

CONSEIL URGENT 16-2017

Objet :

**Evaluation de la fiabilité des méthodes
d'analyse pour la détermination du fipronil
dans les œufs et dans la viande**

(SciCom 2017/18)

Avis scientifique approuvé par le Comité scientifique le 11 août 2017

Mots-clés :

Fipronil, méthodes d'analyse

Key terms :

Fipronil, analytical methods

Table des matières

Résumé.....	3
Summary	3
1. Termes de référence	5
1.1. <i>Question</i>	5
1.2. <i>Dispositions législatives</i>	5
1.3. <i>Méthodologie</i>	5
2. Contexte	5
3. Avis	6
4. Conclusion et recommandations.....	7
Références	8
Membres du Comité scientifique.....	9
Conflit d'intérêts	9
Remerciement.....	9
Composition du groupe de travail.....	9
Cadre juridique.....	10
Disclaimer.....	10

Résumé

Question

Il est demandé au Comité scientifique d'évaluer la fiabilité des méthodes d'analyse appliquées par un laboratoire pour la quantification du fipronil dans les œufs et la viande.

Méthodologie

Les méthodes d'analyse ont été évaluées à l'aide des rapports de validation de ces méthodes.

Résultat

Les rapports de validation montrent que des résultats de validation acceptables ont été obtenus pour les œufs et la viande (viande de volaille).

Conclusion

Le Comité scientifique est d'avis que les fichiers présents de validation du laboratoire des méthodes analytiques pour la détermination quantitative des concentrations faibles et élevées de fipronil montrent que des résultats fiables peuvent être obtenus avec cette méthode dans la plage de concentration de 0,00125 mg/kg à 0,800 mg/kg.

Le Comité scientifique recommande d'organiser un test inter-laboratoire (ring test) au niveau national et européen.

La préparation de matériel de référence certifié (CRM) est également fortement recommandée.

Summary

Terms of reference

The Scientific Committee is asked to evaluate the reliability of the analytical methods applied by a laboratory for the determination of fipronil in eggs and meat.

Methodology

The analytical methods were evaluated on the basis of the validation reports of these methods.

Result

The validation reports show that acceptable validation results were obtained for fipronil determination in both eggs and meat (poultry meat).

Conclusion

The Scientific Committee is of the opinion that the existing laboratory validation files for the analytical methods for the quantitative determination of low and high concentrations of fipronil indicate that reliable analysis results can be obtained with this method within the concentration range between 0.00125 mg/kg and 0.800 mg/kg.

The Scientific Committee recommends to organize an inter-laboratory ring test at national and European level.

It is also strongly recommended to develop certified reference materials (CRM).

1. Termes de référence

1.1. Question

Étant donné que des doutes ont récemment été émis quant à la fiabilité des méthodes d'analyse utilisées par un laboratoire pour détecter la présence du fipronil dans les œufs, un avis urgent est demandé au Comité scientifique afin d'évaluer ces méthodes.

1.2. Dispositions législatives

/

1.3. Méthodologie

Les méthodes d'analyse ont été évaluées à l'aide des rapports de validation de ces méthodes.

Vu l'évaluation des rapports de validation du laboratoire et la consultation électronique des membres du Comité scientifique le 11 août 2017,

le Comité scientifique émet l'avis suivant :

2. Contexte

Le laboratoire utilise des méthodes d'analyse validées pour la quantification du fipronil. Il utilise une multiméthode pour la quantification des pesticides dans les tissus d'origine animale, le lait, les produits laitiers et les aliments pour animaux à l'aide de la chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse (UPLC-MS/MS). Il ressort des documents mis à disposition pour consultation que cette méthode est déjà utilisée depuis plusieurs années et qu'elle a progressivement été étendue à plusieurs pesticides au fil des ans (méthode d'analyse multipesticides). Le laboratoire est accrédité pour cette méthode par BELAC. La méthode a récemment été étendue aux composants « fipronil » et « fipronil sulfone ».

Le laboratoire dispose d'un « scope flexible », ce qui signifie que cette multiméthode peut être complétée avec d'autres pesticides via une validation secondaire. De cette manière, un laboratoire peut rapidement ajouter de nouveaux analytes et cette extension d'accréditation peut immédiatement entrer en vigueur, ce qui est primordial en cas de crise de sécurité alimentaire. L'organisme d'accréditation n'accordera un scope flexible au laboratoire que si celui-ci a déjà démontré qu'il disposait de l'expertise nécessaire, par exemple – comme c'est le cas ici – en matière d'analyse des pesticides dans les matrices animales.

L'accréditation a été obtenue de cette manière, le 20/06/2017 pour les œufs et le 12/07/2017 pour la viande. Cette accréditation est valable pour la plage de concentration allant de 0,00125 mg/kg à 0,0125 mg/kg. La limite de quantification est de 0,00125 mg/kg ; il s'agit donc d'une méthode très sensible. Tant le fipronil que le fipronil sulfone peuvent être mesurés dans cette plage de concentration ; les deux composants sont exprimés sous la dénomination unique « fipronil ». Cela signifie que les résultats d'analyse ont été obtenus sous accréditation et qu'ils sont donc fiables.

3. Avis

Il ressort des rapports de validation du laboratoire que les résultats de validation répondent aux critères fixés, tant pour les œufs que pour la viande (viande de volaille) ; cela indique que cette méthode peut être utilisée pour la quantification du fipronil et du fipronil sulfone dans les œufs et la viande. Les résultats obtenus pour la plage de concentration allant de 0,00125 mg/kg à 0,0125 mg/kg peuvent donc être considérés comme fiables.

Le rapportage des résultats se fait selon les procédures appropriées. En cas de détection d'une concentration qui dépasse le point le plus élevé de la courbe d'étalonnage, et qui se trouve donc en dehors de la plage de concentration accréditée, le résultat est rapporté (à la demande du client) comme une « valeur estimée ». Un tel résultat doit être interprété avec la plus grande précaution, car on se trouve en dehors de la plage de concentration validée. Il doit être présenté comme un résultat non officiel, hors accréditation. Il s'agit d'une méthode de travail normale dans le cadre des analyses de contaminants.

Toutefois, afin de pouvoir également déterminer quantitativement les limites d'action fixées pour le fipronil, le laboratoire a élargi la plage de concentration de 0,00125 mg/kg à 0,800 mg/kg. La méthode a de nouveau été validée pour les œufs et la viande (viande de volaille), l'accréditation ayant été obtenue respectivement les 09/08/2017 et 10/08/2017). Le rapport de validation démontre que cette méthode étendue fournira des résultats quantitatifs fiables dans la plage de concentration allant de 0,00125 mg/kg à 0,800 mg/kg. Le Comité scientifique fait remarquer qu'il convient, en plus de la validation et l'accréditation d'évaluer également la performance de la méthode sur base des tests inter-laboratoires (ring tests). Cela n'a pas encore eu lieu pour le test de fipronil.

En l'absence du matériel de référence certifié (CRM) il est fortement recommandé d'en préparer.

4. Conclusion et recommandations

Les dossiers de validation du laboratoire concernant les méthodes d'analyse pour la quantification de concentrations faibles et élevées de fipronil indiquent que des résultats d'analyse fiables peuvent être obtenus grâce à cette méthode dans la plage de concentration allant de 0,00125 mg/kg à 0,800 mg/kg.

Il est recommandé d'organiser des tests inter-laboratoires au niveau nationale et européen.

La préparation de matériel de référence certifié (CRM) est également fortement recommandé.

Pour le Comité scientifique,
Le Président,

Prof. Dr. E. Thiry (Sé.)

Bruxelles, le 11/08/2017

Références

/

Présentation du Comité scientifique de l'AFSCA

Le Comité scientifique est un organe consultatif de l'Agence fédérale belge pour la Sécurité de la Chaîne Alimentaire (AFSCA) qui rend des **avis scientifiques indépendants** en ce qui concerne l'évaluation et la gestion des risques dans la chaîne alimentaire, et ce sur demande de l'administrateur délégué de l'AFSCA, du ministre compétent pour la sécurité alimentaire ou de sa propre initiative. Le Comité scientifique est soutenu administrativement et scientifiquement par la Direction d'encadrement pour l'évaluation des risques de l'Agence alimentaire.

Le Comité scientifique est composé de 22 membres, nommés par arrêté royal sur base de leur expertise scientifique dans les domaines liés à la sécurité de la chaîne alimentaire. Lors de la préparation d'un avis, le Comité scientifique peut faire appel à des experts externes qui ne sont pas membres du Comité scientifique. Tout comme les membres du Comité scientifique, ceux-ci doivent être en mesure de travailler indépendamment et impartialement. Afin de garantir l'indépendance des avis, les conflits d'intérêts potentiels sont gérés en toute transparence.

Les avis sont basés sur une évaluation scientifique de la question. Ils expriment le point de vue du Comité scientifique qui est pris en consensus sur la base de l'évaluation des risques et des connaissances existantes sur le sujet.

Les avis du Comité scientifique peuvent contenir des **recommandations** pour la politique de contrôle de la chaîne alimentaire ou pour les parties concernées. Le suivi des recommandations pour la politique est la responsabilité des gestionnaires de risques.

Les questions relatives à un avis peuvent être adressées au secrétariat du Comité scientifique: Secretariat.SciCom@afsca.be

Membres du Comité scientifique

Le Comité scientifique est composé des membres suivants:

S. Bertrand, M. Buntinx, A. Clinquart, P. Delahaut, B. De Meulenaer, N. De Regge, S. De Saeger, J. Dewulf, L. De Zutter, M. Eeckhout, A. Geeraerd, L. Herman, P. Hoet, J. Mahillon, C. Saegerman, M.-L. Scippo, P. Spanoghe, N. Speybroeck, E. Thiry, T. van den Berg, F. Verheggen, P. Wattiau

Conflit d'intérêts

En raison d'un conflit d'intérêts, P. Delahaut n'as pas participé à la préparation et à la validation de l'avis.

Remerciement

Le Comité scientifique remercie la Direction d'encadrement pour l'évaluation des risques et l'expert qui a préparé le projet d'avis.

Composition du groupe de travail

Le groupe de travail était composé de:

Membres du Comité scientifique: S. De Saeger

Experts externes: /

Gestionnaire du dossier: X. Van Huffel

Cadre juridique

Loi du 4 février 2000 relative à la création de l'Agence fédérale pour la Sécurité de la Chaîne alimentaire, notamment l'article 8 ;

Arrêté royal du 19 mai 2000 relatif à la composition et au fonctionnement du Comité scientifique institué auprès de l'Agence fédérale pour la Sécurité de la Chaîne alimentaire;

Règlement d'ordre intérieur visé à l'article 3 de l'arrêté royal du 19 mai 2000 relatif à la composition et au fonctionnement du Comité scientifique institué auprès de l'Agence fédérale pour la Sécurité de la Chaîne alimentaire, approuvé par le Ministre le 8 juin 2017.

Disclaimer

Le Comité scientifique conserve à tout moment le droit de modifier cet avis si de nouvelles informations et données deviennent disponibles après la publication de cette version.