

SPOEDRAADGEVING 16-2017

Betreft:

**Evaluatie van de betrouwbaarheid van de
analysemethoden voor de bepaling van
fipronil in eieren en vlees**

(SciCom 2017/18)

Wetenschappelijk advies goedgekeurd door het Wetenschappelijk Comité op 11 augustus
2017

Sleutelwoorden:

Fipronil, analysemethoden

Key terms:

Fipronil, analytical methods

Inhoud

Samenvatting	3
Summary	3
1. Referentietermen	5
1.1. <i>Vraagstelling</i>	5
1.2. <i>Wettelijke bepalingen</i>	5
1.3. <i>Methodologie</i>	5
2. Context	5
3. Advies	6
4. Conclusies en aanbevelingen	7
Referenties	8
Leden van het Wetenschappelijk Comité	9
Belangenconflict	9
Dankbetuiging	9
Samenstelling van de werkgroep	9
Wettelijk kader	10
Disclaimer	10

Samenvatting

Vraagstelling

Er wordt aan het Wetenschappelijk Comité gevraagd om de betrouwbaarheid van de analysemethoden toegepast door een laboratorium voor de bepaling van fipronil in eieren en vlees te evalueren.

Methodologie

De analysemethoden werden beoordeeld aan de hand van de validatierapporten van deze methoden.

Resultaat

Uit de validatierapporten blijkt dat zowel voor eieren als voor vlees (kippenvlees) aanvaardbare validatieresultaten werden bekomen.

Conclusie

Het Wetenschappelijk Comité is van mening dat de voorliggende validatiedossiers van het laboratorium van de analysemethoden voor de kwantitatieve bepaling van lage en hoge concentraties fipronil aangeven dat betrouwbare analyseresultaten kunnen bekomen worden met deze methode in het concentratiegebied 0.00125 mg/kg tot en met 0.800 mg/kg.

Het Wetenschappelijk Comité beveelt aan om een inter-laboratorium ringtest te organiseren op nationaal en Europees vlak.

Eveneens wordt de aanmaak van gecertificeerd referentiemateriaal (CRM) sterk aanbevolen.

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. Referentietermen

1.1. Vraagstelling

Gezien recent twijfel is gerezen over de betrouwbaarheid van de gebruikte analysemethoden voor fipronil in eieren door een laboratorium, wordt een spoedadvies gevraagd aan het Wetenschappelijk Comité om de betrouwbaarheid van de methoden te evalueren.

1.2. Wettelijke bepalingen

/

1.3. Methodologie

De analysemethoden werden beoordeeld aan de hand van de validatierapporten van deze methoden.

Overwegende de beoordeling van de validatierapporten van het laboratorium en de elektronische consultatie van de leden van het Wetenschappelijk Comité op 11 augustus 2017,

geeft het Wetenschappelijk Comité het volgend advies:

2. Context

Het laboratorium gebruikt gevalideerde methoden voor de analyse van fipronil. Het maakt gebruik van een multi-methode voor de bepaling van pesticiden in weefsels van dierlijke oorsprong, melk(producten) en diervoeder met vloeistofchromatografie-massaspectrometrie (UPLC-MS/MS). Uit de documenten die ter inzage liggen, blijkt dat deze methode reeds een aantal jaren wordt gebruikt en in de loop der jaren geleidelijk aan uitgebreid werd met verschillende pesticiden (multi-pesticiden methode). Het laboratorium is geaccrediteerd voor deze methode door BELAC. De methode werd recent uitgebreid met de componenten fipronil en fipronil sulfon.

Het laboratorium heeft als labo een 'flexibele scope' wat betekent dat deze multi-methode kan aangevuld worden met andere pesticiden via een secundaire validatie. Op die manier kan het labo snel nieuwe analyten toevoegen en kan de accreditatie voor die uitbreiding ook onmiddellijk in voege treden wat zeer belangrijk is in het kader van een voedselveiligheids crisis. Een flexibele scope verkrijgt het labo enkel van de accrediteringsinstantie indien het reeds aangetoond heeft de nodige expertise te hebben in bijvoorbeeld –zoals in dit geval- pesticidenanalyses in dierlijke matrices.

Voor eieren werd op die manier de accreditatie bekomen op 20/06/17 en voor vlees op 12/07/17. Deze accreditatie geldt voor het concentratiegebied 0.00125 mg/kg tot en met 0.0125 mg/kg. De kwantificatielimiet bedraagt 0.00125 mg/kg; het is dus een zeer gevoelige methode. Zowel fipronil als fipronil sulfon kunnen gemeten worden in dit concentratiegebied en ze worden weergegeven als de som van fipronil en fipronil sulfon, uitgedrukt als fipronil. Dit betekent dat de analysemethoden verkregen werden onder accreditatie en dus betrouwbaar zijn.

3. Advies

Uit de validatierapporten van het laboratorium blijkt dat zowel voor eieren als voor vlees (kippenvlees) de validatieresultaten beantwoorden aan de gestelde criteria, wat erop wijst dat deze methode kan gebruikt worden voor kwantificatie van fipronil en fipronil sulfon in eieren en vlees. De resultaten bekomen binnen dit in het concentratiegebied 0.00125 mg/kg tot en met 0.0125 mg/kg worden als betrouwbaar beschouwd.

Rapportering van de resultaten gebeurt volgens de geëigende procedures. Indien een concentratie teruggevonden wordt die hoger ligt dan het hoogste punt van de kalibratiecurve of dus buiten het gevalideerd concentratiegebied, dan wordt het resultaat gerapporteerd (op vraag van de klant) als "geschatte waarde". Een dergelijk resultaat moet met de hoogst nodige voorzichtigheid geïnterpreteerd worden, omdat men zich buiten het gevalideerd concentratiegebied bevindt. Het moet weergegeven worden als een niet-officieel resultaat, buiten accreditatie. Deze werkwijze is een normale werkwijze in het kader van contaminanten analyses.

Echter om ook de vastgelegde actielimieten voor fipronil kwantitatief te kunnen bepalen, heeft het laboratorium het concentratiegebied uitgebreid, namelijk van 0.00125 mg/kg tot en met 0.800 mg/kg. De methode werd opnieuw gevalideerd voor eieren en vlees (kippenvlees) waarbij de accreditatie bekomen werd op respectievelijk 9/08/17 en 10/08/17. Het voorliggende validatierapport toont aan dat deze uitgebreide methode betrouwbare kwantitatieve resultaten zal leveren in het concentratiegebied 0.00125 mg/kg tot en met 0.800 mg/kg.

Het Wetenschappelijk Comité merkt op dat het aangewezen is om naast validatie en accreditatie een testmethode ook te evalueren op zijn performantie via ringtesten. Dit is nog niet gebeurd voor de fipronil test.

Gezien de afwezigheid van gecertificeerd referentiemateriaal (CRM) wordt de aanmaak ervan sterk aanbevolen.

4. Conclusies en aanbevelingen

De voorliggende validatiedossiers van het laboratorium voor de analysemethoden voor de kwantitatieve bepaling van lage en hoge concentraties fipronil geven aan dat betrouwbare analyseresultaten kunnen bekomen worden met deze methode in het concentratiegebied 0.00125 mg/kg tot en met 0.800 mg/kg.

Er wordt aanbevolen om een inter-laboratorium ringtest te organiseren op nationaal en Europees vlak.

Eveneens wordt de aanmaak van gecertificeerd referentiemateriaal (CRM) sterk aanbevolen.

Voor het Wetenschappelijk Comité,
De Voorzitter,

Prof. Dr. E. Thiry (Get.)

Brussel, 11/08/2017

Referenties

/

Voorstelling van het Wetenschappelijk Comité van het FAVV

Het Wetenschappelijk Comité is een adviesorgaan van het Belgisch Federaal Agentschap voor de Veiligheid van de Voedselketen (FAVV) dat **onafhankelijk wetenschappelijk advies** verschaft met betrekking tot risicobeoordeling en risicobeheer in de voedselketen en dit op vraag van de gedelegeerd bestuurder van het FAVV, de Minister die bevoegd is voor de voedselveiligheid of op eigen initiatief. Het Wetenschappelijk Comité wordt administratief en wetenschappelijk ondersteund door de Stafdirectie voor Risicobeoordeling van het Agentschap.

Het Wetenschappelijk Comité bestaat uit 22 leden die benoemd zijn bij koninklijk besluit op basis van hun wetenschappelijke expertise in domeinen die te maken hebben met de veiligheid van de voedselketen. Het Wetenschappelijk Comité kan bij de voorbereiding van een advies beroep doen op externe deskundigen die geen lid zijn van het Wetenschappelijk Comité. Net als de leden van het Wetenschappelijk Comité dienen zij in staat te zijn om onafhankelijk en onpartijdig te kunnen werken. Om de onafhankelijkheid van de adviezen te waarborgen worden potentiële belangenconflicten transparant beheerd.

De adviezen zijn gebaseerd op een wetenschappelijke beoordeling van de vraagstelling. Zij vertolken het standpunt van het Wetenschappelijk Comité dat in consensus is genomen op basis van risicobeoordeling en de bestaande kennis over het onderwerp.

De adviezen van het Wetenschappelijk Comité kunnen **aanbevelingen** bevatten voor het controlebeleid van de voedselketen of voor de belanghebbende partijen. De opvolging van de aanbevelingen voor het beleid behoort tot de verantwoordelijkheid van de risicomangers.

Vragen over een advies kunnen gericht worden aan het secretariaat van het Wetenschappelijk Comité: Secretariaat.SciCom@favv.be.

Leden van het Wetenschappelijk Comité

Het Wetenschappelijk Comité is samengesteld uit de volgende leden:

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

Belangenconflict

Omwille van een belangenconflict nam P. Delahaut niet deel aan de voorbereiding en de validatie van het advies.

Dankbetuiging

Het Wetenschappelijk Comité dankt de Stafdirectie voor Risicobeoordeling en de expert voor de voorbereiding van het ontwerpadvies.

Samenstelling van de werkgroep

De werkgroep was samengesteld uit:

Leden van het Wetenschappelijk Comité: S. De Saeger

Externe experts: /

Dossierbeheerder: X. Van Huffel

Wettelijk kader

Wet van 4 februari 2000 houdende oprichting van het Federaal Agentschap voor de Veiligheid van de Voedselketen, inzonderheid artikel 8;

Koninklijk besluit van 19 mei 2000 betreffende de samenstelling en de werkwijze van het Wetenschappelijk Comité ingesteld bij het Federaal Agentschap voor de Veiligheid van de Voedselketen;

Huishoudelijk reglement, bedoeld in artikel 3 van het koninklijk besluit van 19 mei 2000 betreffende de samenstelling en de werkwijze van het Wetenschappelijk Comité ingesteld bij het Federaal Agentschap voor de Veiligheid van de Voedselketen, goedgekeurd door de Minister op 8 juni 2017.

Disclaimer

Het Wetenschappelijk Comité behoudt zich, te allen tijde, het recht voor dit advies te wijzigen indien nieuwe informatie en gegevens ter beschikking komen na de publicatie van deze versie.