

Rapport annuel d'activité, année 2024

Laboratoire National de Référence

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

Nom du responsable du LNR
Dary INTHAVONG

Nom du laboratoire où l'activité du LNR est mise en œuvre
Laboratoire de sécurité des aliments -- site de Maisons-Alfort

Nom de l'unité où l'activité du LNR est mise en œuvre
Unité Pesticides et Biotoxines Marines

Nom du (ou des) laboratoire(s) et unité(s) associé(s) dans le cadre du mandat de LNR
Laboratoire de Sophia Antipolis - Unité de Pathologie de l'Abeille

Les faits marquants de l'année

Le LNR pesticides DAOA (Sites Maisons Alfort et Sophia Antipolis) est associé au laboratoire national de référence de Fougères sur les analyses de résidus de médicaments vétérinaires, en particulier sur les insecticides double usage. Cette nouvelle mission fait suite à la mise en vigueur du Règlement UE 2017/625. Plusieurs échanges entre le BGIR, la Commission européenne (Working Group VMPR) et les LNR (Pesticides et RMV) ont eu lieu en 2024 pour discuter des modalités de validation et de rendus des résultats dans le cadre du dosage des SDU issus des plans RMV. En accord avec l'autorité compétente, il a été décidé d'une part, que les validations des Pesticides SDU seront effectuées selon les modalités du référentiel Pesticides (Guide Santé) et d'autre part, que les résultats pour ces SDU seront rendus selon le format "Pesticides" en prenant en compte les LMR. Ces éléments ont été formalisés sur les fiches plan 2024. Le LNR pesticides de Maisons-Alfort a participé en 2024 au programme de recherche SAFFI (Safe Food for Infants in China and the EU) ayant pour l'un des objectifs la recherche des contaminants (pesticides et autres) dans les aliments pour bébé. Pour cela, une méthode de dosage par LCHRMS disponible au sein de l'unité PBM a été appliquée pour l'analyse d'une centaine d'échantillons de Baby food achetés dans le commerce. Les analyses en mode ciblé (incluant des pesticides et des médicaments vétérinaires) ont permis d'identifier 54 composés sur les 900 ciblés. La valorisation de ces travaux est en cours sous forme de publication.

Abréviations

- * AO : Animal Origin
- * BGIR : Bureau de la gestion intégrée du risque
- * 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
- * LCHRMS : Chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse haute résolution
- * 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
- * PPV : Phyto-pharmacovigilance
- * PSPC : Plan de Surveillance/Plan de Contrôle
- * PT : Proficiency test
- * SCL : Service Commun des Laboratoires
- * UPA : Unité Pathologie de l'Abeille
- * UPBM : Unité Pesticides et Biotoxines Marines
- * VMPR : residues of veterinary medicinal products
- * PCF : Poste de Contrôle Frontalier
- * SPE : Solid Phase Extraction
- * dSPE : dispersive Solid Phase Extraction
- * RMV : Résidus de Médicaments Vétérinaires
- * SDU : Substances à Double Usage
- * SAFFI : Safe Food for Infants in China and the EU

1. Méthodes développées ou révisées

Activités relatives au développement de méthodes

Pour UPBM :

* Méthode de dosage multirésidus de pesticides polaires de type organophosphorés en LC-MS/MS dans la matrice œuf (INS 1638) par LC-MS/MS. Cette méthode développée et validée est basée sur la méthode QuEChERS, elle inclut les substances dites à double usage tel que le fipronil et son métabolite recherché dans les plans RMV SDU.

Pour UPA :

* Méthode de recherche multirésidus de pesticides dans le miel par GC-MS/MS (ANA-I1.MOA.50) : Sur la base de la méthode ANA-I1.MOA.50, une méthode a été développée et validée pour l'analyse du fipronil et de son métabolite (fipronil-sulfone) en GC-MS/MS et l'analyse de la fluméthrine et du propargite en LC-MS/MS.

Nombre de méthodes développées ou révisées, prêtes à être mises en œuvre

2 méthode(s)

Intitulé et brève description de chacune de ces méthodes

Pour UPBM : Méthode de dosage multirésidus de pesticides polaires de type organophosphorés en LC-MS/MS dans la matrice œuf (INS 1638). Cette méthode est basée sur la méthode QuEChERS, séparation liquide/liquide suivie d'une purification sur phase solide (SPE dispersive) de type PSA. Les extraits sont ensuite analysés en LC-MS/MS. Cette méthode multirésidus couvre environ 80 molécules dont certaines à double usage, elle a été appliquée aux échantillons d'œuf du MACP Pesticides.

Pour UPA : Méthode de recherche multirésidus de pesticides dans le miel par GC-MS/MS (ANA-I1.MOA.50) : La méthode de base (ANA-I1.MOA.50) a été adaptée pour analyser de nouvelles molécules (fipronil, fipronil-sulfone, fluméthrine et propargite). La méthode développée a été appliquée pour le dosage dans le miel du fipronil et du fipronil-sulfone en GC-MS/MS et de la fluméthrine en LC-MS/MS.

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

472 analyse(s)

Détail par type d'analyse de première intention

Pour UPBM :

* PSPC oeufs de poule : 71 analyses (prélèvements)

* PSPC graisse bovine : 73 analyses (prélèvements)

* PSPC RMV SDU : graisses périrénale, lait, muscle, œufs : environ 100 analyses (prélèvement) au total

Pour UPA : 228 analyses

* Réalisation des analyses des miels dans le cadre des PSPC (DGAI) : analyses multirésidus (56 échantillons), des métabolites de l'amitraze (60 échantillons), du fipronil et de son métabolite, fipronil-sulfone (56 échantillons) et de la fluméthrine (56 échantillons).

* Réalisation des analyses des miels envoyés par les PCF : analyses multirésidus (15 échantillons), des métabolites de l'amitraze (14 échantillons), du fipronil et de son métabolite, fipronil-sulfone (13 échantillons) et de la fluméthrine (13 échantillons).

* Réalisation d'analyses (dans le cadre de contrôle sanitaire et de mortalités d'abeilles) :

- de miels : analyses multirésidus (4 échantillons), des métabolites de l'amitraze (3 échantillons), des néonicotinoïdes (3 échantillons), du fipronil et de son métabolite, fipronil-sulfone (3 échantillons) et de la fluméthrine (3 échantillons).

- de pain d'abeilles : analyse multirésidus (1 échantillon). La tendance pour les 2 unités est vers une augmentation du fait de la mise en place de l'analyse de nouvelles molécules, et de la réalisation des plan RMV SDU.

3.2 Analyses officielles de seconde intention

Nombre d'analyses officielles de seconde intention réalisées dans l'année

12 analyse(s)

Détail par type d'analyse de seconde intention

Pour UPBM : sans objet

Dans le domaine des produits de la ruche, le LNR associé répond à l'ensemble des demandes d'analyses officielles. Une seconde analyse a été faite sur 12 échantillons de miel dont le résultat était supérieur à la limite de quantification.

3.3 Autres analyses

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

1474 analyse(s)

Détail par type d'autres analyses

Pour UPBM : Développement et validation de méthode d'analyse (INS 1638) : 95

Suite développement / extension méthode INS 1253 : 30

Participation aux EUPT / FAPAS : 5

Projet de recherche et développement : 1000 (thèse Emergexpo, SAFFI, thèse EATHRMS, PARC...)

Pour UPA : 344 analyses

* Développement et validation de méthodes d'analyses :

- Méthode de recherche des pesticides (fipronil, fipronil-sulfone, fluméthrine, ...) dans le miel par GC-MS/MS et LC-MS/MS : 81

* Habilitations, participation aux EILA :

- Habilitation et maintien de compétences : 87

- Participation à l'EILA (BIPEA) : 35 analyses de pesticides dans le miel

* Analyses clients extérieurs au laboratoire et dans le cadre de projets de recherche :

- Méthode de recherche des pesticides dans la cire par LC-MS/MS et GC-MS/MS : 6

- Méthode de recherche des pesticides en solutions par GC-MS/MS : 27

- Méthode de recherche des pesticides dans le nectar par LC-MS/MS et GC-MS/MS : 108

Augmentation continue du nombre d'analyses notamment liée aux projets de recherche (UPBM et UPA) sur les 5 dernières années.

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

Pour UPBM :

* UE : EILA FAPAS graisse de porc EUPT AO 19 Pesticides in Beef meat (EUPT-AO19 -2024)

ILS F-01 (2024) : Pesticides in Fish ILS Pyr-02 (2024) : Pyrethroids solution

Pour UPA :

* Participation à l'EILA organisé par le BIPEA (analyses multirésidus en GC-MS/MS et LC-MS/MS, analyses des métabolites de l'amitraze et des 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 ...) 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

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

AST 2023-SA-0201 : Saisine de l'Anses relative à la priorisation des résidus de pesticides à surveiller dans les denrées alimentaires d'origine animale (DAOA) et les denrées alimentaires d'origine végétale(DAOV).

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, CEN, ISO...).

Pour UPBM :

- 2 membres de la Commission générale V03B " Méthodes d'analyses horizontales des denrées alimentaires " et 2 membres de son groupe de travail GM3/4 " Pesticides " (2 à 3 réunions par an)
 - 2 membres de CEN/TC 275/WG 4 Working group Pesticides (2 à 3 réunions par an)
 - 2 experts au groupe de travail AFNOR V03B/GT ETO pour la mise en place d'une norme pour l'analyse de l'oxyde d'éthylène et du 2-chloroethanol dans les denrées alimentaires (2 à 3 réunions par an)
 - 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. Ce GT a été créé dans le cadre de la transversalité " Exposition & Toxicologie des contaminants chimiques " (Anses) (4 à 5 réunions par an)
 - 1 expert comité Ecophyto R&I : participation aux plénières, rapportage de projets (10 jours par an)
 - 1 expert au groupe de travail couvrant le thème de l'exposome au sein du CEA (1 à 2 jours par an)
 - 1 expert au GT analytique de la 3^e Etude de l'Alimentation Totale (EAT3) (1 à 2 jours par an)
 - 1 expert au GT Pestiriv (Etude d'exposition aux pesticides chez les riverains de zones viticoles et non-viticoles) (2 réunions en 2024)
 - 1 membre du groupe Advisory Board du guide SANTE "Analytical Quality Control and Method Validation Procedures for Pesticide Residues Analysis in Food and Feed" et du Comité Scientifique des EUPT Pesticides (2 réunions en 2024)
-
- 1 membre du CES évaluation des risques physico-chimiques liés aux aliments, mandat 2022-2026 (10 réunions par an)
 - 1 membre du GT Chlordécone (6 réunion par an)
 - 1 membre du GT Cypermethrine piloté par le LRUE Pesticides Végétaux (2 réunions en 2024)

Pour UPA :

* 1 expert au Groupe de travail relatif à une autosaisine de l'Anses sur les cires d'abeilles : participation au GT "Cires d'abeilles" (12 réunions).

* 1 membre 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) de l'Anses : le GT a proposé un cycle de conférences internes associant des intervenants extérieurs sur le thème de la HRMET (pas de réunion en 2024).

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

Description de ces activités et estimation du temps consacré

Pour UPBM :

- Echanges téléphoniques et par courriels avec la DGAI (en général 3 à 4 fois par mois, en début et fin d'année principalement) : mise à jour Tableau A servant pour paramétriser SIGAL (BGIR, BAMRA) et du LabCam, relecture des instructions techniques de la DGAI, révision des fiches de plan dans le cadre des PSPC (BGIR, BAMRA), avis sur les méthodes analytiques, avis sur l'interprétation des référentiels pesticides (guide SANTE notamment).

- Projet QUALIPLAN : Ce projet porte sur le suivi et l'amélioration de la qualité des données des PS/PC DGAI dans le domaine des contaminants chimiques au moyen d'indicateurs mis à disposition (2 j par mois) - Pas d'activités d'appui aux professionnels.

Pour UPA :

- * Le laboratoire de Sophia Antipolis reçoit, par téléphone ou par mail, des demandes de renseignements de la part de la filière apicole (DGAI, DDPP/DDETSPP, PCF, SRAL, apiculteurs, vétérinaires, techniciens sanitaires apicoles, instituts techniques, organisations apicoles) (selon la saison apicole, 1 à 2 fois par mois).
- * Participation au Groupe de travail "Abeilles" de la Plateforme Nationale d'Epidémirosurveillance en Santé Animale (ESA) : le groupe "Surveillance en toxicologie et co-facteurs" (1 réunion).
- * Relecture et révision du tableau A servant pour paramétriser SIGAL et du LabCam (1/2 j).
- * Relecture des instructions techniques de la DGAI (1 j).
- * Echanges téléphoniques et par mail avec la DGAI (1 à 2 fois par mois, en début et fin d'année principalement).

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

7 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

Pesticides in Beef meat (EUPPT-AO19 -2024)

Nom de l'organisateur

European Union Reference Laboratory for Pesticides in Food of Animal Origin and Commodities with High Fat Content (Freiburg, Allemagne).

L'EILA est-il réalisé sous accréditation (norme NF EN ISO/CEI 17043) ?

Oui

Nombre de laboratoires agréés participants

3 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**

0 laboratoire(s) agréé(s)

Evolution du réseau dans le temps

Le nombre de laboratoire du réseau est de 7 depuis 2023. Pour information : Lors de cet EUPT AO 19, seuls les laboratoires qui reçoivent la matrice "muscle" sont obligés d'y participer. Cette modalité a été validée en concertation avec la DGAI. Au total, cela correspond à 4 laboratoires. Cependant, un laboratoire parmi les 4 a oublié de s'inscrire à l'exercice.

6.3 Autres actions visant à vérifier l'aptitude des laboratoires

Actions mises en œuvre

Un des laboratoires ne s'est pas inscrit à l'exercice EUPT AO 19 suite à un oubli. Ce laboratoire a envoyé un dossier mentionnant d'autres actions de contrôle externe et interne mis en oeuvre pour garantir la fiabilité de ces résultats d'analyse officielle. La DGAI a sollicité le LNR pour expertiser ce dossier. Pour le LNR, les éléments fournis permettent de démontrer que le laboratoire dispose des compétences nécessaires pour répondre aux demandes formulées par ses clients. Ainsi, le BL DGAI a levé la pré-suspension de l'agrément du laboratoire pour la recherche de pesticides organo-chlorés, organo-phosphorés et pyréthrinoïdes dans les matrices d'origine animale, sous réserve de la participation du laboratoire à l'EUPT AO 20 qui se déroulera au mois de mai 2025.

6.4 Formation, organisation d'ateliers

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

0 journée(s)

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

(**) au sens de la norme 17043

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

Non

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
APOPHIS	Analysis of POlar Pesticides in Honey and InsectS : projet interne (AMI)	en cours
PARC	Partenariat européen pour l'évaluation des risques liés aux substances chimiques	en cours
SAFFI	Safe Food for Infants in China and the EU	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 par l'Anses d'un mandat LRUE qui recouvre au moins en partie celui du LNR

Non

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

Oui

Intitulé du LRUE et nom de l'organisation détenant le mandat

European Union Reference Laboratory for Pesticides in Food of Animal Origin and Commodities with High Fat Content (Freiburg, Allemagne).

Le LNR a participé à l'atelier organisé par le LRUE

Oui

Le LNR a participé à une/des formation(s) organisée(s) par le LRUE

Oui

Questions posées au LRUE par le LNR dans l'année

Echanges sur l'application du règlement 808/2021 Versus Guide Santé 11312 / 2021 en termes de validation de méthode et des critères de performance évalués.

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

Suite à l'évolution de la réglementation de la cyperméthrine, la Commission Européenne souhaite établir une LMR de la cyperméthrine et une LMR de l'alpha-cyperméthrine, face au défi analytique des conditions de dosage de ces isomères un GT cyperméthrine piloté par le LRUE fruits et légumes (Almérie) a été créé. Il est essentiellement constitué des LNR pesticides de différents états membres.

11. Détection 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 2024 dans le cadre du mandat de LNR Pesticides DAOA par méthodes multi résidus

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

Articles

- Articles de revues internationales

Laurent, M., S. Bougeard, L. Caradec, F. Ghestem, M. Albrecht, M. Brown, J. R. De Miranda, R. Karise, J. Knapp, J. Serrano, S. G. Potts, M. Rundlof, J. M. Schwarz, E. Attridge, A. Babin, I. Bottero, E. Cini, P. De la Rua, G. di Prisco, C. Dominik, D. Dzul, A. Garcia Reina, S. Hodge, A. M. Klein, A. Knauer, M. Mand, V. Martinez-Lopez, P. Medrzycki, M. Pereira Peixoto, R. Raimets, O. Schweiger, D. Senapathi, J. Stout, G. Tamburini, C. Costa, T. Kiljanek, A.-C. Martel, S. Le et M.-P. Chauzat. 2024. "Novel indices reveal that pollinator exposure to pesticides varies across biological compartments and crop surroundings." *Science of the Total Environment*. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2024.172118>.

Conférences et webinaires

- Communications internationales

Chauzat, M.-P., A. Babin, E. Dubois, F. Schurr, N. Pierotti, M.-P. Rivière, A.-C. Martel, S. Bougeard et M. Laurent. 2024. "Honey Bee Health: Exposure Index Generated from Large Databases Correlates Pesticides but not Pathogens with the Agricultural Environment." *EurBee10, 10th Congress of Apidology*, 16 septembre 2024, Tallinn (Estonia).

Makni, Y. "Presentation of screening results in 29 baby foods sent by SAFFI partners for chemical analysis", 2 July 2024, SAFFI 4th Annual meeting, Tübingen (Germany).

- Webinaires

Makni, Y. "Pesticides and toxicants analysis in food: From sample preparation to data analysis", 10 June 2024, SAFFI Webinar Chemical safety of (infant)foods.

Inthavong, C. "Pesticides regulation », 10 June 2024, SAFFI Webinar Chemical safety of (infant)foods.

- Conférences sur invitation

Chauzat, M.-P., M. Laurent, Minh Huyen Ton Nu Nguyet., L. Caradec, F. Ghestem, A. Babin, E. Dubois, A.-C. Martel, S. Lê, M.-P. Rivière et S. Bougeard. 2024. "Honey bee health in a world of pathogens and pesticides: measurement and interpretation of large data sets." *Bee Health Symposium*, juin 2024, Madrid (Spain).