

2021

La chronique verte



Sommaire

1 à 6 Chronique verte

Actualité réglementaire

7 à 11

Distances de sécurité pour la protection des riverains. Articulation entre les AMM et les dispositions réglementaires transversales

Actualité réglementaire

Comme chaque année, la chronique verte fait un point sur l'actualité réglementaire de la filière vitivinicole.

Recommandations pour la gestion des risques phtalates dans les caves.

Les matériaux entrant dans la composition des équipements de cave peuvent échanger des composés avec les vins qui entrent en contact avec eux. Cette propriété, recherchée pour son effet bénéfique lors du vieillissement en barriques par exemple, peut s'avérer indésirable s'il est question de la migration de molécules toxiques telles que certains phtalates, classés par l'ANSES dans la catégorie CMR 1B et suspectés d'avoir un effet perturbateur endocrinien. S'agissant d'une problématique importante en termes d'image et de sécurité sanitaire, une étude technique a été menée entre 2012 et 2017 par un groupe de travail composé de 8 partenaires dont des interprofessions viti-vinicoles, des laboratoires d'analyse et plusieurs pôles de l'Institut Français de la Vigne et du Vin.

Introduction

Largement utilisés comme plastifiant dans la fabrication des produits à base de polychlorure de vinyle (PVC), les phtalates sont présents dans un grand nombre d'objets du quotidien y compris les matériaux utilisés dans les caves (tuyaux, cuves...). On les retrouve dans de nombreux aliments, en partie du fait de leur migration depuis les matériaux au contact ou les emballages alimentaires. L'utilisation de certains phtalates (DMP, DnOP, DEP, DIBP, DCHP) est interdite dans la fabrication des matériaux en contact avec les aliments (Règlements (UE) n°1935/2004 et n°10/2011). Leur teneur ne doit pas dépasser une limite analytique (Tableau 1).

Tableau 1 : LMS et conditions d'utilisation des phtalates d'après le Règlement (UE) n°10/2011

Phtalates	LMS (mg/kg)	DJA mg/kg/jour	Conditions d'utilisation
DnBP	0.3	0,010	Autorisés pour le contact des aliments non-gras
DEHP	1.5	0,050	
BBP	30	0,500	Autorisés pour le contact avec les aliments non-gras, exceptés les aliments pour nourrissons
DINP	9 (DINP + DIDP)	0,150	
DIDP		0,150	
DMP	<0,01 (LQ)	-	Interdits dans les aliments
DnOP		-	
DEP		-	
DIBP		-	
DCHP		-	

Néanmoins, ils peuvent être utilisés dans d'autres matériaux qui ne conviennent pas au contact alimentaire.

Cinq autres phtalates (DEHP, BBP, DnBP, DINP et DIDP) sont autorisés comme plastifiant dans la fabrication de matériaux et se voient attribuer des limites de migration spécifiques (LMS). Le dépassement de cette LMS est considéré comme le signe qu'un vin a été mis en contact avec un ou plusieurs matériaux inappropriés ou dans des conditions inappropriées. Il est donc nécessaire de trouver la source de la migration pour la réduire. En France, si la DJA (dose journalière admissible) de l'un de ces composés est dépassée, le vin ne peut être commercialisé.

L'objectif de cette étude a été d'identifier les principales sources de migration en étudiant les niveaux et la nature des phtalates que l'on pouvait rencontrer tout au long du processus de vinification.

Les résultats obtenus ont permis d'améliorer les recommandations visant à contrôler et à réduire les contaminations.

Méthodes

Deux types d'essais ont été mis en place : un suivi d'itinéraires techniques ainsi que des études spécifiques sur les équipements. Les suivis ont consisté à analyser les moûts puis les vins issus de différents itinéraires œnologiques sur plusieurs sites de production, en conditions réelles. Les études spécifiques ont, elles, été réalisées sur les équipements identifiés comme sources potentielles de contamination lors des suivis : cuves en béton revêtues de résine époxy, cuves en polyester renforcé en fibres de verre et tuyaux flexibles en PVC. Ces expérimentations ont été réalisées soit sur des sites de production, soit dans des caves expérimentales. Des études ont également été menées sur l'incidence du contenant final (bouteilles en verre, PET, bag-in-box) et des obturateurs. Au total, 800 échantillons ont été analysés entre 2012 et 2017.

Résultats

Suivi des itinéraires techniques

Les opérations pré-fermentaires présentent un faible risque de migration et ne sont pas des étapes contaminantes. Cela s'explique par les propriétés hydrophobes des phtalates et leur faible solubilité en phase aqueuse. De plus, le temps de contact entre le raisin ou le moût et les matériaux constitutifs des équipements est généralement limité avant la fermentation. Des contaminations au DnBP, phtalate qui a été le plus souvent rencontré dans l'étude, sont apparues dans les vins stockés dans des cuves revêtues de résines époxydiques, ce qui n'était pas le cas des vins stockés dans des cuves en acier inoxydable ou en bois. Le DMP, phtalate interdit, a également été retrouvé en grandes quantités dans certains vins vieillissants dans des cuves en polyester renforcé de fibres de verre.

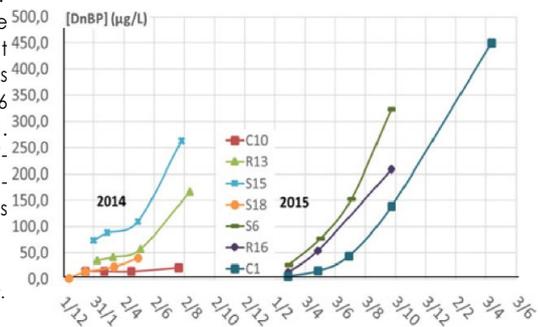
Le conditionnement en bouteille de verre ou de PET (polyéthylène téréphtalate) n'est, quant à lui, pas un point critique en termes de migration des phtalates. En bag-in-box, des réductions significatives des concentrations en DBP ont pu être observées après plusieurs mois de conservation.

Les cuves revêtues de résines époxy.

Les résines époxy sont utilisées pour le revêtement de cuves en béton ou en acier.

Le DnBP est apparu dans ce type de cuve dès la fin de la fermentation alcoolique et tout au long du stockage, jusqu'à parfois dépasser la LMS de 300 µg/L au bout de 6 (cuve S6) et 10 mois (cuve C1) (Figure 1). Il a de plus été observé que le taux de migration de DnBP avait tendance à augmenter avec les températures estivales (résultats non montrés).

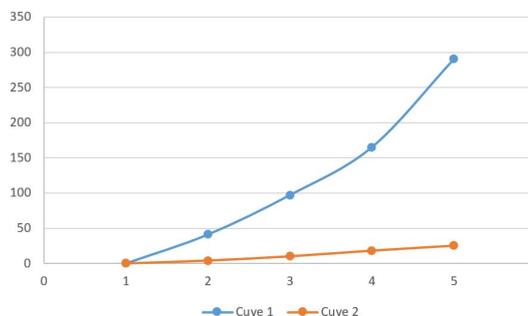
Figure 1 : Cinétiques de migration du DnBP dans des vins stockés en cuves revêtues de résine époxy. Les cuves proviennent du même fabricant et de caves différentes. Le point initial correspond au remplissage de chaque cuve.



Les cuves en polyester renforcé de fibres de verre

Il a été observé que ce type de cuves, très souvent anciennes, peut libérer du DMP dans le vin au cours du vieillissement (Figure 2). La présence de ce composé, interdit par le Règlement (UE) n°10/2011, oblige le vigneron à mettre en place des mesures correctives.

Figure 2 : Cinétiques de migration du DMP dans des vins conservés dans deux cuves en polyester renforcé de fibres de verre. Le 1^{er} point T0 correspond à l'échantillonnage juste avant remplissage.



Les tubes flexibles en PVC

La tuyauterie en PVC est une source avérée de contaminations, surtout lorsque les conduits sont anciens. En effet, tous les tuyaux testés ayant été fabriqués avant les années 2000 libèrent du DnBP, du DEHP, du BBP, du DMP et du DIBP, à des concentrations variables. En revanche, le tuyaux neuf, étiqueté « sans phtalate », n'a pas entraîné de migration de molécules phtalates (Tableau 2).

Tableau 2 : Enrichissement d'un vin en phtalates pendant un transfert par pompage dans un circuit fermé (70 hL/h) constitué de 10 m de tuyau en PVC souple (diamètre 50 mm). Le vin a circulé 50 fois dans la boucle. Moyennes de 3 répétitions.

0 : inférieur à la LQ (limite de quantification); ns : non-significatif.

Tuyau souple en PVC		DBP µg/l	BBP µg/l	DEHP µg/l	DIBP µg/l
Tuyau 1 Neuf, labellisé Phtalate free	50 circulations	0	0	0	0
	Pour 1 transfert	0	0	0	0
Tuyau 2 Années 2000	50 circulations	2	13	14	104
	Pour 1 transfert	ns	ns	ns	2
Tuyau 3 Années 1990	50 circulations	26	1402	1181	4
	Pour 1 transfert	ns	28	23	ns

Les procédés de filtration

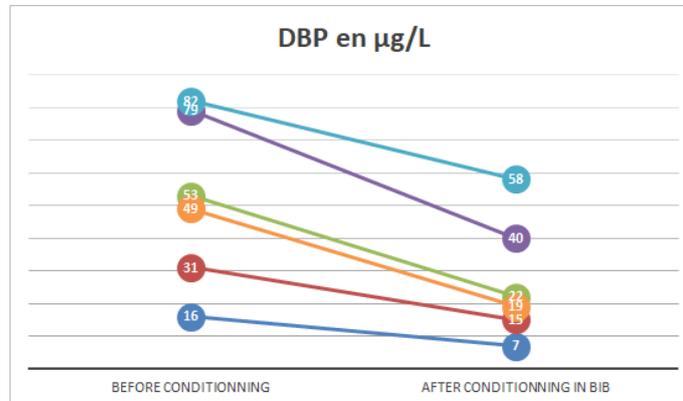
Des réductions faibles mais significatives des niveaux de DnBP ont pu être obtenues après filtration tangentielle des vins sur disque de céramique. La teneur en DEHP a pu être réduite de manière significative (99 %) avec une filtration à froid. Aucune contamination par les phtalates au cours de la filtration n'a été observée dans le cadre de cette étude mais elle dépend des matériaux constitutifs des filtres utilisés. L'utilisation de fibres végétales s'est montrée très efficace pour éliminer les phtalates par filtration sur plaques (jusqu'à 84 % du DnBP et 95 % du BBP).

Les bag-in-box, le PET et les obturateurs

Le conditionnement du vin en bouteilles en verre ou en PET (polyéthylène téréphtalate) n'a pas entraîné d'enrichissement en phtalates.

Le polyéthylène constitutif des poches de bag-in-box, adsorbe très probablement les phtalates. Dans chaque cas, après le remplissage, le niveau de DnBP a diminué au cours du temps (Figure 3).

Figure 3 : Niveaux de DnBP dans les vins conditionnés 6 mois en BIB



Guide de recommandations

Les résultats de cette étude, ont été publiés fin 2019, dans un guide de recommandations à destination des professionnels, pour les aider à identifier et maîtriser les composés liés à l'utilisation des matériels dans les caves.

Le Cahier Itinéraire N°29, « **Recommandations pour la gestion des risques phtalates et bis-phénol A dans les caves** », est consultable et téléchargeable sur le site de l'IFV : <https://www.vignevin.com/?s=recommandations&x=0&y=0>

Ce qu'il faut retenir

Mesures préventives

- Assurer la traçabilité des matériels et des matériaux utilisés tout au long de l'élaboration du vin.
- Utiliser des équipements sans risques de contamination : mention « sans phtalates ».
- Privilégier les cuves en acier inox pour le stockage des vins dont le degré est supérieur à 15-20 % vol.
- Changer les tuyaux régulièrement et ne pas attendre qu'ils soient endommagés ou usés.
- Éviter d'exposer les matériaux à des températures trop élevées.
- Demander au fabricant une déclaration de conformité à la réglementation, ainsi que les tests de migration et les attestations « sans phtalates ».

Mesures correctives si LMS dépassée

- Comparer le contenu à la DJA (dose journalière admissible) en faisant une analyse de risque. En cas de dépassement de la DJA, le vin ne peut être commercialisé (Art. 14 Règlement (CE) n°178/2002).
- Chercher les équipements contaminants : ceci peut être fait en utilisant la traçabilité des matériaux, en commençant par le vin contaminé.
- Remplacer l'équipement très contaminant : pour les cuves, cela peut impliquer un changement de matériel ou le remplacement du revêtement époxy.

Cette étude a été réalisée avec le soutien financier de FranceAgriMer



Des Minimis pour interpréter les analyses de résidus dans les vins.

La présence de résidus de pesticides dans les vins est devenue un sujet de plus en plus sensible et le recours aux analyses de résidus de produits phytosanitaires dans les vins se développe.

En analyse, on ne sait pas mesurer le "zéro"

Les consommateurs sont dans l'attente de vins sans résidus, or d'un point de vue analytique le « 0 » n'existe pas.

Les laboratoires utilisent des méthodes d'analyse de plus en plus performantes permettant d'atteindre des Limites de Quantification (LQ) et de Détection (LD) de plus en plus basses.

Les concentrations mesurées dans les vins sont le plus souvent, faibles et proches des LQ. Les progrès constants des techniques repoussent régulièrement ces limites et la question de la signification même d'un résultat aussi faible se pose de plus en plus. Ainsi, les valeurs de LQ sont souvent utilisées par les laboratoires pour signifier le « 0 » mais elles peuvent être très hétérogènes d'un laboratoire à l'autre entraînant des interprétations susceptibles de différer.

Dans l'état actuel, la filière vin n'est pas capable de répondre à la demande du consommateur de « vins sans résidus », faute de critères d'interprétation des résultats analytiques qui soient reconnus et harmonisés.

Face à ce constat, un Groupe de Travail composé d'un consortium de laboratoires d'analyses* et coordonné par l'IFV, s'est mis en place en 2019, afin de proposer des valeurs de minimis pour l'analyse des résidus de produits phytosanitaires dans les vins.

Qu'est-ce qu'un minimis ?

Un minimis est une valeur analytique au-dessous de laquelle une substance est considérée comme absente du produit analysé.

C'est une sorte « **d'outil analytique** » destiné à être utilisé par un laboratoire pour interpréter un résultat positif au-dessus de sa propre LQ.

Ainsi, une substance quantifiée dans un vin, mais à une teneur inférieure au minimis, serait considérée comme absente du vin.

Le laboratoire indiquerait alors sur son rapport d'analyse « inférieur valeur minimis ». Cela signifierait que le résultat est trop faible pour être interprétable, en l'état actuel des connaissances.

Les minimis sont issus de la mise en commun de résultats d'experts et d'analystes. Une base de données comprenant un total de 220 molécules a ainsi été créée à partir des résultats des partenaires du groupe de travail.

Plusieurs critères ont été pris en compte pour déterminer un consensus autour d'une valeur la plus basse possible signifiante, pour chaque molécule :

- performances analytiques (LD, LQ, incertitudes)
- réglementation (molécule approuvée UE, LMR, autorisation France, homologation vigne)
- caractère traçant de la molécule du raisin au vin (retrouvée si application, teneurs, fréquences)
- molécule « sujette à bruit de fond » (rémanences, interférences avec d'autres sources de contaminations que phytosanitaires, cas des molécules retrouvées alors que non appliquées, y compris dans les vins bio)

Le minimis est à distinguer des LD, LQ ou LMR

Le minimis est différent des Limites de Détection (LD) et de Quantification (LQ), relatives à la performance analytique de la méthode, et ne doit pas non plus être associé à une limite réglementaire ou une valeur toxicologique qui sont traitées respectivement par les LMR (Limites Maximales de Résidus) et les DJA (Doses Journalières Acceptables).

Dans tous les cas, les minimis proposés par le Groupe de Travail, le sont à des niveaux de concentration en dessous des LMR de raisins de cuve.

Pour en savoir plus...

La fiche de synthèse et la liste des minimis proposée par le Groupe de Travail est consultable et téléchargeable sur le site de l'IFV à partir du lien :

<https://www.vignevin.com/article/de-la-notion-de-minimis-pour-lanalyse-des-residus-phytosanitaires-dans-les-vins/>

Cette liste est évolutive. Les minimis seront amenés à être révisés à chaque fois que jugé nécessaire par le groupe d'experts, au fur et à mesure des recherches, des résultats du groupe de travail et des évolutions des performances des méthodes.

Ce travail sera présenté et soumis à la sous-commission aux méthodes d'analyses (SCMA) lors des prochaines sessions de l'OIV, par la délégation française.

*Composition du groupe de travail : Laboratoires Dubernet, Laboratoire GIRPA, Laboratoire Excell, Laboratoire Phytocontrol, Laboratoire Exact, Laboratoire Grand Chais de France, IFV