

# 2016

## La chronique verte

*Phtalates et bisphenol A, des molécules qui font régulièrement parler d'elles dans la presse. Comment peuvent-elles se retrouver dans les vins ? Quelle est la situation des vins français vis-à-vis de ces contaminants ? Quelles sont les sources d'enrichissement au chai ? Cette problématique des contaminants issus des matériaux plastique au contact du vin, concerne tous les acteurs de la filière. La chronique verte fait un état des lieux sur ce sujet et apporte quelques éléments de réponse.*

*Par ailleurs, rappelons qu'avant leur mise sur le marché, les produits phytosanitaires font l'objet d'une évaluation des risques pour l'homme et l'environnement, basée sur des études scientifiques approfondies et des tests rigoureux.*

*Cette évaluation préalable est coordonnée par l'EFSA, l'autorité européenne de sécurité des aliments, qui définit également les Limites Maximales de Résidus ou LMR à respecter. Ces LMR, sont régulièrement révisées et réévaluées au cours du temps. Elles peuvent ainsi être modifiées, soit à la baisse, soit à la hausse ou encore être supprimées. Un point est fait sur ces révisions avec quelques exemples de modification de LMR sur raisin.*

### Sommaire

#### 1/2/3/4/5/6 Chronique verte

- Matériaux plastiques au contact du vin : risques et réglementation
- Produits phytosanitaires et LMR : révision européenne

#### 7/8/9/10 Le suivi des résistances aux produits phytosanitaires

- Pourquoi ? Comment ?
- Quelle utilisation ?

### Matériaux plastiques au contact du vin : risques et réglementation.

Les phtalates et le bisphénol A (BPA) sont des molécules exogènes au vin qui entrent dans la composition d'un grand nombre de matériels utilisés dans les caves. Les phtalates sont des additifs, couramment utilisés comme plastifiants, dans la fabrication de matières plastiques pour les rendre souples et le bisphénol A est le constituant majeur des résines époxydiques utilisées pour le revêtement des cuves de vinification en béton ou en acier.

C'est aussi un monomère utilisé pour la fabrication de polycarbonates, polymères employés dans l'industrie du plastique. Ces molécules sont actuellement sur la sellette sur le plan réglementaire. Elles sont régulièrement mises en évidence dans les vins, et certains producteurs se posent des questions sur les possibles contaminations en ces molécules, de leur vin durant leur process.

### Une histoire de migration entre les matériaux et le vin ...

Les différents matériaux qui entrent en contact avec le vin tout au long de la chaîne œnologique, échangent des molécules avec ce dernier. La migration est le terme générique employé



en science des matériaux, pour désigner le transfert de substances chimiques d'un matériau vers un aliment. Ces mouvements de substances, liés à l'agitation moléculaire, peuvent se produire dans les deux sens, soit du matériau vers l'aliment, soit de l'aliment vers le matériau, et vont généralement du milieu le plus concentré vers le milieu le moins concentré (loi de Fick-source : LNE).

La migration d'une substance d'un matériel vers le vin va ainsi dépendre de plusieurs facteurs : la concentration initiale de cette substance dans le matériau, sa nature chimique (les plus petites molécules migrent plus facilement), le degré alcoolique du vin (phtalates et BPA sont très peu solubles dans l'eau et ont une forte affinité pour l'alcool), la température et le temps

de contact ainsi que les caractéristiques du matériau (structure, épaisseur, surface de contact). Ainsi, plus un matériel sera épais ou plus la surface de contact sera élevée et plus la migration sera importante, ceci d'autant plus que le degré du vin et la température seront élevés. Enfin, la nature du polymère a également son importance et notamment les substances utilisées lors de sa fabrication (monomères, additifs ...) car ce sont ces dernières qui peuvent migrer dans les aliments. Le polymère, lui, ne migre pas. Ainsi, les risques de contamination en phtalates sont plus élevés avec les plastiques en polyéthylène (PE), polypropène (PP) et Polychlorure de vinyle (PVC) qu'avec ceux en Polyéthylène Téréphtalate PET (source : UMR-IATE - Montpellier).

### Un cadre réglementaire assez flou et une interprétation controversée...

En Europe, la réglementation porte uniquement sur les matériaux. Ainsi, le règlement (CE) n° 1935/2004 concernant les matériaux et objets destinés à entrer en contact avec des denrées alimentaires précise que ces matériaux doivent être inertes vis-à-vis des denrées alimentaires. Plus particulièrement, le règlement européen UE n°10/2011 concernant les matériaux et objets en matière plastique destinés au contact des produits alimentaires stipule que seules les substances (monomères, additifs, auxiliaires...) autorisées, c'est-à-dire, figurant sur la liste positive du règlement (annexe I), peuvent être utilisées intentionnellement dans la fabrication de matériaux et d'objets en matière plastique au contact des produits alimentaires. Ainsi, le BPA et quelques phtalates (DBP, BBP, DEHP, DINP, DIDP) sont autorisés d'utilisation sous certaines conditions (pour les matériaux au contact des aliments non gras, à l'exception des préparations pour nourrissons ou enfants en bas âge) et avec des restrictions à respecter (ils ne doivent pas dépasser les limites de migration spécifiques (LMS), exprimées en mg de substance par

kg de denrée alimentaire). La LMS correspond à la quantité maximale de substance, autorisée à être cédée par un matériel dans une denrée alimentaire, quels que soient l'aliment et le matériel. Ce règlement ne définit pas de limite dans les aliments. Toutefois, depuis 2013, les chinois ont extrapolé ce cadre réglementaire et ont profité de l'absence de teneur admissible dans les aliments pour bloquer les vins qui contenaient des teneurs supérieures aux LMS. Or, la présence de phtalate dans les vins à des teneurs supérieures aux LMS ne démontre pas que le vin a été mis en contact avec un matériau non conforme. Il peut très bien avoir été mis en contact avec plusieurs matériaux qui étaient tous conformes, mais le cumul des contacts a entraîné un dépassement de LMS. De plus les teneurs retrouvées dépendent du stade de prélèvement du vin. Si le vin est analysé jeune, juste après la fin de la fermentation, dans la cuve, il contiendra moins de phtalates que s'il est prélevé après quelques mois (ou années) de stockage dans une cuve époxy.

## Des risques d'interdiction...

Le BPA, bien qu'autorisé au sein de l'Union Européenne, est interdit en France pour la fabrication, l'importation, l'exportation et la mise sur le marché de tout conditionnement à vocation alimentaire depuis le 01/07/15 (loi n°2012-1442 du 24 décembre 2012). Toutefois, cette loi ne s'applique pas aux matériels et équipements industriels utilisés dans la production, la transformation, le stockage ou le transport de denrées alimentaires (cuves fixes ou mobiles, réservoirs, citernes, tuyaux...) et notamment aux cuves revêtues en résine époxydique utilisées en vinification.

Parmi les phtalates autorisés, trois (DEHP, DBP et BBP) risquent d'être prochainement interdits en Europe. Ils sont en effet, sur la liste des substances extrêmement préoccupantes, classées toxiques pour la reproduction de catégorie 1B, dans l'annexe XIV du règlement EC 1907/2006 REACH (Registration Evaluation Autorisation of Chemical). Leur interdiction d'utilisation était programmée au 21/02/15 par le règlement (UE) n°143/2011 (qui modifie l'annexe XIV du règlement REACH). Or, l'agence européenne des produits chimiques (ECHA), a lancé en mars dernier, une procédure de restriction pour ces molécules, procédure longue qui comprend plusieurs étapes :

- élaboration par l'ECHA, avant le 08/01/2016, d'un dossier d'évaluation des risques pour la santé humaine et l'environnement

et de propositions de restrictions pour limiter ces risques (annexe XV de REACH).

- mise en place d'un processus de consultation publique, d'une durée de 6 mois, au cours duquel, les parties concernées sont invitées à émettre des commentaires concernant les propositions de restriction, sur le site Internet de l'ECHA.

- sur la base du dossier et des commentaires reçus au cours de la consultation publique, du rendu des avis des deux comités de l'ECHA : le comité d'évaluation des risques (CER) qui indique si la restriction suggérée est appropriée pour réduire le risque pour la santé humaine ou l'environnement, et le comité d'analyse socio-économique (CASE) qui évalue les impacts socio-économiques de cette restriction.

- décision finale de la Commission Européenne.

A l'issue de cette procédure, si la restriction relative à la substance est adoptée, tous les acteurs doivent s'y conformer (fabricants, importateurs, distributeurs, utilisateurs en aval et détaillants). Les autorités compétentes des Etats membres sont responsables de la mise en œuvre de la restriction.

Compte tenu des délais de chacune de ces étapes, la décision finale concernant l'interdiction d'utilisation de ces 3 phtalates ne devrait donc pas être prise avant la fin 2016.

## Situation des vins français, sources de contamination au chai

Une étude réalisée par un groupe de travail national regroupant, l'IFV et plusieurs interprofessions viticoles montre l'absence ou la très faible présence de ces molécules dans les moûts alors qu'elles sont régulièrement présentes par la suite dans les vins. A ce stade pré-fermentaire, elles ne sont donc pas extraites. De plus, le temps de contact avec les matériaux est faible avant fermentation. C'est donc bien au cours de la chaîne œnologique qu'un enrichissement en ces molécules peut se faire. Trois molécules sont retrouvées plus fréquemment dans toutes les étapes de l'éla-

boration du vin (fin FA, fin FML, fin élevage, conditionnement en bouteille ou en BIB), il s'agit de deux phtalates, le DBP (di-butyl-phtalate) et le BBP (benzylbutyl-phtalate), et du BPA (bisphénol A).

Plusieurs points critiques ont pu être identifiés : revêtement résine époxy (cuves d'élevage, cuvons, pressoirs à vis...), cuves en fibres de verre, polyester, carreaux de verre, joints, tuyaux en PVC, manchons et filtration. Ainsi, l'élevage en cuve revêtue de résine époxy est la première source de contamination en DBP et en BPA, d'autant plus que l'élevage est long et que la cuve

est vieille. L'âge de la cuve permet en effet de savoir si elle a été revêtue avec une vieille résine époxy « avec phtalates » ou une résine époxy nouvelle génération fabriquée « sans phtalate ». Attention également au matériel en fibre de verre et carreaux de verre qui peuvent relarguer du DMP (diméthyl-phtalate), phtalate interdit dans la fabrication des matériaux au contact alimentaire, alors que l'inox et le bois sont sans aucun risque. Des pistes ont pu être écartées : les obturateurs (une quinzaine de bouchons synthétiques de différentes matières (polyoléfine, élastomères,

thermoplastiques, copolymères EVA, polyéthylènes) et de différents types de fabrication (extrudés, moulés, co-extrudés...) a été testée ; les bouteilles en PET (les essais réalisés sur des vins conditionnés en PET ont confirmé que le PET est un contenant qui n'a pas d'influence sur les teneurs en phtalates des vins). Enfin, des vins ayant été conditionnés en Bib ont vu leurs teneurs initiales en phtalates diminuer. Il y a certainement un phénomène d'adsorption de ces molécules par le polyéthylène constitutif des Bib.

### Que faire si vous êtes concernés par cette problématique ?

Si vous avez un doute sur les risques de contamination lors de votre process, il faut commencer par procéder à une analyse de phtalates et BPA dans plusieurs millésimes de vos vins finis, prêts à la commercialisation. Dans le cas où les niveaux de contamination sont élevés, il sera nécessaire de faire une recherche sur votre matériel existant, cibler celui qui peut être le plus contaminant (cuvons ou cuve en résine époxy, fibre de verre, tuyaux souples...) et le modifier si besoin. Dans un premier temps vous pouvez demander auprès des fournisseurs les certificats de conformité de ces matériels pour savoir s'ils contiennent des phtalates. S'ils en contiennent, cela ne veut pas dire qu'ils sont forcément contaminants, il peut en effet, ne pas y avoir de migration de ces molécules vers le vin, si le matériel est en bon état ou si le temps de contact avec le vin est court. En revanche, ils peuvent être à l'origine de migration non négligeable, si l'état du matériel n'est pas bon et si la durée de stockage du vin est plus longue. Vous pouvez rénover votre cuverie en mauvais état en appli-

quant une nouvelle résine époxydique sur vos cuves mais il est impératif de s'assurer auparavant que la résine utilisée pour le revêtement de vos cuves acier ou béton est une résine « nouvelle génération », c'est-à-dire sans emploi de DBP comme plastifiant. En effet, auparavant, les plastifiants ajoutés dans la fabrication de la résine étaient des phtalates et notamment du DBP. Cela explique que beaucoup de cuves existantes sont revêtues de résine « avec phtalates » et que l'on retrouve dans les vins des teneurs en DBP dues à la migration de cette molécule dans le vin. Ainsi, pour les anciens revêtements, encore sur le marché, des études de migration sont nécessaires pour vérifier leur conformité et les matériaux doivent respecter les limites de migration du règlement européen. Depuis quelques années, il existe pour le secteur viticole des revêtements et des matériaux « sans phtalates ». Pour ces nouveaux revêtements, **vous devez exiger de votre applicateur qu'il vous fournisse une attestation d'absence de phtalates dans la fabrication de la résine époxydique.**

## Produits phytosanitaires et LMR : révision européenne.

### Quelle est la procédure européenne de révision des Limites Maximales de Résidus ?

Les Limites Maximales de Résidus ou LMR sont des limites réglementaires, correspon-

dant à des teneurs à ne pas dépasser pour une matière active dans une denrée don-

née. Elles s'expriment en mg/kg de produit frais et sont destinées à assurer au producteur la conformité de sa production, à faciliter les échanges et à assurer la sécurité du consommateur. Elles s'appliquent à une substance active, sur un produit alimentaire pour un pays (hors UE) ou un groupe de pays [UE (Europe), Codex (International)].

Pour rappel, depuis 2008, au sein de l'Union Européenne, il n'y a plus de LMR nationales, toutes les LMR sont fixées aujourd'hui au niveau communautaire et leur adoption constitue un préliminaire à l'autorisation de tout usage phytosanitaire.

Les LMR communautaires sont régies par le règlement (CE) n° 396/2005 du 23 février 2005 entré en vigueur le 01/09/08. Les annexes II, III et V de ce règlement, concernent les listes de LMR (respectivement, LMR « permanentes », LMR « provisoires » et LMR « par défaut »). Leur évaluation est faite selon une procédure commune à l'ensemble des Etats membres et impliquant l'EFSA ou Autorité européenne de sécurité alimentaire.

● **L'article 12 (1) du règlement (CE) n° 396/2005, prévoit le réexamen régulier des LMR existantes.**

L'Etat Membre rapporteur est chargé de rédiger un rapport d'évaluation qui concerne l'ensemble des combinaisons usages/LMR existantes au niveau européen et le communique à l'EFSA. L'évaluation des LMR est faite à partir d'un modèle d'exposition alimentaire aux résidus de pesticides, développé par l'EFSA, le modèle PRIMo (Pesticides Residues Intake Model). Ce modèle repose sur le concept qu'il n'existe pas un consommateur européen type, mais divers consommateurs européens. Il couvre donc l'ensemble des régimes de consommation alimentaire en vigueur dans les 27 Etats Membres.

● **Procédure de révision des LMR :**

L'EFSA adresse un avis motivé, fondé sur le rapport d'évaluation de l'Etat Membre rapporteur, à la Commission et aux Etats Membres. La DG SANCO (Direction Générale

de la Santé et de la Protection du Consommateur de la Commission Européenne), présente ensuite un projet de texte visant à réviser les annexes II, III et V du règlement n°396/2005. Dans le cadre des accords de l'OMC, ce projet de texte est notifié aux pays membres de l'Organisation afin qu'ils puissent réagir et faire part de leurs commentaires. Les Etats Membres peuvent fournir des réponses argumentées pour s'opposer à la proposition de modification des LMR. Sans réponse des Etats Membres, ces nouvelles LMR sont adoptées.

● **Exemples de proposition de modification de LMR raisin :**

Ainsi, tout récemment la Commission Européenne a proposé un projet de modification de la réglementation, en se basant sur deux avis motivés de l'EFSA qui concernent des révisions de LMR, dont celles pour les raisins de table et de cuve :

► **pour le captane** : <http://www.efsa.europa.eu/en/efsajournal/doc/3663.pdf>

► **pour le folpel** : <http://www.efsa.europa.eu/en/efsajournal/doc/3700.pdf>

Les modifications portent sur deux points : la définition des résidus pertinents (prise en compte de la matière active + son métabolite principal) et l'augmentation des LMR existantes pour les raisins.

**Pour le captane** ; augmentation de la LMR de 0.02 mg/kg pour captane seul à 0.03 mg/kg pour captane + THPI (tetrahydrophthalimide) exprimé en captane.

**Pour le folpel**, rappelons, que c'est une des rares molécules à n'avoir pas la même LMR sur raisins de table et sur raisins de cuve (jusqu'en 2006, la LMR du folpel en France était de 3 mg/kg. Par la suite, l'absence de fixation de LMR sur raisin de table s'est traduite dans la réglementation par la fixation d'une LMR au niveau de la limite de quantification soit les 0.02 mg/kg).

Ainsi, l'avis de l'EFSA propose les augmentations de LMR du folpel suivantes :

► **pour le raisin de table** : de 0.02 mg/kg

pour folpel seul à 6 mg/kg pour somme folpel + phtalimide exprimé en folpel.

► **pour le raisin de cuve** : de 5 mg/kg pour folpel seul à 20 mg/kg pour somme folpel + phtalimide exprimé en folpel.

● **Quelles seraient les conséquences pour la filière vigne si ces LMR étaient adoptées ?**

Le captane n'étant pas autorisé sur vigne en France, cela ne pose aucun problème par rapport aux pratiques françaises.

Le folpel seul, peut être retrouvé dans les raisins, à des teneurs le plus souvent < 1 mg/kg. En revanche, il n'est jamais retrouvé dans les vins car il s'hydrolyse très rapidement en phtalimide qui lui est présent très régulièrement dans les vins (entre 0.1 et 0.3 mg/L) mais n'avait, jusqu'à présent, pas de LMR car c'était un métabolite non pertinent, qui n'entrait pas dans la définition du résidu du folpel.

Pour les raisins de table, ça posait donc un problème auparavant, de traiter avec du folpel après la floraison car il y avait de grandes chances de retrouver des résidus > 0.02 mg/kg dans les raisins. L'augmentation de la LMR raisin de table à 6 mg/kg (folpel + phtalimide) permettra l'utilisation de folpel sur raisin de table, sans risque de dépassement de cette nouvelle LMR.

Pour les raisins de cuve, cette révision de LMR ne pose pas non plus de problème, car il n'y a aucun risque de dépasser la nouvelle LMR proposée de 20 mg/kg (folpel + phtalimide) que ce soit dans les raisins de cuve ou dans les vins.

Comme prévu dans la procédure, ces propositions ont ainsi été notifiées à l'OMC pour permettre aux pays tiers de réagir et d'argumenter s'ils ne sont pas d'accord avec les révisions proposées.

**Affaire à suivre...**