

Spectre d'analyses pour le dépistage de résidus de pesticides dans les produits bio

En collaboration avec le FiBL (Institut de recherche de l'agriculture biologique)
Août 2023

1 Introduction

Les analyses de résidus font aujourd'hui partie intégrante de l'assurance-qualité pour les produits bio. Elles fournissent des renseignements importants sur les points faibles des filières de marchandises. Il y a par exemple l'utilisation de produits phytosanitaires interdits ou de semences traitées, les contaminations par des substances indésirables ainsi que les confusions ou les mélanges de lots biologiques avec des lots conventionnels. De tels points faibles peuvent survenir dans la production, lors des récoltes, du transport, du stockage ou de la transformation. L'Ordonnance fédérale sur l'agriculture biologique (RS 910.18) exige que des précautions soient prises pour éviter les contaminations. Cela signifie que les causes des contaminations doivent être élucidées afin de pouvoir si possible prendre les mesures adéquates.

Selon l'Ordonnance sur les denrées alimentaires et les objets usuels (ODAIUOs, RS 817.02), chaque entreprise doit effectuer un autocontrôle qui comprend aussi, selon l'art. 75 ODAIUOs, le prélèvement et l'analyse d'échantillons. Pour déterminer quels échantillons doivent être prélevés et quelles analyses doivent être faites, chaque entreprise doit procéder à une analyse de risque pour déterminer les points critiques (Cahier des charges de Bio Suisse, Partie III, chap. 1.5). Il est possible d'élaborer ensuite un concept d'analyses qui définit à quelle fréquence doivent être pris des échantillons de quels produits, et à quelles étapes des processus resp. de quels fournisseurs. Il détermine en outre quelles substances doivent être recherchées dans quels produits.

Le présent spectre d'analyses fournit de l'aide sur ce point. Il montre selon l'expérience quelles substances surviennent le plus comme résidus dans quels produits. Il est structuré en fonction des substances qui peuvent se trouver régulièrement (chapitre 2) et de celles qui surviennent irrégulièrement mais quand même de temps en temps (chapitre 3). Il est judicieux pour le monitoring de chercher en premier lieu les substances qui surviennent régulièrement. Il peut en outre, selon la formulation de la question, être pertinent de chercher aussi des substances qui surviennent plus rarement.

Il faut aussi tenir compte des exigences en vigueur dans le Cahier des charges de Bio Suisse, Partie V, Annexe pour le chapitre 3.8.

Recommandations:

Bio Suisse recommande d'analyser dans le cadre du monitoring des pesticides avant tout (p. ex. 90 %) les substances fréquentes listées au chapitre 2 et occasionnellement (p. ex. 10 %) celles qui surviennent plus rarement et qui sont listées au chapitre 3.

Il est aussi recommandé de clarifier au préalable si le laboratoire choisi est accrédité pour la méthode d'analyse demandée.

Ce mémo est consacré uniquement aux analyses de pesticides, mais d'autres types d'analyses (là aussi selon le type de denrées alimentaires et leur provenance) comme p. ex. les OGM, les métaux lourds et autres contaminants environnementaux, les mycotoxines, les paramètres microbiologiques etc. peuvent également être importants.

S'il n'y a pas d'autre remarque, les recommandations suivantes s'appuient sur les données des European Union reports on pesticide residues in food de l'EFSA.

2 Substances qui surviennent fréquemment et méthodes d'analyses adéquates

Ce chapitre présente brièvement les substances qui surviennent régulièrement comme résidus. Les laboratoires proposent pour ces substances des analyses standards. À l'exception du screening des pesticides, les méthodes sont désignées d'après les substances qu'elles permettent de trouver.

2.1 Screening des pesticides

Presque tous les laboratoires proposent ce qu'on appelle un screening des pesticides (il y a d'autres expressions courantes). Il s'agit là de procédés techniques qui permettent de chercher en même temps plusieurs centaines de substances. Le laboratoire analyse un choix déterminé de pesticides fréquents et de leurs produits de dégradation (métabolites) et autres substances comme les biocides par exemple. Le choix varie d'un laboratoire à l'autre. Si une substance est particulièrement intéressante, il faut d'abord clarifier avec le laboratoire si cette substance fait partie du screening. Le screening des pesticides peut identifier la grande majorité des fongicides, des insecticides et des herbicides et il est donc particulièrement recommandé lorsqu'on recherche de manière routinière dans le cadre du monitoring (c.-à-d. sans avoir de soupçons particuliers) des points faibles, des confusions ou des sources de contamination. Le choix des substances des screenings est adapté par les laboratoires quand il y a de nouvelles connaissances ou substances.

2.1.1 Screening des pesticides avec préparation spéciale des échantillons pour les herbicides acides

Certaines substances ne sont pas suffisamment bien détectées par le screening standard des pesticides. C'est le cas pour les herbicides acides "acides phénoxyalcanecarboxyliques"). Dans ces cas le screening permet seulement de savoir si ces substances sont présentes ou pas. Pour que la détermination des quantités soit possible, l'analyse doit être répétée avec une préparation spéciale de l'échantillon (hydrolyse). C'est par exemple le cas pour les substances suivantes: 2,4-D, 2,4,5-T, 2-phenylphénol, acibenzolar acid, amitraz, bentazone, bifénazate, bromoxynil, captan, carbendazime, carbofuran, cléthodime, clodinafop, cycloxadime, dalapon, daminozide, dazomet, dicamba, dichlorprop, diclofop, dinocap, dinoseb, dinoterbe, dithiocarbamates, DNOC, éthofumésate, fénoprop, fénoxaprop-P, flufénacet, fluazifop, fluopyram, fluroxypyr, folpet, haloxyfop, isoxaflutole, ioxynil, MCPA, MCPB, mécoprop, meptyldinocap, phosphane, prochloraz, propachlore, pyridate, quizalofop et tépraloxydim.

2.2 Analyses standards de substances individuelles

La plupart des laboratoires proposent en plus du screening des pesticides d'autres mesures standards qui permettent de déterminer la présence de certaines substances choisies. On parle alors d'analyses individuelles. Les principales analyses individuelles sont décrites dans les paragraphes suivants de ce chapitre.

Quelques laboratoires commencent depuis peu à proposer des paquets de certaines des analyses individuelles mentionnées ici pour autant que ce soit techniquement possible. En particulier les analyses du glyphosate, du glufosinate et de l'AMPA (chap. 2.2.1), du fosétyle et de l'acide phosphonique (chap. 2.2.2) et de l'éthéphon (chap. 2.2.3) sont parfois proposées dans une multiméthode pour substances hautement polarisées, et cette solution peut aussi comprendre d'autres substances. Comme pour le screening des pesticides, le choix des substances varie ici aussi d'un laboratoire à l'autre. Vu que ces multiméthodes sont encore peu répandues, ces substances sont mentionnées ici individuellement.

2.2.1 Glyphosate, glufosinate et AMPA

Les deux herbicides glyphosate et glufosinate sont identifiés par une méthode individuelle ou une multiméthode pour substances hautement polarisées qui peut aussi la plupart du temps prouver la présence d'AMPA (aminométhylphosphonique), le principal produit de dégradation du glyphosate. Le glyphosate est aujourd'hui l'herbicide le plus utilisé dans le monde. Il est utilisé dans plusieurs domaines:

- Nettoyage de la zone des racines des cultures pérennes comme les fruits, le raisin, les baies;
- Herbicide de prélevée dans les cultures annuelles (grandes cultures, légumes);
- Herbicide de postlevée dans les cultures GM qui le tolèrent (soja, colza, maïs, betterave sucrière, etc.);
- Lutte au plante-à-plante contre des mauvaises herbes pluriannuelles dans les prairies et les pâturages;
- Lutte contre les mauvaises herbes sur des surfaces non agricoles comme les jardins d'agrément, les bords de routes, les voies de chemin de fer, les sites industriels etc., mais aussi lutte contre des plantes introduites;
- «Traitement de pré-récolte» sur céréales, légumineuses à graines et oléagineux.

Les traitements de pré-récolte sur céréales, légumineuses à graines et oléagineux font diminuer l'humidité des grains (dessiccation), ce qui est important selon les régions et les années. Ces traitements facilitent aussi les récoltes parce que les feuilles des plantes cultivées meurent en même temps que les éventuelles mauvaises herbes. Les traitements de pré-récolte avec du glyphosate provoquent des résidus nettement plus élevés que d'autres types d'utilisations. Les analyses du glyphosate sont donc spécialement importantes pour les céréales, les produits céréaliers, les légumineuses à graines et les oléagineux.

2.2.2 Fosétyl et acide phosphonique

Les fongicides fosétyl (fosétyl-Al, = fosétyl d'aluminium) et phosphonate (dénominations antérieures: phosphite, acide phosphoreux) sont identifiés par une méthode individuelle ou une multiméthode pour substances hautement polarisées. Ils sont principalement utilisés dans les vignes, les vergers, les légumes et le houblon. C'est surtout dans le bassin méditerranéen qu'on trouve dans le commerce des produits phytosanitaires et des engrais contenant des phosphonates dont la présence n'est pas déclarée. Des résidus peuvent alors survenir à l'insu des producteurs. Dans le cas des plantes pérennes, l'acide phosphonique s'accumule dans le bois et provoque des résidus pendant plusieurs années après son utilisation. Les plants conventionnels contiennent parfois de grandes quantités d'acide phosphonique. On trouve souvent dans les cultures où on a utilisé de l'acide phosphonique des résidus nettement supérieurs à 10 mg/kg. Les premières expériences montrent que, l'année qui suit un traitement, on trouve des résidus de 2 à 8 mg/kg¹. Quand des plantes sont traitées avec du fosétyl, il va se dégrader lentement dans les plantes en acide phosphonique. Si on trouve dans un échantillon aussi bien du fosétyl que de l'acide phosphonique, l'utilisation de fosétyl est vraisemblable. Si par contre on ne trouve que de l'acide phosphonique, alors l'utilisation d'acide phosphonique ou d'autres sources devrait en être la cause. Il y a une analyse individuelle qui permet d'identifier séparément le fosétyl et l'acide phosphonique, mais certains laboratoires ne mentionnent de manière standard sur les rapports d'analyses que la somme des deux substances. Si c'est le cas il faut demander au laboratoire de vous communiquer les valeurs individuelles. Les valeurs maximales qui figurent dans la loi concernent toujours la somme du fosétyl et de l'acide phosphonique². La valeur d'intervention est plus haute pour l'acide phosphonique que pour la majorité des autres pesticides³. D'autres informations plus approfondies se trouvent dans le document de base «Informations et prise de position sur les résidus de phosphonate et d'acide phosphonique» (seulement en [allemand](#)).

2.2.3 Éthéphon

L'éthéphon est le régulateur de croissance des plantes le plus utilisé. Il est utilisé dans les domaines suivants:

- Raccourcisseur de tiges dans les cultures de céréales;
- Éclaircissage des fleurs et des fruits dans les pommiers et les pruniers;
- Induction de la floraison des ananas;
- Accélération du mûrissement des tomates, des pommes, des agrumes et des figues;
- Facilitation du détachement des fruits pour la récolte des cerises, des prunes et de diverses baies;
- Accélération du mûrissement après récolte pour des fruits comme les poivrons, les bananes et les mangues;
- Régulation du mûrissement du coton.

L'éthéphon est identifié par une méthode individuelle ou une multiméthode pour substances hautement polarisées. C'est dans les agrumes, les fruits exotiques, le raisin de table, les tomates et les poivrons qu'on trouve le plus souvent des résidus d'éthéphon, et plus rarement dans les fruits d'ici et les céréales.

2.2.4 Chlorméquat et mépiquat

Le chlorméquat (aussi appelé chlorure de chlorocholine, abréviation: CCC) et le mépiquat sont identifiés par des méthodes individuelles. Ces deux substances sont des régulateurs de croissance des plantes. Ils sont utilisés dans les domaines suivants:

- Raccourcisseur de tiges dans les cultures de céréales;
- Amélioration de la formation des fruits pour les poires, les amandes, les olives, le raisin et les tomates;

¹ Étude interne du FiBL qui n'a pas été publiée

² Ordonnance du DFI sur les limites maximales applicables aux résidus de pesticides présents dans ou sur les produits d'origine végétale ou animale (OPOVA) (RS 817.021.23): <https://www.admin.ch/opc/fr/classified-compilation/20143405/index.html>

³ Weisung zum Vorgehen bei Rückständen im Bio-Bereich: <https://www.blw.admin.ch/dam/blw/fr/dokumente/Instrumente/Kennzeichnung/Biolandbau/weisung-zum-vorgehen-bei-rueckstaenden-im-bio-bereich.pdf.download.pdf/Instructions%20cernani%20les%20constats%20de%20r%C3%A9sidus%20dans%20la%20production%20biologique.pdf>

- Empêchement de la chute précoce de fruits mûrs pour les poires, les abricots et les prunes;
- Formation de bois à fruit sur des jeunes poiriers qui ne portent pas de fruits.

C'est dans les poires, les céréales et les champignons cultivés (contamination par les résidus présents dans la paille) qu'on trouve le plus souvent des résidus de chlorméquat et de mépiquat. On en trouve aussi, mais moins souvent, dans les légumes (surtout les carottes) et le raisin de table. Il y a des indices que du chlorméquat et du mépiquat peuvent se former lors de la torréfaction du café et des céréales (spécialement de l'orge). Les résultats positifs des analyses de ces denrées alimentaires doivent donc être interprétés avec prudence.

2.2.5 Hydrogène phosphoré

L'hydrogène phosphoré (aussi connu comme phostoxine, phosphine ou PH₃) est un gaz qui est utilisé comme produit de protection des stocks dans les silos, les entrepôts, les containers, wagons etc. et qui agit aussi bien contre les insectes que contre les rongeurs. On utilise souvent du phosphore d'aluminium ou du phosphore de calcium, qui sont des produits solides qui dégagent de l'hydrogène phosphoré quand ils sont exposés à l'air. Ce processus produit cependant des poussières de phosphore qui se répandent dans les installations et qui peuvent se transmettre via les céréales à l'ensemble de la filière des marchandises. L'utilisation d'hydrogène phosphoré a fortement augmenté ces dernières années.

Il y a des risques de résidus dans toutes les denrées alimentaires qui sont entreposées (céréales, légumineuses, oléagineux). Dans la pratique, ce sont les résidus dans les céréales qui sont les plus fréquents. La Suisse a édicté pour l'hydrogène phosphoré une valeur d'intervention plus basse que pour d'autres pesticides⁴. Les concepts d'analyses du secteur des céréales doivent donc particulièrement tenir compte de l'hydrogène phosphoré.

2.2.6 Dithiocarbamates

Le groupe de substances appelées dithiocarbamates comprend de nombreux pesticides (dazomet, ferbame, manèbe, métam, nabame, propinèbe, thirame, zinèbe, zirame etc.). De nombreux dithiocarbamates agissent comme fongicides, mais il y en a aussi qui sont des herbicides, des insecticides, des nématicides, des algicides ou des insectifuges. Les dithiocarbamates sont principalement (mais pas seulement) utilisés dans l'arboriculture fruitière et les cultures maraîchères. Le fongicide mancozèbe est particulièrement largement répandu. Certains dithiocarbamates (disulfirame, thirame et zirame) sont en plus utilisés lors de la fabrication du latex pour accélérer la vulcanisation et peuvent donc être présents dans les gants en latex. L'utilisation de ce genre de gants peut aussi provoquer des résidus⁵.

L'analyse standard des dithiocarbamates s'effectue indirectement en identifiant le bisulfure de carbone (CS₂). Cette méthode permet d'identifier le groupe des dithiocarbamates, mais elle ne donne aucun renseignement sur les substances précises en présence. Les crucifères (brassicacées) et les liliacées contiennent des molécules soufrées naturelles qui perturbent ce genre d'analyses en simulant la présence de dithiocarbamates. Cela n'est donc pas très pertinent d'analyser aussi les dithiocarbamates dans ces cultures. Le fait que le soufre (un produit phytosanitaire biocompatible) ait aussi cet effet n'est pas établi avec certitude. Des résultats faux-positifs sont donc possibles, ce qui fait que les résultats positifs des analyses doivent être interprétés avec prudence.

3 Substances qui surviennent irrégulièrement et méthodes d'analyse pour les identifier

De nombreuses autres substances que celles qui sont mentionnées ci-dessus sont utilisées comme produits phytosanitaires, mais elles ne représentent en l'état actuel des connaissances que de faibles risques de résidus. Les laboratoires ne proposent pas d'analyses standards pour ce genre de substances, mais de nombreuses d'entre elle peuvent être identifiées sur demande.

La suite présente certaines substances dont on a déjà occasionnellement trouvé des résidus dans des denrées alimentaires (mais nettement plus rarement que pour les substances du chapitre 2).

⁴ Instructions concernant les constats de résidus dans la production biologique: <https://www.blw.admin.ch/dam/blw/fr/dokumente/Instrumente/Kennzeichnung/Biolandbau/weisung-zum-vorgehen-bei-rueckstaenden-im-bio-bereich.pdf.download.pdf/Instructions%20concernant%20les%20constats%20de%20r%C3%A9sidus%20dans%20la%20production%20biologique.pdf>

⁵ Pour plus d'informations, voir «[Informationen und Stellungnahme zu Rückständen von Dithiocarbamaten](#)» et «[Zusicherungserklärung Dithiocarbamatafreiheit](#)» (seulement en allemand)

3.1 Amétoctradine

L'amétoctradine est un fongicide qui est surtout utilisé en mélange dans les fongicides combinés pour la vigne, les légumes et les pommes de terre. Quelques résidus ont été trouvés jusqu'ici dans du raisin. Un risque de résidus peut exister pour les légumes-feuilles et le houblon.

3.2 Cyflufenamide

La cyflufenamide est un fongicide qui est surtout utilisé dans les céréales, mais aussi pour les fruits à pépins, les baies, le raisin et les légumes (surtout les cucurbitacées). Quelques résidus ont été trouvés jusqu'ici dans du raisin de table, des myrtilles, des mûres, des poivrons et des champignons.

3.3 Dithianon

Le dithianon est un fongicide qui est surtout utilisé dans les fruits, la vigne et le houblon. Quelques résidus ont été trouvés jusqu'ici dans des fruits (pommes, poires, abricots, cerises, prunes, diverses baies) et du raisin de table.

3.4 Dodine

La dodine est un fongicide qui est surtout utilisé dans les fruits à pépins, les fruits à noyau et les noix. Quelques résidus ont été trouvés jusqu'ici dans des pommes, plus rarement aussi dans des fruits à noyau, des baies et du raisin de table. Un risque de résidus peut exister pour les olives.

3.5 Hydrazide maléique

L'hydrazide maléique est un régulateur de croissance utilisé surtout sur les pommes de terre et sur les liliacées (pour inhiber la germination) ainsi que sur les agrumes et le tabac. Certains herbicides contiennent en outre de faibles quantités d'hydrazine maléique. Quelques résidus ont été trouvés jusqu'ici dans des pommes de terre et des liliacées.

4 Vue d'ensemble de l'importance de diverses substances dans différentes denrées alimentaires

Le tableau 1 ci-dessous résume les informations sur les principales substances mentionnées dans les chapitres précédents. Les substances sont regroupées selon les méthodes d'analyse.

Légende:

xx = l'analyse de cette (ces) substance(s) est importante pour cette denrée alimentaire;

x = l'analyse de cette (ces) substance(s) a une certaine importance pour cette denrée alimentaire;

(case vide) = l'analyse de cette (ces) substance(s) n'a pratiquement pas d'importance pour cette denrée alimentaire.

Tableau 1: Vue d'ensemble des méthodes d'analyse

Substances	Fruits (y.c. baies)	Raisin de table, vin	Légumes (y.c. plantes aroma- tiques et thés)	Pommes de terre	Céréales	Légumineuses à graines	Oléagineux	Champignons cultivés
Substances / Méthodes d'analyses fréquentes								
Screening des pesticides	xx	xx	xx	xx	xx	xx	xx	x
Herbicides acides					xx ⁶	xx ⁷	xx ⁸	
Glyphosate, glufosinate					xx	xx	xx	

⁶ Surtout importante pour le blé

⁷ Surtout importante pour les lentilles et le soja

⁸ Surtout importante pour le sésame, les graines de lin et le colza

Fosétyl, acide phosphorique	xx	xx	x	x				
Éthéphon	xx ⁹	x	xx ¹⁰					
Chlorméquat, Mépiquat	x ¹¹				xx			xx
Hydrogène phosphoré ¹²			xx ¹³		xx	xx	x	
Dithiocarbamates	xx		xx ¹⁴					
Substances survenant de temps à autre								
Amétoctradine		x						
Cyflufenamide	x ¹⁵	x	x					x
Dithianon	x	x						
Dodine	x	x						
Hydrazide maléique			x ¹⁶	x				

⁹ Surtout importante pour les agrumes et autres fruits exotiques

¹⁰ Surtout importante pour les tomates et les poivrons

¹¹ A une certaine importance pour les poires

¹² Bio Suisse considère qu'un seuil de détection de 0.01 mg/kg est suffisant pour identifier une utilisation interdite sur des produits Bourgeon et donc prouver une infraction au Cahier des charges de Bio Suisse.

¹³ Importante pour les épices importées

¹⁴ Pas adaptée pour les crucifères et les liliacées

¹⁵ A une certaine importance pour les baies

¹⁶ A une certaine importance pour les liliacées