono-résidus

*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)

Martin, D., F. Lobo, G. Lavison-Bompard, T. Guérin et J. Parinet. 2020. “Effect of home cooking processes on chlordécone content in beef and investigation of its by-products and metabolites by HPLC-HRMS/MS”. *Environmental International* 144. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.envint.2020.106077>

#### **Communications nationales**

Martin, D. 2020. « Les procédés culinaires peuvent-ils contribuer à épurer les aliments contaminés par la chlordécone? ». 2020. JSDA-Journées scientifiques et doctorales de l'Anses, Maisons-Alfort, France, Septembre 2020.

#### **Communications internationales**

Lambert, M., A. Ducrocq, G. Lavison-Bompard, et C. Inthavong. 2020. “Glyphosate and its metabolites in bovine milk: analytical method optimization and validation” EPRW - 13th European Pesticide Residue Workshop “AT HOME”, Granada, Spain, 11-15 May 2020. (poster)