

Rapport annuel d'activité, année 2024

Laboratoire National de Référence

Résidus de pesticides par méthodes monorésidus

Nom du responsable du LNR

Marine LAMBERT

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

Les faits marquants de l'année

Dans le cadre de l'étude Chlorexpo, qui vise à évaluer l'exposition de la population antillaise (Martinique et Guadeloupe) à la chlordécone et au chlordécol au travers de l'alimentation, l'unité Pesticides et Biotoxines Marines (PBM) a eu la charge de l'analyse des 734 échantillons constitués de denrées alimentaires tant d'origine végétale qu'animale, crues et/ou cuites. Après un premier volet de développement et validation en 2022/2023 d'une méthode d'analyse de la chlordécone et du chlordécol dans les denrées alimentaires d'origine végétale (DAOV), et l'analyse des échantillons de l'étude ChlorExpo selon cette méthode, l'unité PBM a validé en 2023-2024 la méthode sur les denrées alimentaires d'origine animale (DAOA). L'ensemble des analyses des échantillons DAOA s'est ainsi poursuivi et achevé en 2024. Le LNR pesticides par méthodes monorésidus a organisé en 2024 une formation via un tutoriel vidéo à destination des laboratoires agréés du réseau chlordécone DAOA, suivi d'une session de retour d'expérience de ces laboratoires, en vue de l'EILA correspondant organisé début 2025.

Abréviations

CL-SM/SM : Chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse en tandem
DAOA : Denrées Alimentaires d'Origine Animale
DAOV : Denrées Alimentaires d'Origine Végétale
DEPR : Direction de l'Evaluation des Produits Réglementés
DER : Direction de l'Evaluation des Risques
DGAI : Direction Générale de l'Alimentation
DSP : Direction de la Stratégie et des Programmes dSPE : Extraction en phase solide dispersive
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 de Référence de l'Union Européenne
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

Activités relatives au développement de méthodes

Suite et fin du développement et de la validation d'une méthode rapide de dosage de chlordécone et chlordécol dans les DAOA crues et cuites (abats, produits de la pêche, oeufs) dans le cadre de l'étude Chlorexpo.

Re-validation de la méthode LSA-INS-1299 - Dosage de pesticides polaires anioniques et de leurs métabolites dans les denrées d'origine animale par CL-SM/SM dans la matrice oeuf afin d'abaisser les limites analytiques.

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

2 méthode(s)

Intitulé et brève description de chacune de ces méthodes

Développement et validation d'une méthode rapide de dosage de chlordécone et chlordécol dans les DAOA crues et cuites (abats, produits de la pêche, oeufs) dans le cadre de l'étude Chlorexpo. La méthode d'analyse est adaptée de la méthode QuEChERS (Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, Safe) et consiste en une extraction des résidus de chlordécone et de chlordécol par l'acétonitrile et l'ajout de sels, après hydratation de la matrice (selon la matrice). Après

centrifugation, une partie aliquote de la phase organique est purifiée par extraction en phase solide dispersive (dSPE). Les extraits sont filtrés, puis analysés par chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse en tandem (CL-SM/SM).

Re-validation de la méthode LSA-INS-1299 - Dosage de pesticides polaires anioniques et de leurs métabolites dans les denrées d'origine animale par CL-SM/SM dans la matrice oeuf afin d'abaisser les limites analytiques. Les analytes concernés sont le glyphosate, le N-acetyl-glyphosate, le glufosinate, le N-acetyl-glufosinate, le MPPA, l'éthéphon. 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 solide-liquide suivie d'une étape de purification par SPE complétée par une étape d'ultrafiltration. Le dosage s'effectue par 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-1300 : Méthode de dosage des résidus de chlordécone et chlordécol dans les denrées alimentaires d'origine animale par CL-SM/SM (méthode rapide de type QuEChERS)

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
144 analyse(s)

Détail par type d'analyse de première intention

- PSPC glyphosate et glufosinate (et ses métabolites N-acetyl-glufosinate et MPPA) oeufs de poule : 71 analyses
- PSPC glyphosate et glufosinate (et ses métabolites N-acetyl-glufosinate et MPPA) graisse bovine : 73 analyses

Le nombre d'analyses officielles de première intention est stable depuis 5 ans, puisque le LNR a la charge depuis 2019 des analyses du MACP dont le nombre d'échantillons et de matrices différentes est constant.

3.2 Analyses officielles de seconde intention

Nombre d'analyses officielles de seconde intention réalisées dans l'année
0 analyse(s)

Détail par type d'analyse de seconde intention

Le nombre d'analyses officielles de confirmation est stable depuis 5 ans.

3.3 Autres analyses

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

Détail par type d'autres analyses

- European Union Proficiency Test – Single Residue Method (EUPPT SRM-19) : 2 analyses (15 analytes recherchés)
- Etude Chlorexpo : environ 400 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

National : Le LNR a participé à l'EILA chlordécone sur sérum animal organisé par le LABERCA.
UE : Le LNR a participé à l'EIL européen EUPPT SRM 19 organisé par le Laboratoire Européen de Référence (LRUE) SRM de Stuttgart sur le raisin. Il a également participé à l'EIL européen EUPPT AO 20 organisé par le LRUE DAOA de Fribourg sur le muscle, spécifiquement sur l'analyte chlordécone.

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 de la chlordécone. Ces matériaux 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 les habilitations de personnel et en contrôle qualité dans les séries d'analyse.

Nombre de lots produits dans l'année

0

Nombre d'unités distribuées au plan national

0

Analyse de l'évolution (augmentation, diminution) de l'activité sur les 5 dernières années
Le LNR a décalé l'organisation de l'EILA chlordécone sur DAOA initialement prévu en fin d'année 2024 à janvier 2025. Quelques échantillons surnuméraires seront produits à cette occasion. L'activité sur la production des matériaux de référence tend à se stabiliser en lien avec la périodicité des EILA organisés par le LNR.

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

Sollicitation par l'unité PhytoPharmocoVigilance de participation à la saisine de l'Anses 2023-SA-201 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). Le support du LNR est demandé afin de recenser les méthodes d'analyses disponibles et appliquées par les laboratoires agréés.

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...).

- 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 3e Etude de l'Alimentation Totale (EAT3) (20 réunions en 2024)
- 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)

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

- 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). En particulier, de nombreux échanges ont eu lieu en vue de la nouvelle élaboration du Tableau A et des fiches plans associées aux PSPC dans les DAOV, en collaboration avec les LNR pesticides du SCL, et ce dans le cadre de la mise en place de la police sanitaire unique.
- 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.

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 19 (raisin)

Nom de l'organisateur

LRUE Single Residue Method (SRM) (Stuttgart)

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

1 laboratoire(s) agréé(s)

Nature des écarts

faux-négatif

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

Le laboratoire n'est pas en capacité technique d'atteindre les limites de quantification permettant de couvrir la LMR du composé en question et en a informé la DGAI (BL et BGIR). Ce laboratoire ne reçoit ainsi pas d'échantillons pour l'analyse de ce composé.

Suivi de décisions sur l'agrément

Pas d'impact

Evolution du réseau dans le temps

Les EUPT organisés chaque année par le LRU 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. Le réseau de laboratoires agréés est stable, que ce soit en nombre ou en maintien des performances dans le temps.

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**

0 journée(s)

(**) Au sens de la norme 17043

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

Détail de ces activités, durée moyenne des sessions et nombre de participants par session
Diffusion d'un tutoriel vidéo de formation à la méthode LSA-INS-1300 d'analyse du chlordécone dans les DAOA (méthode type QuEChERS) et organisation d'une réunion d'échanges (retours d'expérience ; 3 laboratoires participants).

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

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
ChlorExpo	Exposition alimentaire au chlordécone de la population des Antilles	terminé
AMI APOPHIS	Analysis of POlar Pesticides in Honey and InsectS	en cours
AMI EMANSSYP	Etude de l'impact d'une Exposition foeto-MAternelle au chlordécone sur le système nerveux Nigro-strié de la Souris et lien avec les SYndromes Parkinsoniens	en cours
PARC	Partenariat européen pour l'évaluation des risques liés aux substances chimiques	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

Détentioп 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

Residues of pesticides (single residues methods), Chemisches und Veterinäruntersuchungsamt (CVUA) Stuttgart, 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

Pas de formation proposée

Questions posées au LRUE par le LNR dans l'année

Sans objet

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

Prévision à l'horizon 2026 du retrait d'agrément d'un des laboratoires agréés pour l'analyse de chlordécone dans les denrées alimentaires d'origine animale, à sa demande.

11. Détentioп 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 par méthodes mono-résidus

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

Article

Lambert, Marine, Karelle Huby, Julien Parinet, Thierry Guérin, Gwenaëlle Lavison-Bompard, et Chanthadary Inthavong. 2024. « Optimization of an HPLC-MS/MS method to analyze chlordcone in bovine serum and correlations with levels in liver, muscle and fat » *Chemosphere*, 354 (2024) 141755. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2024.141755>.

Conférence et webinaire

Lambert, Marine, Karelle Huby, Julien Parinet, Thierry Guérin, Gwenaëlle Lavison-Bompard, et Chanthadary Inthavong. 2024. « Chlordecone analysis in bovine serum and correlations with levels in fat, muscle and liver: a potential support for food safety risk management » 15th European Pesticide Residue Workshop (EPRW 2024), 16-20 septembre 2024, Zürich, Suisse. (poster)

Ghezzal, Hanène, Karelle Huby, Chanthadary Inthavong, et Marine Lambert. 2024. « LC-MS/MS method for the determination of chlordcone and chlordcol in food from animal origin (AO) » EURL AO Workshop, 8-10 octobre 2024, Fribourg, Allemagne.