

Journée technique nationale  
**Pomme de terre**  
31 janvier 2018, Paris

# Pomme de terre - marché du frais

## Résidus d'inhibiteurs de germination : bilan 2009-2016 du plan de surveillance CNIPT/ARVALIS



**Jean-Michel GRAVOUEILLE**  
& **Servane PONTNONE**  
(ARVALIS – Institut du végétal)  
**Stéphane TURPIN**  
(CNIPT)

**ARVALIS**  
Institut du végétal

  
**cnipt** Comité National  
Interprofessionnel  
de la Pomme de Terre

# Méthodologie

**Objectif** : contrôler la conformité des pommes de terre de consommation commercialisées sur le marché du frais au regard des limites maximales de résidus de S.A. en vigueur (LMR)<sup>(1)</sup> et autres seuils [ETM (plomb, cadmium), nitrates, glycoalcaloïdes]

➔ **Focus sur les S.A. utilisées contre la germination des tubercules**

*(1) base de données relative aux LMR applicables aux produits listés en annexe I du règlement (CE) n°396/2005 à la date des analyses*

<http://ec.europa.eu/food/plant/pesticides/eu-pesticides-database/>



# Méthodologie

**Matériel** : 150 (en 2009-2010) ; 180 (en 2010-2011, 2011-2012 et 2012-2013) ou 189 (en 2013-2014, 2014-2015, 2015-2016 et 2016-2017) échantillons/campagne prélevés par le CNIPT en distribution (GMS, Hard Discount) [~ 50 variétés ; ~ 150 centres de conditionnement] :

**n = 1446 échantillons**

**Périodes** : **3 vagues** de 50 (en 2009-2010) ; 60 (en 2010-2011, 2011-2012 et 2012-2013) ou 63 échantillons (en 2013-2014, 2014-2015, 2015-2016 et 2016-2017) (début de campagne : septembre/octobre, milieu de campagne : janvier/février et fin de campagne : mai/juin)

**Laboratoire** : CAPINOV – Landerneau (29)



# Méthodologie

## Calendrier de prélèvements

	Vague 1	Vague 2	Vague 3
2009-2010	semaine 38	semaine 3	semaine 22
2010-2011	semaine 41	semaine 6	semaine 23
2011-2012	semaine 41	semaine 9	semaine 23
2012-2013	semaine 43	semaine 9	semaine 22
2013-2014	semaine 42	semaine 5	semaine 20
2014-2015	semaine 41	semaine 6	semaine 23
2015-2016	semaine 43	semaine 5	semaine 22
2016-2017	semaine 41	semaine 10	semaine 24



Journée technique nationale **Pomme de terre**  
31 janvier 2018, Paris



**ARVALIS**  
Institut du végétal

# Méthodologie

## Substances actives recherchées

### Inhibiteurs de germination appliqués au stockage

- **chlorprophame (CIPC)** (nombreuses spécialités)

L.Q. = 0.05 mg/kg puis 0.02 mg/kg en février 2012 ; L.M.R. = 10 mg/kg\*

\* limite fixée à 4 mg/kg dans le cadre de la Norme AFNOR NF V 25-111

- **huile de menthe (L-carvone)** (BIOX-M) (à partir de 2012-2013 ; n = 936)

L.Q. = 0.01 mg/kg ; absence de L.M.R.

### Inhibiteurs de germination appliqués au champ

- **hydrazide maléique** (FAZOR, FILINI 60 SG, HIMALAYA 60 SG, ITCAN SL 270)

L.Q. = 1.0 mg/kg puis 0.1 mg/kg en juin 2011 ; L.M.R. = 50 mg/kg



# Chlorprophame (CIPC) : définition du résidu\*

- La **3-chloroaniline**, citée dans le texte de révision de l'EFSA 2017 concernant le chlorprophame, a été recherchée sur les échantillons des campagnes 2012-2013 et 2013-2014 et ceux de la première vague de la campagne 2014-2015, ce dernier métabolite ayant été supprimé de la définition du résidu pour la pomme de terre par le règlement UE 79/2014 en date du 29 janvier 2014 (date d'application 19 août 2014) (L.Q. = 0.02 mg/kg)

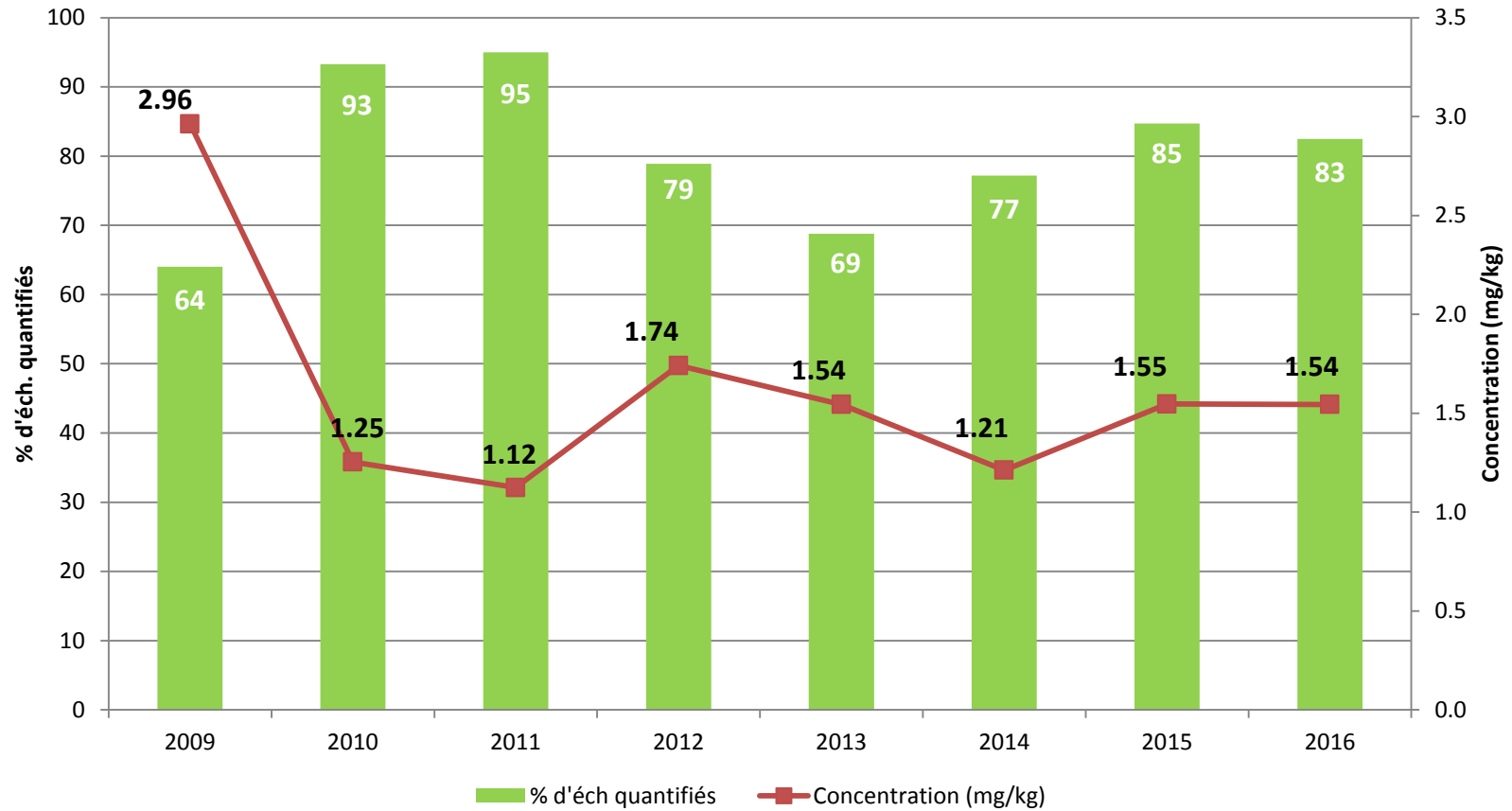
*\* avant 2014 : Règlement (CE) n° 149/2008 de la Commission du 29 janvier 2008 modifiant le règlement (CE) n° 396/2005 du Parlement européen et du Conseil pour y ajouter les annexes II, III et IV fixant les limites maximales applicables aux résidus des produits figurant à son annexe I.*

*\* depuis 2014 : Règlement (UE) n° 79/2014 de la Commission du 29 janvier 2014 modifiant les annexes II, III et IV du règlement (CE) n° 396/2005 du Parlement européen et du Conseil en ce qui concerne les limites maximales applicables aux résidus de bifénazate, de chlorprophame, d'esfenvalérate, de fludioxonil et de thiobencarbe présents dans ou sur certains produits.*



# Chlorprophame

## Evolution de la teneur et du % d'échantillons quantifiés entre 2009 et 2016

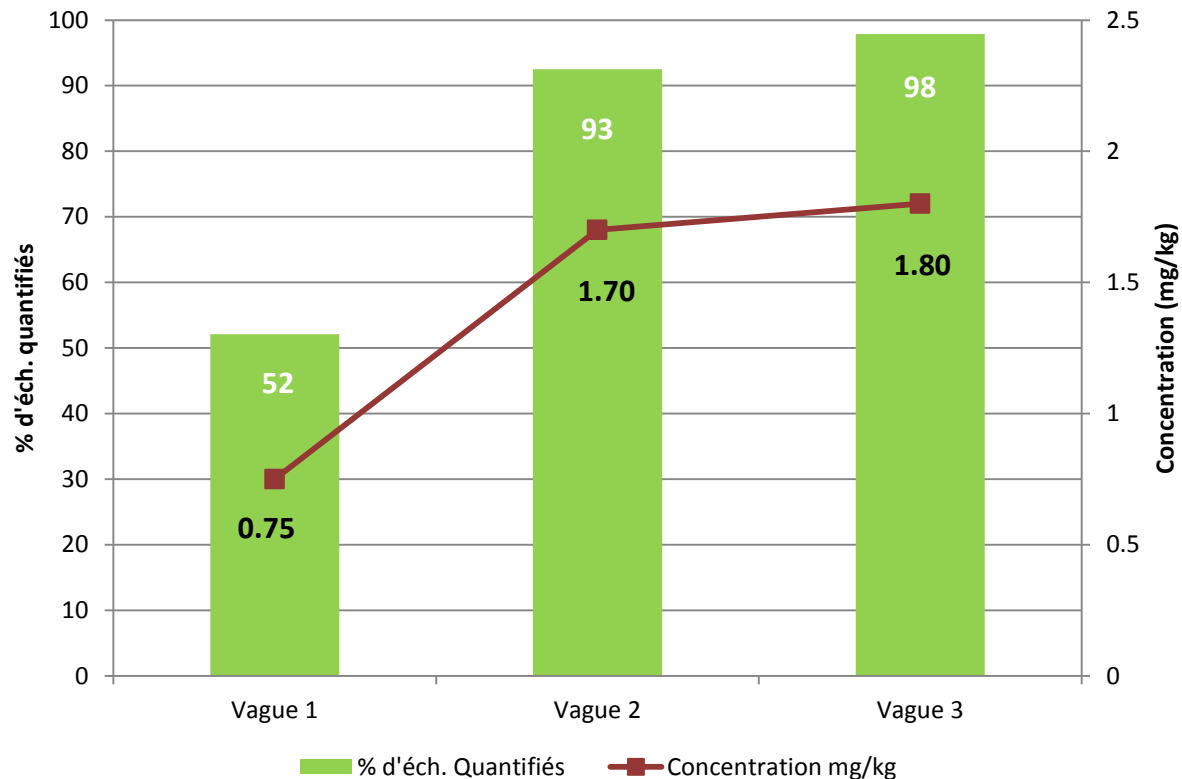


Journée technique nationale **Pomme de terre**  
31 janvier 2018, Paris



# Chlorprophame

Concentration et % d'échantillons quantifiés selon la période de prélèvement (moyenne 2009-2016)



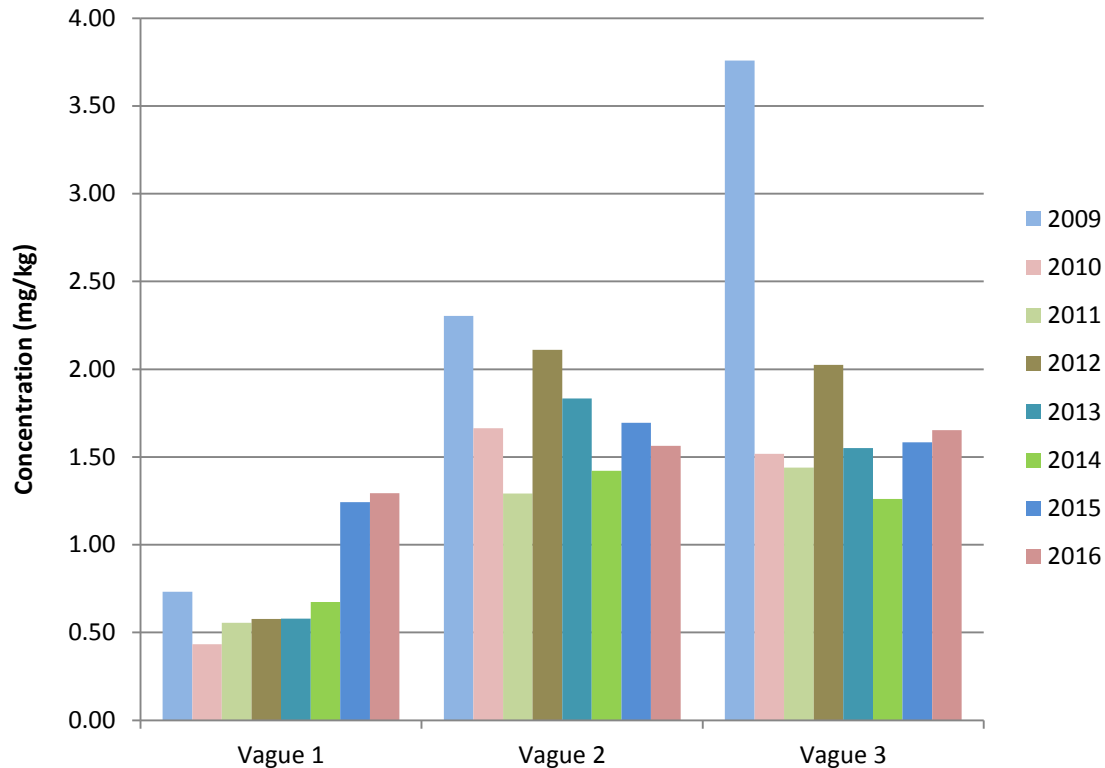
Journée technique nationale **Pomme de terre**  
31 janvier 2018, Paris





# Chlorprophame

## Evolution de la concentration selon la période de prélèvement entre 2009 et 2016



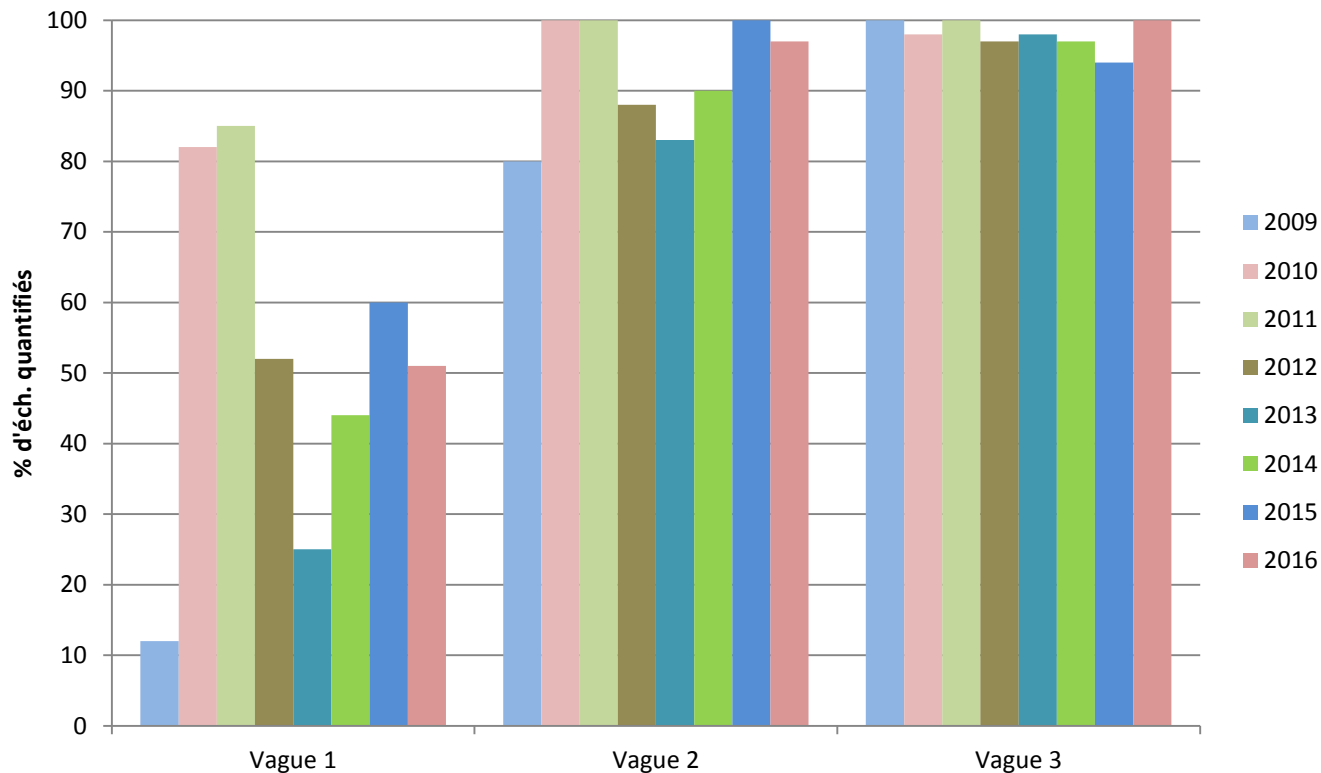
Journée technique nationale **Pomme de terre**  
31 janvier 2018, Paris



**ARVALIS**  
Institut du végétal

# Chlorprophame

Evolution du % d'échantillons quantifiés selon la période de prélèvement entre 2009 et 2016

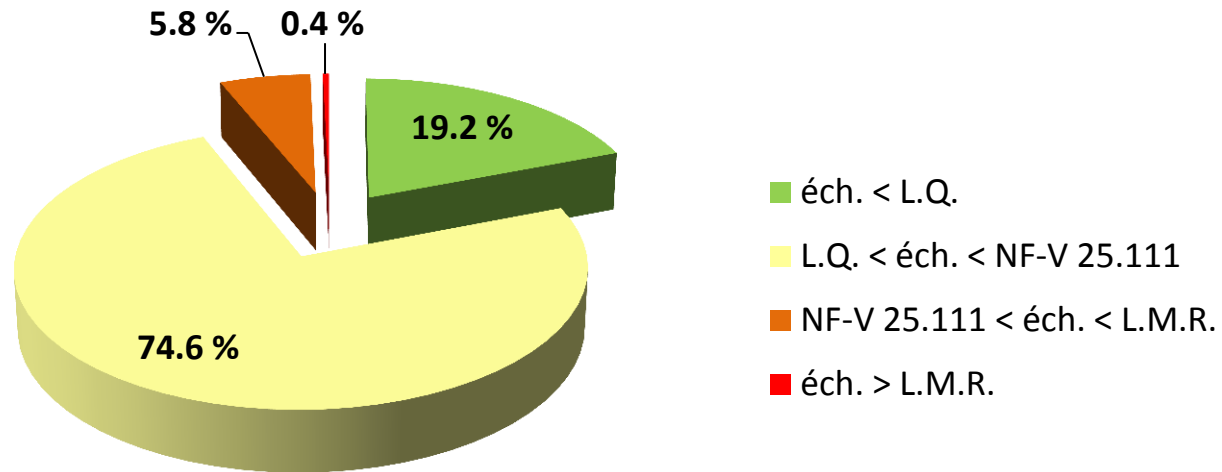


Journée technique nationale **Pomme de terre**  
31 janvier 2018, Paris



# Chlorprophame

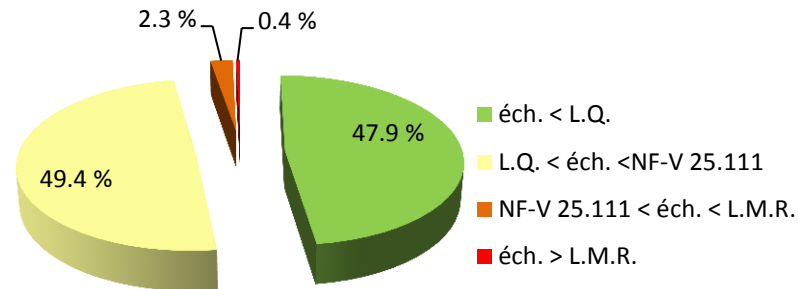
## Répartition des échantillons en fonction de leur teneur en chlorprophame (CIPC) - Moyenne 2009-2016



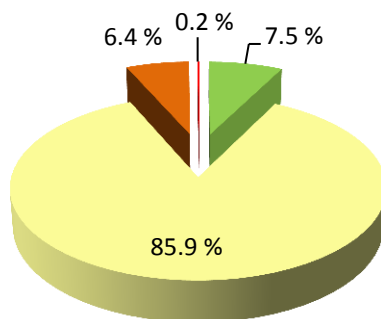
# Chlorprophame

Répartition de la part d'échantillons quantifiés (en %) selon la période de prélèvement (moyenne 2009-2016)

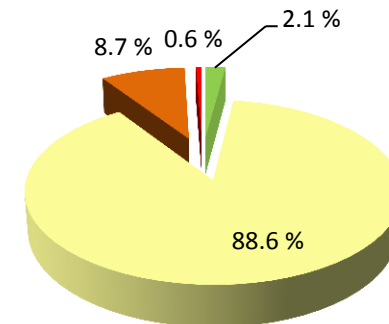
Vague 1



Vague 2



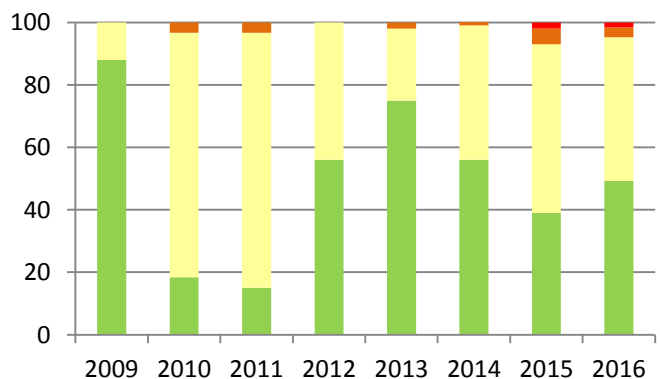
Vague 3



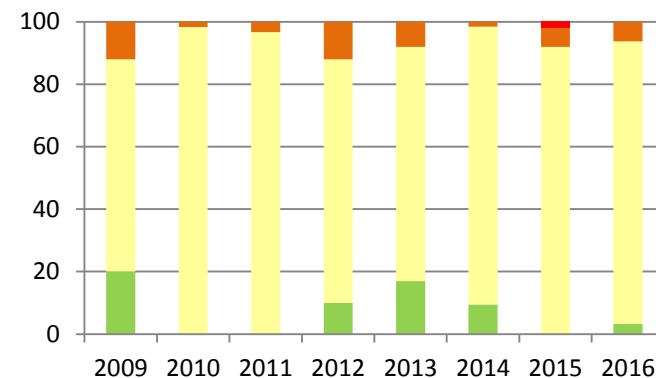
# Chlorprophame

Répartition des échantillons (en %) selon les années et les dates de prélèvements

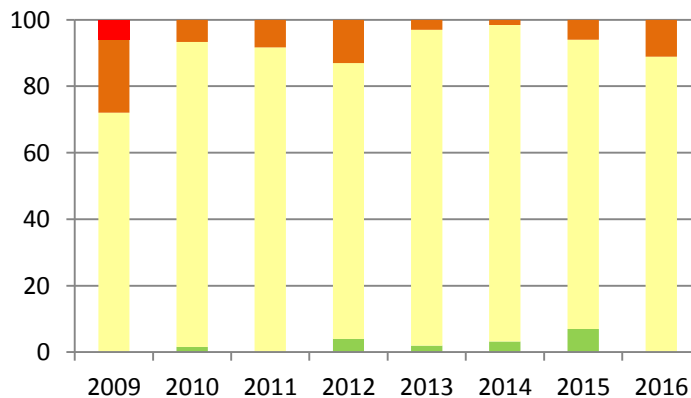
Vague 1



Vague 2



Vague 3



■ éch. < L.Q.                                      ■ L.Q. < éch. < NF-V 25.111  
■ NF-V 25.111 < éch. < L.M.R.            ■ éch. > L.M.R.



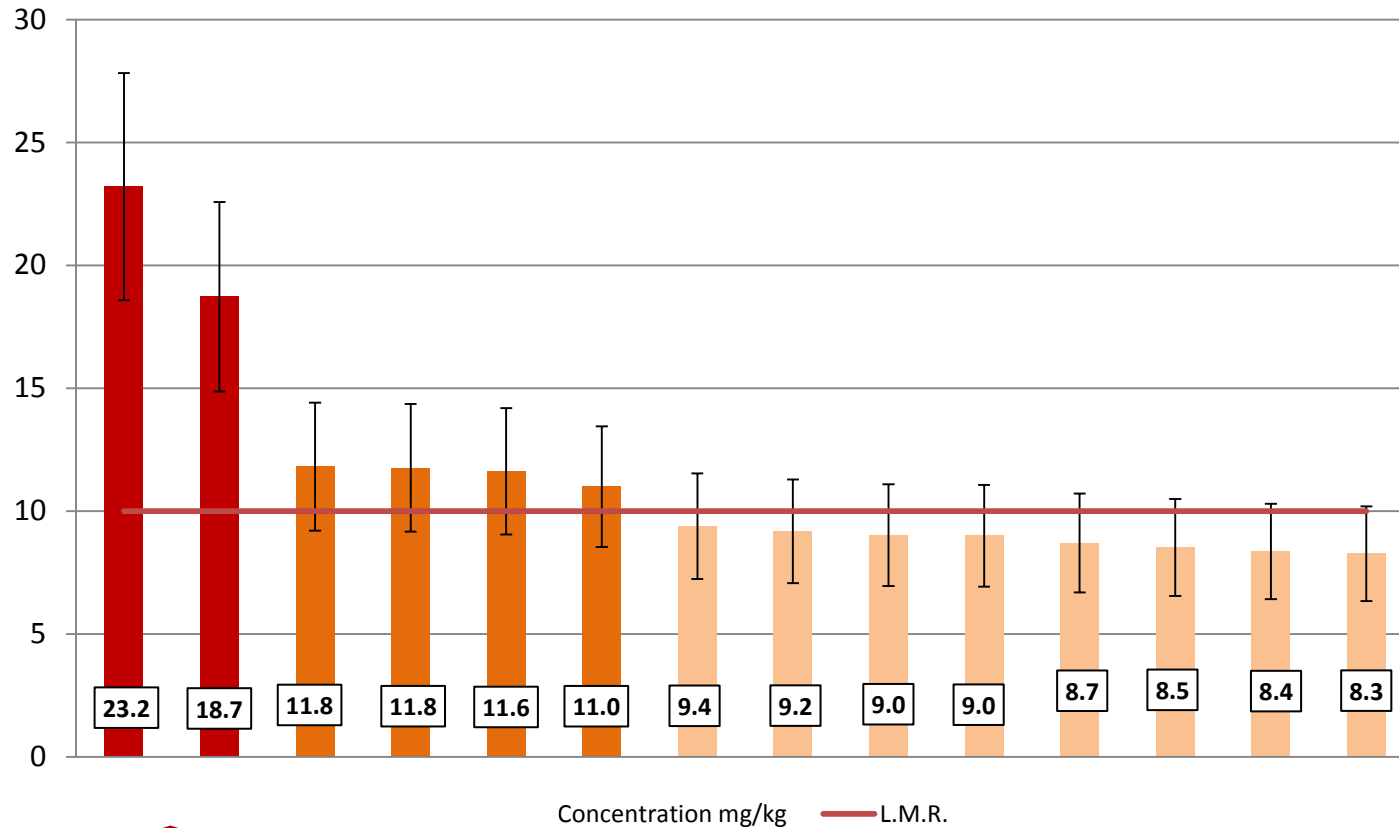
Journée technique nationale **Pomme de terre**  
31 janvier 2018, Paris



# Chlorprophame

## Echantillons « autour » de la L.M.R. et incertitude

mg/kg



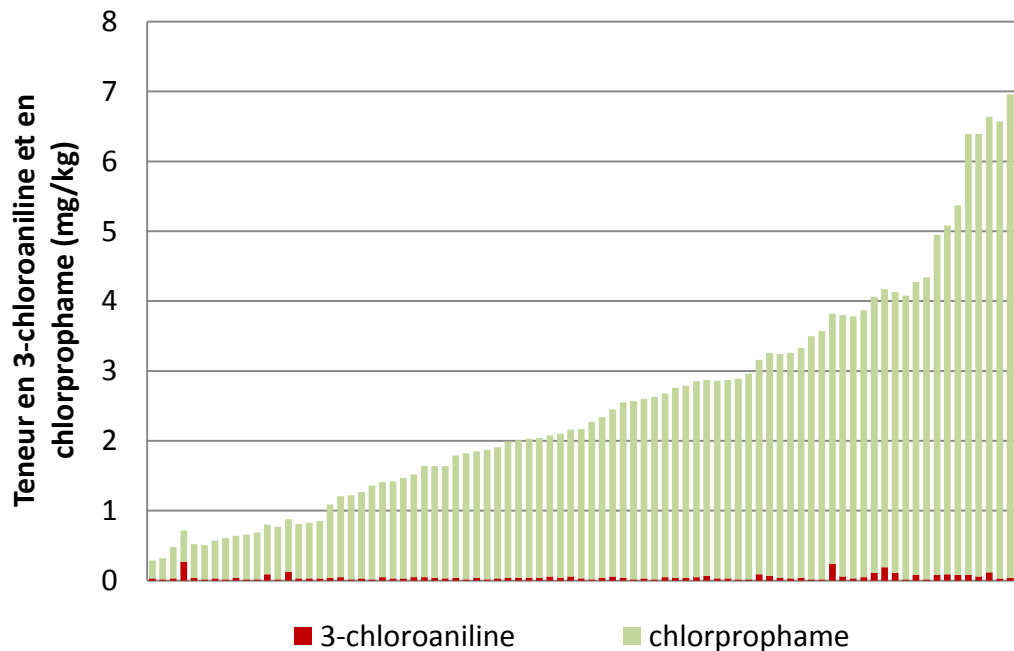
↑  
2009-2010

Journée technique nationale **Pomme de terre**  
31 janvier 2018, Paris



# Chlorprophame / 3-chloroaniline

Teneurs en 3-chloroaniline et en chlorprophame sur 84 échantillons quantifiés  
en 3-chloroaniline (L.Q. = 0,02 mg/kg)



Sur les 432 échantillons concernés (période 2012-2014), 30.6 % des analyses ne révèlent ni chlorprophame ni 3-chloroaniline.

Sur les **300 échantillons quantifiés** [69.4 % ; teneur moyenne en résidus (chlorprophame + 3-chloroaniline) = 1.56 mg/kg], la 3-chloroaniline est quantifiée dans **28 % (84)** des échantillons à une concentration moyenne de **0.051 mg/kg**, soit très largement inférieure à celle du chlorprophame dans ces mêmes échantillons (**1.54 mg/kg**).



Journée technique nationale **Pomme de terre**  
31 janvier 2018, Paris



**ARVALIS**  
Institut du végétal

# Chlorprophame

## Contamination croisée au chlorprophame (CIPC) : une valeur seuil établie

Dans l'objectif de clarifier la position à tenir en cas de détection de CIPC sur des conditionnements portant la mention « Non traité » ou ne portant pas la mention d'un traitement antigerminatif au CIPC, une étude a été menée en 2016 conjointement par ARVALIS et le CNIPT. Son objectif était de déterminer une valeur de résidus de CIPC sur tubercule en dessous de laquelle il était possible de statuer sur une contamination croisée.

Sur la base d'une analyse d'éléments expérimentaux acquis par l'Institut sur de nombreuses années et des résultats des plans de surveillance sur la période 2009-2014, la valeur seuil de 0,5 mg/kg a été proposée aux services officiels. Deux types de conclusions sont à présent retenus lors des contrôles officiels pour le chlorprophame sur des pommes de terre non identifiées comme traitées :

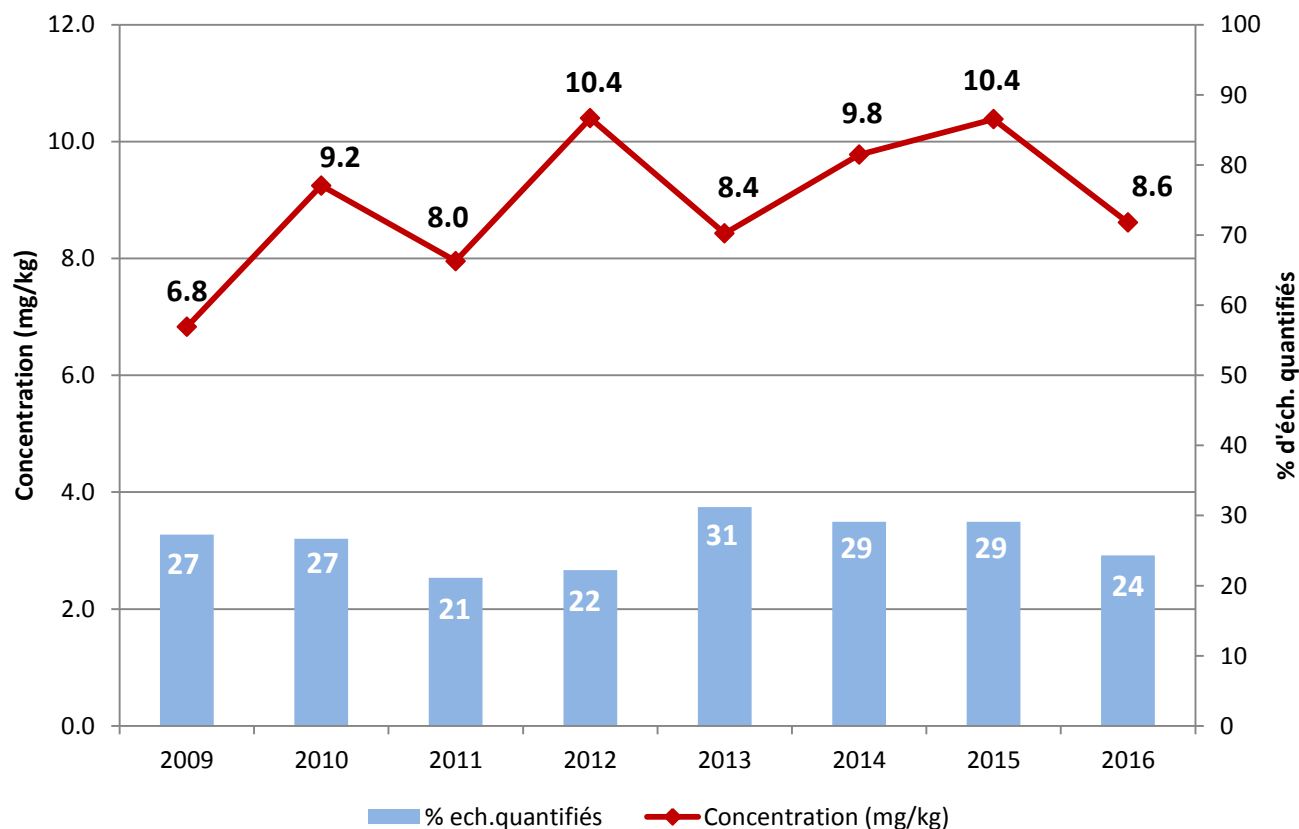
- **en-dessous de 0,4 mg/kg** : « à surveiller » - « Il est probable que cette présence soit due à une contamination et non à l'application après récolte d'un traitement anti-germinatif » ;
- **à partir de 0,4 mg/kg** : « non conforme » - « Il conviendra de rechercher si cette présence est due à un traitement anti-germinatif ou à une contamination croisée avec d'autres aliments traités ».





# Hydrazide maléique

Evolution de la concentration et du % d'échantillons quantifiés entre 2009 et 2016



Aucun dépassement de la L.M.R.

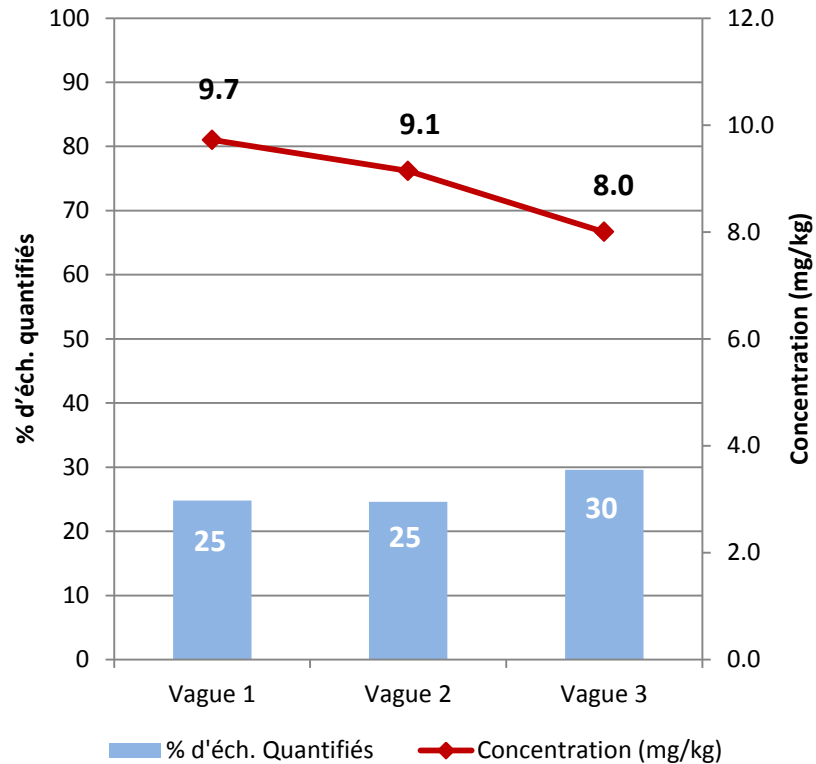


Journée technique nationale **Pomme de terre**  
31 janvier 2018, Paris



# Hydrazide maléique

Concentration et % d'échantillons quantifiés selon la période de prélèvement (moyenne 2009-2016)

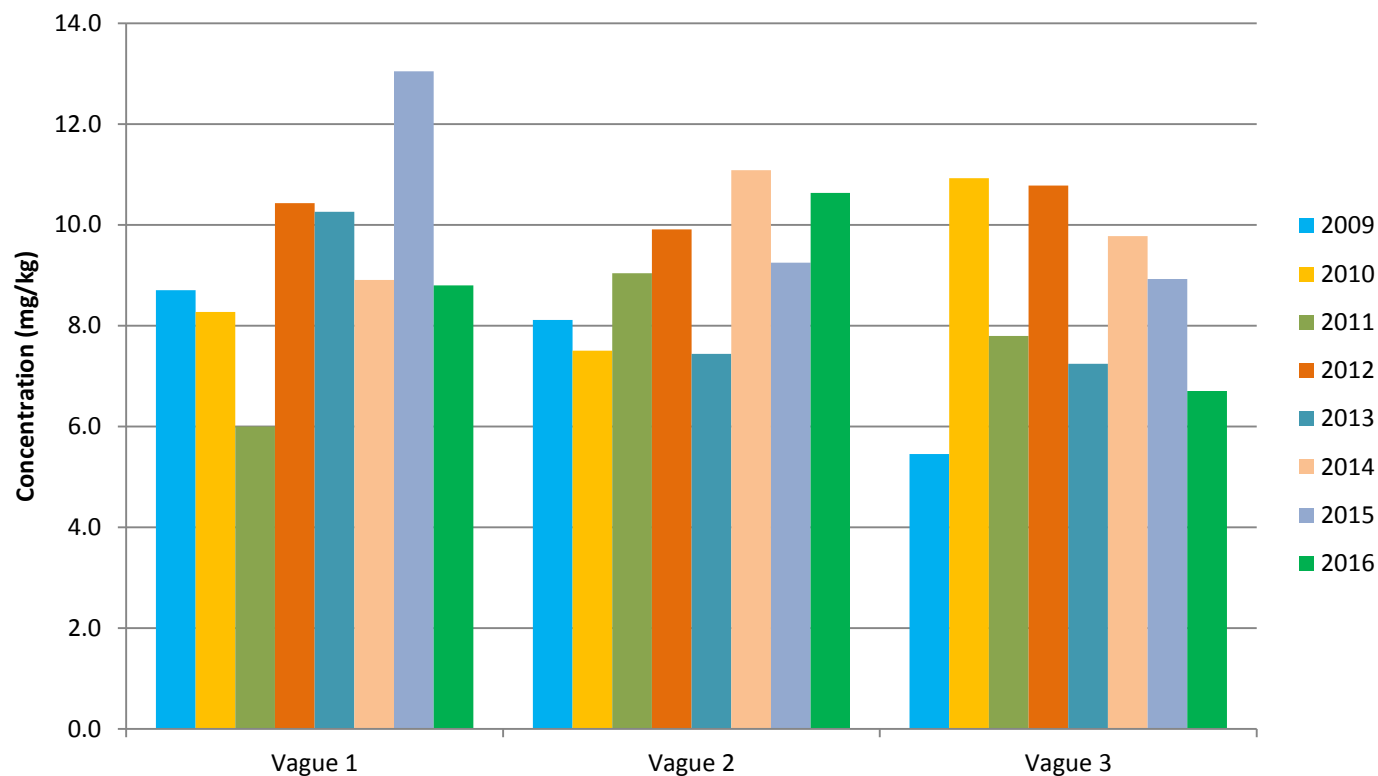


Journée technique nationale **Pomme de terre**  
31 janvier 2018, Paris



# Hydrazide maléique

Evolution de la concentration selon la période de prélèvement entre 2009 et 2016

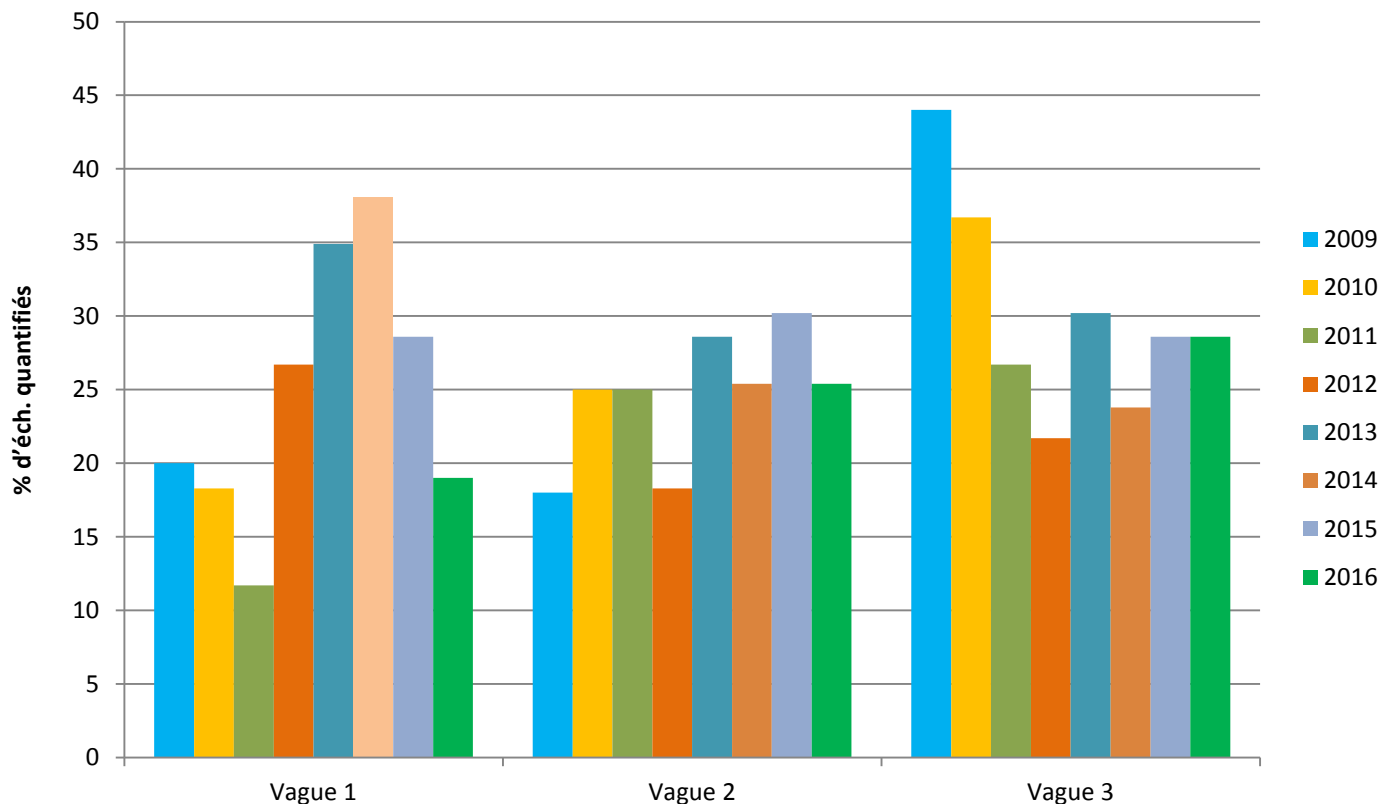


Journée technique nationale **Pomme de terre**  
31 janvier 2018, Paris



# Hydrazide maléique

Evolution du % d'échantillons quantifiés selon la période de prélèvement entre 2009 et 2016



Journée technique nationale **Pomme de terre**  
31 janvier 2018, Paris



# Hydrazide maléique / Chlorprophame

## Détection de l'hydrazide maléique et/ou du chlorprophame sur un même échantillon

Années	n total	Nombre d'échantillons quantifiés pour les 2 S.A.	% des échantillons quantifiés pour les 2 S.A.	Nombre d'échantillons quantifiés pour chlorprophame	Nombre d'échantillons quantifiés pour hydrazide maléique	Nombre d'échantillons quantifiés uniquement pour chlorprophame	Nombre d'échantillons quantifiés uniquement pour hydrazide maléique	% des échantillons quantifiés uniquement pour chlorprophame	% des échantillons quantifiés uniquement pour hydrazide maléique
2009	150	32	20.7	96	41	64	9	42.7	6.0
2010	180	46	25.6	168	48	122	2	67.8	1.1
2011	180	37	20.6	171	38	134	1	74.4	0.6
2012	180	31	17.2	142	40	111	9	61.7	5.0
2013	189	41	21.7	130	59	89	18	47.1	9.5
2014	189	40	21.2	146	55	106	15	56.1	7.9
2015	189	45	23.8	160	55	115	10	60.8	5.3
2016	189	38	20.1	156	46	118	8	62.4	4.2
<b>2009-2016</b>	<b>1446</b>	<b>310</b>	<b>21.2</b>	<b>1169</b>	<b>382</b>	<b>859</b>	<b>72</b>	<b>59.1</b>	<b>5.0</b>

Hydrazide maléique et chlorprophame sont quantifiés simultanément dans 21.2 % des échantillons. Hydrazide maléique et chlorprophame sont quantifiés seuls dans respectivement 5.0 % et 59.1 % des échantillons.

Si on excepte les échantillons chlorprophame < 0.4 mg/kg (« contamination croisée »), le % d'échantillons quantifiés pour les 2 S.A. s'abaisse à 15.5 % (224 échantillons).



# Hydrazide maléique / L-Carvone

## Détection de l'hydrazide maléique et/ou du L-Carvone sur un même échantillon

Années	n total	Nombre d'échantillons quantifiés pour les 2 S.A.	% des d'échantillons quantifiés pour les 2 S.A.	Nombre d'échantillons quantifiés pour hydrazide maléique	Nombre d'échantillons quantifiés pour L-carvone	Nombre d'échantillons quantifiés uniquement pour hydrazide maléique	Nombre d'échantillons quantifiés uniquement pour L-carvone	% des échantillons quantifiés uniquement pour hydrazide maléique	% des échantillons quantifiés uniquement pour L-carvone
2012	180	1	0.6	40	3	39	2	21.7	1.1
2013	189	2	1.1	59	7	57	5	30.2	2.6
2014	189	1	0.5	55	4	54	3	28.6	1.6
2015	189	1	1.1	55	6	54	5	28.6	2.6
2016	189	0	0.0	46	6	46	6	24.3	3.2
<b>2009-2016</b>	<b>936</b>	<b>5</b>	<b>0.7</b>	<b>255</b>	<b>26</b>	<b>250</b>	<b>21</b>	<b>26.7</b>	<b>2.2</b>

L-Carvone est quantifié dans 2.8 % des échantillons.

Hydrazide maléique et L-Carvone sont quantifiés simultanément dans 0.7 % des échantillons. Hydrazide maléique et L-Carvone sont quantifiés seuls dans respectivement 26.7 % et 2.2 % des échantillons.



# Chlorprophame / L-Carvone

## Détection de chlorprophame et/ou du L-Carvone sur un même échantillon

Années	n total	Nombre d'échantillons quantifiés pour les 2 S.A.	% des échantillons quantifiés pour les 2 S.A.	Nombre d'échantillons quantifiés pour chlorprophame	Nombre d'échantillons quantifiés pour L-carvone	Nombre d'échantillons quantifiés uniquement pour chlorprophame	Nombre d'échantillons quantifiés uniquement pour L-carvone	% des échantillons quantifiés uniquement pour chlorprophame	% des échantillons quantifiés uniquement pour L-carvone
2012	180	2	1.1	142	3	140	1	77.8	0.6
2013	189	5	2.6	130	7	125	2	66.1	1.1
2014	189	3	1.6	146	4	143	1	75.7	0.5
2015	189	6	3.2	160	6	154	0	81.5	0
2016	189	6	3.2	156	6	150	0	79.4	0
<b>2009-2016</b>	<b>936</b>	<b>22</b>	<b>2.3</b>	<b>734</b>	<b>26</b>	<b>712</b>	<b>4</b>	<b>76.1</b>	<b>0.4</b>

Chlorprophame et L-Carvone sont quantifiés simultanément dans 2.3 % des échantillons. Chlorprophame et L-Carvone sont quantifiés seuls dans respectivement 76.1 % et 0.4 % des échantillons.

Si on excepte les échantillons chlorprophame < 0.4 mg/kg (« contamination croisée »), le % d'échantillons quantifiés pour les 2 S.A. s'abaisse à 0.7 % (7 échantillons).



# Chlorprophame / Hydrazide maléique / L-carvone

## Détection de chlorprophame et/ou d'hydrazide maléique et/ou L-Carvone sur un même échantillon

Années	n total	Nombre d'échantillons quantifiés pour les 3 S.A.	% des échantillons quantifiés pour les 3 S.A.	Nombre d'échantillons quantifiés pour chlorprophame	Nombre d'échantillons quantifiés pour hydrazide maléique	Nombre d'échantillons quantifiés pour le L-Carvone	Nombre d'échantillons quantifiés uniquement pour chlorprophame	Nombre d'échantillons quantifiés uniquement pour hydrazide maléique	Nombre d'échantillons quantifiés uniquement pour le L-Carvone	% des échantillons quantifiés uniquement pour chlorprophame	% des échantillons quantifiés uniquement pour hydrazide maléique	% des échantillons quantifiés uniquement pour le L-Carvone
2012	180	1	0.5	142	40	3	110	9	1	61.1	5.0	0.6
2013	189	2	1.1	130	59	7	86	18	2	47.1	9.5	1.1
2014	189	1	0.5	146	55	4	104	15	1	55.0	7.9	0.5
2015	189	1	0.5	160	55	6	110	10	0	58.2	5.3	0
2016	189	0	0	156	46	6	112	8	0	59.3	4.2	0
<b>2012-2016</b>	<b>936</b>	<b>5</b>	<b>0.5</b>	<b>734</b>	<b>255</b>	<b>26</b>	<b>522</b>	<b>60</b>	<b>4</b>	<b>56.1</b>	<b>6.4</b>	<b>0.4</b>

Chlorprophame, hydrazide maléique et L-Carvone sont quantifiés simultanément dans 0.5 % des échantillons. Chlorprophame, hydrazide maléique et L-Carvone sont quantifiés seuls dans respectivement 56.1 %, 6.4 % et 0.4 % des échantillons.

Si on excepte les échantillons chlorprophame < 0.4 mg/kg (« contamination croisée »), le % d'échantillons quantifiés pour les 3 S.A. s'abaisse à 0.1 % (1 échantillon).





# Conclusions

- Inhibiteurs de germination : des **teneurs largement maîtrisées**
  - **chlorprophame (CIPC)** : moyenne ~ 1.5 mg/kg pour les échantillons quantifiés sur l'ensemble des 8 campagnes (93.8 % des échantillons < seuil NF V 25-111 de 4 mg/kg) ; 6 (0.4 %) dépassements de la L.M.R. (10 mg/kg)
    - ➔ **Aucun dépassement de la L.M.R. hors incertitude depuis 2010-2011**
      - ~ 1/4 des échantillons (23.9 % ; 346/1446) contiennent du CIPC provenant probablement d'une « contamination croisée » lors des différentes étapes entre la récolte et l'achat par le consommateur (teneur < 0.4 mg/kg)
  - **hydrazide maléique** : moyenne ~ 9.0 mg/kg pour les échantillons quantifiés sur l'ensemble des 8 campagnes (0.1 à 37.1 mg/kg) ; aucun dépassement de la L.M.R. (50 mg/kg)
  - **huile de menthe (L-carvone)** : quantifiée dans 2.8 % des échantillons ; moyenne ~ 0.24 mg/kg (0.01 à 0.59 mg/kg) ; pas de L.M.R.
- **Evolutions 2018/2019**
  - recherche du 1,4 diméthylnaphtalène (1,4 DMN) (DORMIR)

