

**Solutions pour détecter les résidus de pesticides, et divers contaminants (dioxines, PCB, métaux lourds)**

**Risques accrus à surveiller : mycotoxines, alcaloïdes...**



**Agrosphère : Atelier club qualité : risque contaminants bio**

# Qualité des produits BIO : que faut-il contrôler ?

---



- Respect des certaines exigences du Règlement réalisables par analyses
- Nécessité d'une large portée de techniques analytiques au regard du grand nombre de manquements potentiels
- Pour toujours mieux accompagner nos clients BIO, établissement par nos experts d'une grille de lecture = décryptage des manquements du règlement pour chaque filière avec association des analyses possibles.
- Grille de lecture utiles pour établir ensemble des plans de contrôle et d'autocontrôles adaptés à vos produits ou matières premières.

# Qualité des produits BIO : la grille de lecture Eurofins des manquements



Résidus de pesticides

Rayonnements  
ionisants

OGM

Solvants de synthèse

Fertilisation azotée  
des plantes

Médicaments  
vétérinaires

Hormones



## Résidus de pesticides





Interdiction	Produits	La solution Eurofins
Pesticides de synthèse	Fruits & légumes	<b>Screening large</b> : pour détecter et quantifier les pesticides (plusieurs centaines de molécules) + <b>analyses mono-résidus</b> complémentaires pour les molécules pertinentes (éthéphon, chlorméquat...)
	Grandes cultures	
	Vins & spiritueux	
	Plats transformés	
	Alimentation animale	
	Semence	
	Miel	Screening <b>spécifique</b> aux pesticides interdits en apiculture (répulsifs chimiques de synthèse)

Analyses **accréditées** + conseils et alertes personnalisés en cas de non-conformité

# Pesticides : de nombreuses utilisations et sources de contamination



Protection des cultures aux champs en  
agriculture conventionnelle

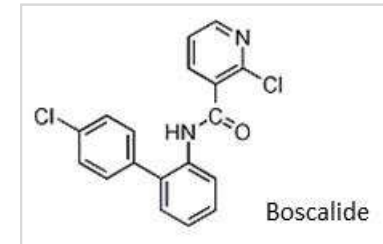
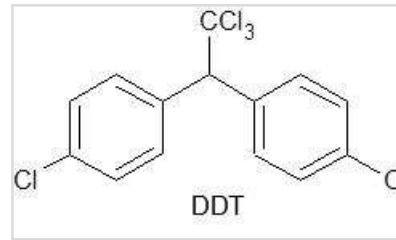
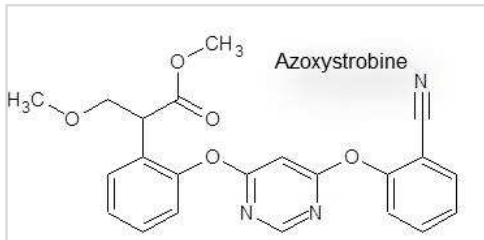


Entretien des routes et voies ferrées



Protection des denrées pendant le transport et le  
stockage en conventionnel

# Pesticides : une multitude de molécules



**Insecticides/acaricides:** organophosphoré, carbamate, pyréthriinoïde, organochloré...

**Fongicides :** cuivre, dithiocarbamate, carboxamide, triazole, strobilurine...

**Herbicides :** triazine, uracile, sulfonilurée, aminophosphinate...

**Divers (nématocide, rodenticide, taupicide, corvicide, molluscicide...)**

**Régulateurs de croissance :** chlorméquat/mépiquat, chlorprophame, éthéphon...

Liste de pesticides à analyser

- Type de matrices
- Niveau de sécurité



Méthode Multirésidus (~ 600 molécules)

Méthodes spécifiques (éthéphon, Glyphosate, Fosethyl AI, Hydrazide maléique...)

# Notion d'échelle



## Champs de blé

masse (fonction de la superficie) : 400 t



## Rouleau de paille

Masse : 400 kg

= concentration de 1000 mg/kg (1000 ppm)



## Hamster

Masse : 400 g

= concentration de 1 mg/kg (1 ppm)



## Aiguille

Masse : 400 mg

= concentration de 1  $\mu$ g/kg (1 ppb)



- 
- Choix de la liste de pesticides à analyser en fonction du type produits et du niveau de sécurité souhaité (fruits et légumes, céréales, thé et infusion, épices ...)
  - **Méthodes multirésidus** avec analyse en GC-MS et/ou en LC-MS/MS (DFG S19 et/ou QuEChERS : Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, Safe approach) : plusieurs centaines de molécules recherchées
  - **Méthode spécifiques** (éthéphon, chlormequat ...)
-

## ① Réception / codage des échantillons

- vérification des critères d'acceptabilité
- 1 numéro unique par échantillon



## ② Broyage et homogénéisation de l'échantillon

- Broyage de la totalité ou d'un échantillonnage représentatif

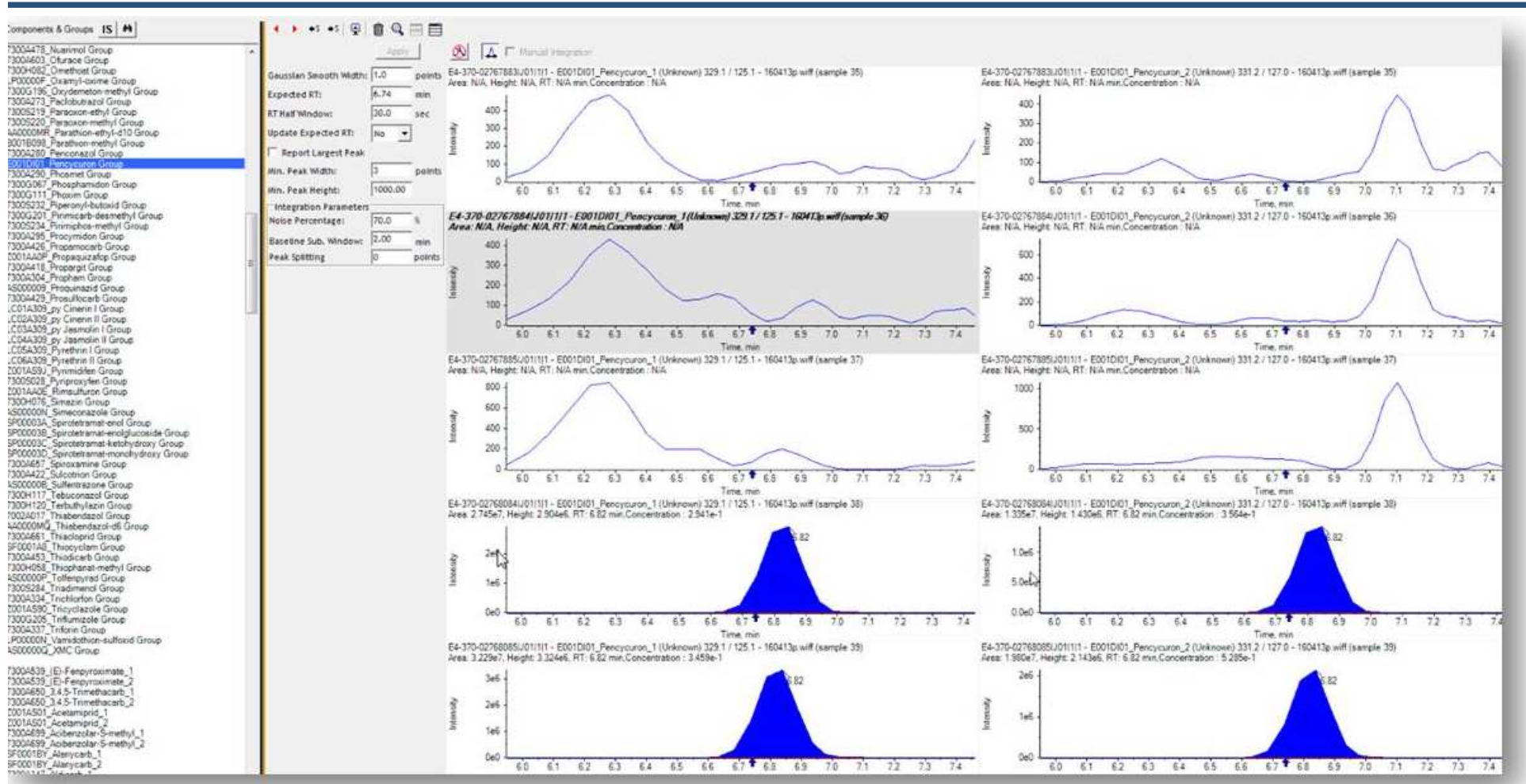


## ③ Extraction et purification

- Méthode QuEChERS : Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, Safe
- Norme NF EN 15662

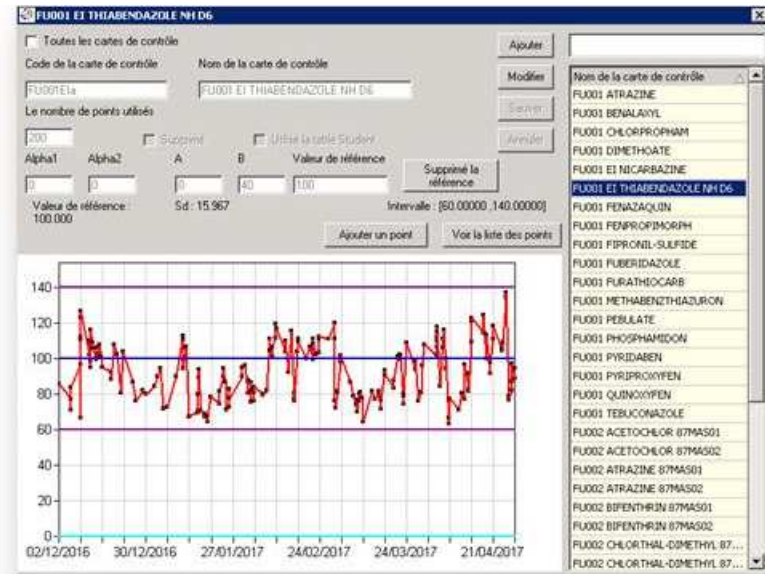


# Interprétation des chromatogrammes (LC-MS/MS) eurofins




Pencycuron dans la roquette (1 transition de quantification et 1 transition de qualification)

- Suivi périodique des taux de récupération pour chaque molécule sur chaque matrice
- Contrôle de routine :
  - étalons internes, blancs échantillon, matériaux de références
  - Suivi des points à la LQ (toutes les molécules sont injectées chaque jour) et du signal sur bruit
- Tests interlaboratoires



## Fertilisation azotée des plantes



Détails	Produits	La solution Eurofins 
<b>Fertilisation azotée des plantes =&gt; préservation de la fertilisation des sols : utilisation d'engrais minéraux azotés est interdite</b>	Fruits & légumes	Analyse isotopique de l'azote sur le produit, couplée à son dosage, permet de déterminer la nature de la fertilisation azotée utilisée (azote minérale ou organique)
	Fruits & légumes transformés	

Différenciation isotopique des engrais chimiques et organiques, partiellement visible sur les plantes, et qui participe des critères de l'Agriculture Biologique

Offre adaptée à la caractérisation du mode de fertilisation, **sous forme d'études à façon.**

## Rayonnements ionisants





Interdiction	Produits	La solution Eurofins
<b>Ionisation</b> : procédé utilisé pour décontaminer les denrées, prévenir de la germination ou ralentir le mûrissement par exposition des aliments à des rayonnements gamma	Herbes aromatiques séchées	Détection d'une potentielle irradiation par <b>Luminescence photostimulée</b> produits séchés (herbes, épices, plantes séchées, ou encore les céréales)
	épices	
	oignons	
	ail	
	échalotes	
	Fruits & légumes secs	
	Condiments végétaux	



- Présence de **débris minéraux** dans presque tous les aliments (silicates, matériaux bio-inorganiques tels que la calcite qui provient des coquilles ou des carapaces, ou l'hydroxyapatite des os ou des dents)
- Lors d'une exposition à un rayonnement ionisant : **stockage d'énergie** dans ces minéraux (piégeages de porteurs de charges des sites structuraux, interstitiels ou d'impureté)
- **Principe de l'analyse** : stimulation optique de ces minéraux libère l'énergie des porteurs de charge => **obtention de spectres** (signal fort au-dessus du niveau du seuil supérieur = ionisation potentielle à confirmer . signaux au-dessous du seuil inférieur = non ionisation)


## Médicaments vétérinaires et hormones



---

## De nombreuses familles de médicaments vétérinaires,

- Vaccins
  - Anti-infectieux (antibiotiques)
  - Anti-parasitaires internes (benzimidazoles, ivermectines)
  - Anti-parasitaires externes (insecticides)
  - Anti-inflammatoires : corticoïdes (stéroïdes), AINS
  - Régulateurs des métabolismes (général, respiratoire, cardiaque, digestif) : béta-bloquants, anabolisants, anti-H2, spasmolytique....
-


Interdiction	Produits	La solution Eurofins 
<p><b>Interdiction de l'utilisation de calmants allopathiques avant et durant le transport + médicaments allopathiques chimiques de synthèse + antibiotiques à des fins de traitement préventif ou encore substance pour stimuler la croissance ou la production</b></p>	<p>Produits d'origine animale (œuf, lait, produits laitiers, viandes, poissons et produits de la mer)</p>	<p>Un screening des résidus médicaments vétérinaires (LC MS Haute Résolution) : détection rapide et simultanée de toutes les substances utilisées en conventionnel (plus de 80 molécules)</p>



Interdiction	Produits	La solution Eurofins
<b>Interdits en vue de maîtriser la reproduction ou à d'autres fins (induction ou synchronisation des chaleurs...) molécules qui ne doivent pas être retrouvées dans les produits d'origine animale.</b>	Produits d'origine animale (viandes, poissons)	Détections d'hormones, stéroïdes anabolisants dans les viandes, poissons et produits laitiers
	produits transformés	

## Solvants de synthèse, additifs





Interdiction	Produits	La solution Eurofins
<b>Utilisés au cours du processus d'extraction et peuvent se retrouver à l'état de trace dans les aliments ou additifs alimentaires : interdite pour la fabrication pour animaux bio + restreint dans l'alimentation humaine</b>	Aliment pour animaux	Détection des solvants halogénés, aromatiques ou d'extraction
	Alimentation humaine	

Détection par GC/MS

Interdiction	Produits	La solution Eurofins 
<b>300 additifs sont autorisés dans le conventionnel, seulement 50 dans les produits bio.</b>	Tous produits	Détection par HPLC des colorants artificiels



## Risques accrus





Outre le règlement BIO :

- Nécessité de respecter aussi le règlement général (microbiologie, étiquetage, etc.)
- +  
• Surveillance particulière au regard de **risques accrus** au mode de production Bio/nature des produits

	<b>Substances indésirables</b>
<b>Céréales</b>	<b>Mycotoxines</b> Cause : pas d'utilisation de fongicides de synthèse



---

**Origine :** du Grec Mycos (champignon) et du latin Toxinum (poison)

**Molécules :** Aflatoxines B1, B2, G1 et G2 et M1  
Ochratoxine A  
Fumonisines B1 et B2  
Zéaralénone  
Patuline  
Déoxynivalénol (DON)  
Trichotécènes A et B (dont toxines T-2 et HT-2)

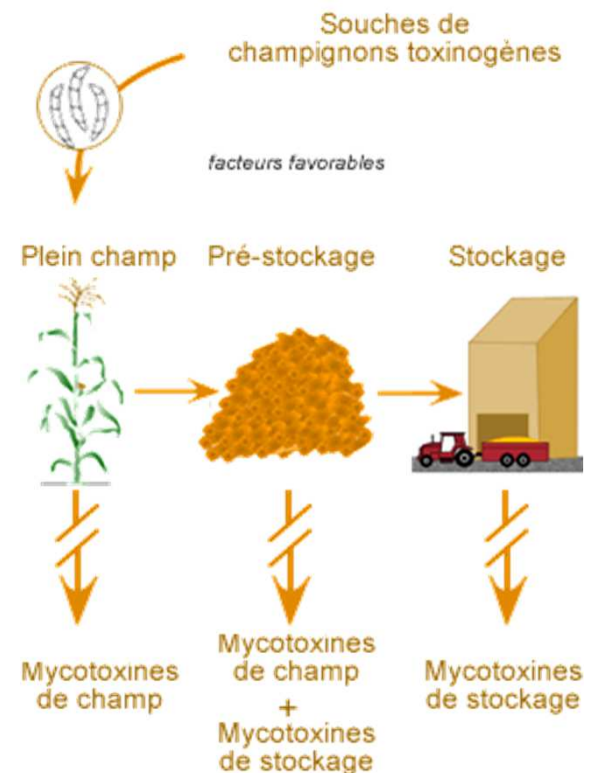
Règlement 1881/2002 et ses nombreuses modifications

---

## Facteurs influençant leur formation :

- Conditions météorologiques pendant la culture : humidité (AW) et température
- Intégrité des récoltes
- Conditions de stockage

Molécules thermostables, pas (ou peu) détruites par les process alimentaires



# Mycotoxines : méthode d'analyse

- Extraction avec un solvant organique
- Purification ou pas
- Analyse en HPLC ou LC-MS/MS



	<b>Substances indésirables</b>
	Alcaloïdes (tropaniques, opioïdes, pyrrolizidiniques, de l'ergot) Cause : pas d'utilisation de fongicides de synthèse et pas d'utilisation d'herbicides



---

4 nouvelles réglementations en vigueur dès le 1<sup>er</sup> janvier 2022 ou à partir de juillet 2022 :

- 2021-1408 alcaloïdes tropaniques (millet, sorgho, maïs, sarrasin, infusion et baby-food)
- 2021-2042 alcaloïdes opioïdes (graines de pavot et produit de la boulangerie contenant des graines de pavot)
- 2021-1399 alcaloïdes de l'ergot (blé, seigle et baby-food)
- 2020-2040 alcaloïdes pyrrolizidiniques (infusions, thé, herbes séchés, graines de cumin)

Analyse en LC-MS/MS

---



	<b>Substances indésirables</b>
<b>Œufs et Lait/Prod. Laitiers</b>	<b>Dioxines, PCB</b> Cause : pollution environnementale des animaux qui sont dehors et exposés aux toxines
<b>Poisson</b>	<b>Dioxines PCB + arsenic</b> Cause : la nourriture à base de poisson est chargée en toxines + contamination environnementale



# Dioxines : principales sources d'émission

- Incinération d'ordures
- Métallurgie, sidérurgie, cimenterie
- Industrie chimique (précurseurs)
- Combustion de bois (chauffage et incendie)
- Activité volcanique



# PCB : origines

- 1,5 millions de tonnes produites entre 1929 et 1989 (commercialisés sous le nom d'Aroclor, de Pyralène, de Clophen)
- Utilisations variées :
  - ✓ liquide réfrigérant (transformateurs et appareils hydrauliques industriels)
  - ✓ lubrifiant (plastiques, peintures, encres, papiers)
  - ✓ utilisés pour le marquage des autoroutes, les papiers autocopiants sans carbone
- Interdit à la vente en France depuis 1987



The poster features a silhouette of a fisherman against a sunset background. Logos for AFSSA (Agence Française de Sécurité Sanitaire des Aliments) and InVS (Institut de Veille Sanitaire) are at the top. The main title is 'CONSOMMATION DE POISSONS D'EAU DOUCE ET IMPRÉGNATION AUX PCB'. Below it, it says 'LANCLEMENT D'UNE ÉTUDE NATIONALE'. The text explains that PCBs are potentially dangerous and have been banned since 1987. The study aims to define consumption frequencies and PCB exposure levels in 900 amateur fishermen across 6 fishing zones. It starts in March 2009 and will provide recommendations by February 2011. Logos for the Ministry of Health, the Ministry of Agriculture, and ONEMA are at the bottom.

afssa  
AGENCE FRANÇAISE  
DE SÉCURITÉ SANITAIRE  
DES ALIMENTS

InVS  
INSTITUT  
DE VEILLE SANITAIRE

CONSOMMATION DE POISSONS  
D'EAU DOUCE ET IMPRÉGNATION  
AUX PCB

LANCLEMENT D'UNE ÉTUDE NATIONALE

Les polychlorobiphényles ou PCB sont des composés chimiques potentiellement dangereux pour l'Homme sur le long terme. Ils sont interdits en France depuis 1987.

Cette étude permettra de définir, selon les espèces de poisson et par population cible, des fréquences de consommation sans danger pour l'Homme.

Ces dérivés chlorés sont persistants dans l'environnement et peuvent s'accumuler dans la chaîne alimentaire en particulier dans certains poissons de plusieurs cours d'eau français.

Les consommateurs de poissons de rivière ont-ils été plus exposés aux PCB que la population générale?

L'étude débute en mars 2009 et concerne 900 foyers de pêcheurs amateurs sur 6 zones de pêche. Plusieurs mois de collecte et d'analyse des données sont nécessaires. Les recommandations détaillées seront disponibles en février 2011.

Pour répondre à cette question, le ministère chargé de la Santé finance une étude nationale dite « d'imprégnation » coordonnée par l'Agence française de sécurité sanitaire des aliments, en collaboration avec l'Institut de veille sanitaire.

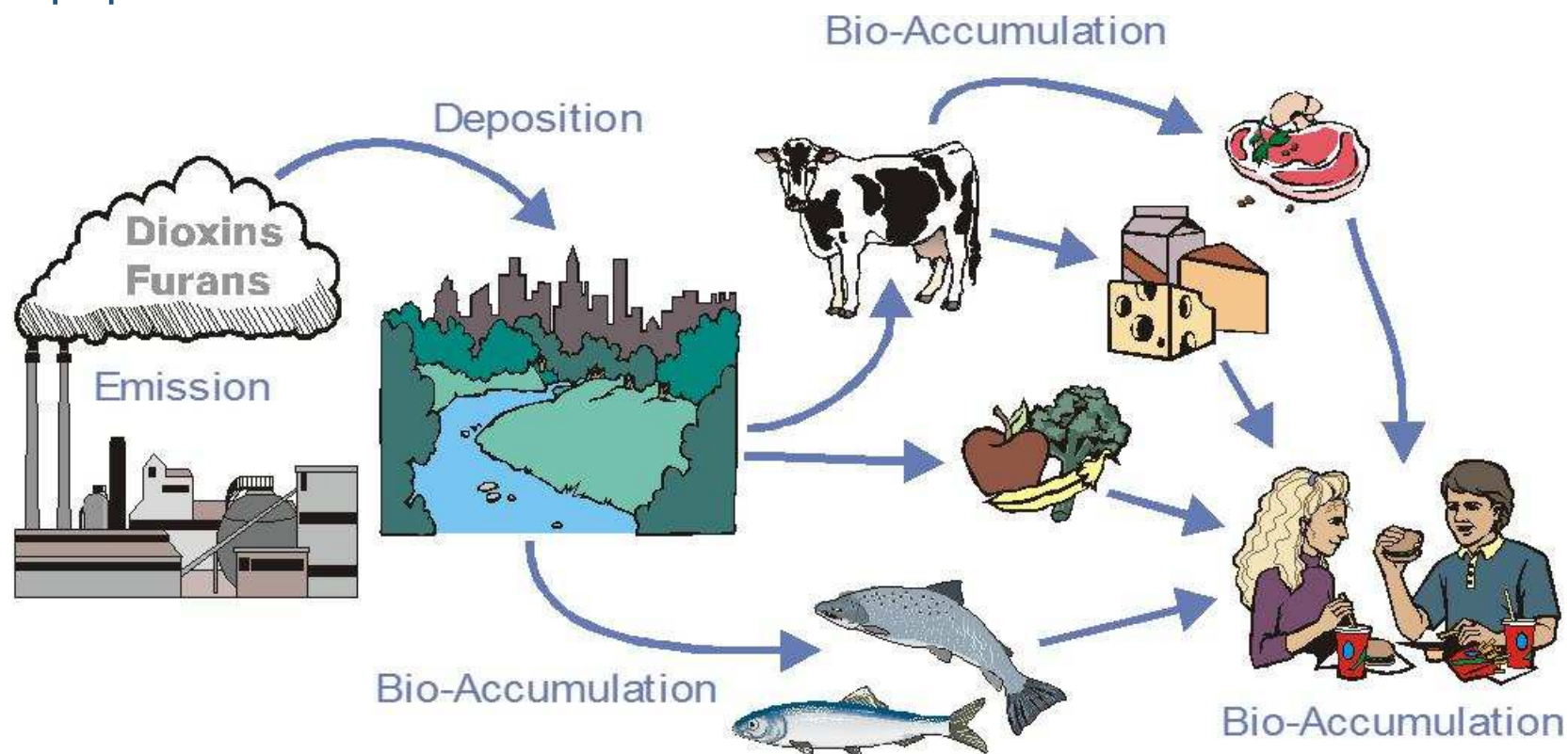
Cette étude s'intègre plus largement dans le plan national d'actions sur les PCB lancé en février 2008 par les ministères chargés de l'Écologie, de l'Agriculture et de la Santé pour une meilleure gestion des risques liés aux PCB.

MINISTÈRE DE LA SANTÉ  
ET DES SOLIDARITÉS

MINISTÈRE DE L'AGRICULTURE  
ET DE LA PÊCHE

ONEMA  
OFFICE NATIONAL D'ÉVALUATION  
DES RISQUES EN MER

- Grande stabilité thermique jusqu'à 800°C
- Très stable chimiquement, peu biodégradable
- Lipophile



- 
- Plomb (Pb)
  - Cadmium (Cd)
  - Mercure (Hg)
  - Arsenic (As), nouvellement réglementé en Food sur le riz et produits à base de riz
  - Contamination environnementale : air, eau (pluies), sol, engrais
  - Réglementation 1881/2006 (plusieurs modification dont les 2 dernières 2021/1317 et 2021/1323)
-

# Métaux lourds : méthode d'analyse

- Minéralisation acide de l'échantillon aux micro-ondes
- Mesure des différents éléments en ICP-MS



	<b>Substances indésirables</b>
Huiles végétales	Hydrocarbures Aromatiques Polycyclique Cause : importation de certaines huiles
Plantes comme la bourrache (miel, thé, infusions, compléments )	Alcaloïdes pyrroliziniques Cause : présence naturelle
Pomme	Patuline Cause : moisissure du fruit (moins de traitement)
Pomme de terre	Contamination croisée : chlorpropham et hydrazide
Fruits, Légumes, viandes	Métaux lourds Cause : exposition plus longue avec terre/sol

# Merci pour votre attention



Pour toutes questions,  
contactez votre interlocuteur Eurofins habituel ou :

[jeromeginet@eurofins.com](mailto:jeromeginet@eurofins.com)