

---

# ÉTUDE SUR LE TRANSFERT DES RÉSIDUS PHYTOSANITAIRES DE LA PLANTE SÈCHE AUX HUILES ESSENTIELLES SUR DES CULTURES DE PLANTES AROMATIQUES

Réduction des intrants 2017  
CRIEPPAM

## RÉSUMÉ

---

Malgré le fait que le transfert des matières actives de la plante entière vers l'huile essentielle est inévitable, le respect des méthodes de pulvérisation ainsi que des Délais Avant Récolte (DAR) doit impérativement être réalisé et permet de limiter les cas de contamination.

Afin d'apporter une solution en terme de commercialisation de lots présentant des Limites Maximales de Résidus (LMR) supérieures aux normes, la rectification d'une huile essentielle provenant d'un végétal contaminé apporte de bons résultats et pourra à terme représenter une solution pour valoriser un produit destiné jusqu'à présent à la destruction.

## OBJECTIFS GÉNÉRAUX

---

Dans la filière PPAM, certains lots contaminés par des produits phytosanitaires ne sont plus commercialisables en l'état en raison d'un taux de résidus en matières actives trop élevé par rapport aux normes en vigueur.

Une des solutions envisageables par les producteurs de la filière serait de distiller ces produits impropres à la consommation afin d'envisager une commercialisation sous forme d'huile essentielle ayant ou non subi un processus de rectification réalisée dans le but d'éliminer les résidus de phytosanitaires.

## OBJECTIFS DES ESSAIS 2017

---

Les objectifs pour cette 1<sup>ère</sup> année d'étude seront de déterminer s'il existe un transfert des résidus phytosanitaires des feuilles mondées vers les huiles essentielles et d'expertiser les méthodes de rectification.

Les essais seront conduits sur 2 plantes aromatiques sous forme séchée : la sarriette (*Saturea montana*) et le thym (*Thymus vulgaris*).

Trois matières actives seront ciblées :

- Oxadiazon
- Napropamide
- Propyzamide.

La comparaison des résultats obtenus sera réalisée suite à des analyses conduites par 3 laboratoires distincts.

## MATÉRIEL ET MÉTHODES

---

### Analyses réalisées sur *Saturea montana*

Un lot de plantes séchées de sarriette vivace provenant d'un producteur et destiné à être commercialisé a du être retiré du marché en raison de présence de résidus d'oxadiazon supérieurs à la norme requise.

Un échantillonnage a été réalisé pour permettre des analyses de résidus sur les feuilles et le reste du lot d'un poids de 1700 kg a été distillé en alambic vapeur permettant l'obtention de 23 kg d'huile essentielle.

L'huile essentielle obtenue a subi un processus de rectification en alambic pilote qui reproduit au mieux les conditions industrielles : cette étape a été confiée au laboratoire Beauvilliers Flavors SAS – 13590 MEYREUIL.

Des échantillons réalisés avant chaque étape permettront d'apprécier l'efficacité du procédé sur la molécule oxadiazon ainsi que sur d'autres matières actives.

### **Analyses réalisées sur *Thymus vulgaris***

Sur une parcelle de thym hybride de clone Carvalia implantée au printemps 2015, des applications ont été réalisées au pulvérisateur électrique expérimental sur la base de 325 l de bouillie par hectare pour 2 modalités :

- Napropamide (Colzamid) à 2.5 l/ha de spécialité commerciale.
- Propyzamide (Kerb Flo) à 1.875 l/ha de spécialité commerciale.

La mise en place a été effectuée le 4 Octobre 2017, 450 m<sup>2</sup> environ ont été traités afin d'obtenir un volume de plante entière récolté suffisant.

Récolte manuelle, échantillonnages en vue des analyses de feuilles et mise au séchage en claies de plantes entières réalisés le 18 Octobre ; mondages manuels réalisés les 15 et 16 Novembre.

Distillations pour extraction de l'huile essentielle de chaque modalité en alambic vapeur le 23 Octobre.

Expédition des huiles essentielles obtenues pour rectification en alambic de laboratoire par les Ets Beauvilliers Flavors SAS – 13590 MEYREUIL.

## **RESULTATS ET DISCUSSION**

---

Afin d'assurer une comparaison des résultats obtenus, 3 laboratoires indépendants ont été choisis.

Il s'agit de :

- CAPINOV – 29206 LANDERNEAU
- GIRPA – 49071 BEAUCOUZE
- PHYTOCONTROL – 13400 AUBAGNE

### **Analyses réalisées sur *Saturea montana***

Le tableau 1 reprend en détail les analyses réalisées à la fois sur les feuilles et les huiles essentielles.

La 1<sup>ère</sup> constatation est l'existence de gros écarts en termes de résultats en fonction des laboratoires et la méthode d'analyse utilisée, résultats qui peuvent fluctuer du simple au double notamment sur les analyses des feuilles sèches : dans tous les cas les résultats obtenus sont largement au-dessus de la LMR.

Au niveau des huiles essentielles la concentration observée avant rectification est quasi systématiquement supérieure à celle observée sur les feuilles sèches et, dans tous les cas, supérieure à la LMR sauf pour les analyses réalisées par le laboratoire PHYTOCONTROL.

Après rectification, les résultats obtenus sont tous inférieurs à la limite de quantification.

Le tableau 2 synthétise les résultats d'une analyse multi résidus basée sur un criblage de 25 matières actives réalisée sur ce même lot de sarriette. Les analyses ont été réalisées sur les feuilles sèches ainsi que sur l'huile essentielle avant rectification.

Au niveau des analyses des feuilles sèches, on peut noter la mise en évidence de 3 matières actives utilisées sur cette culture en désherbage de position (lénacile, linuron et napropamide) et celles-ci présentent des teneurs en résidus inférieures à la norme requise.

Par contre, 2 autres molécules utilisées en désherbage de rattrapage sont aussi présentes (fluazifop et oxadiazon) et sont supérieures à la LMR en vigueur : leur utilisation en végétation pose la question du respect du Délai Avant Récolte.

En ce qui concerne les analyses réalisées sur l'huile essentielle avant rectification, on retrouve les molécules citées auparavant sauf le lénacile et le fluazifop qui ne sont plus décelables ; la propyzamide est détectée à faible dose.

Si l'on compare l'évolution des teneurs en résidus entre les feuilles sèches et l'huile essentielle, on note une diminution voire une disparition des taux relevés sur la moitié des molécules retrouvées (fluazifop, lénacile et napropamide) un équilibre entre les concentrations pour le linuron et une très forte augmentation pour l'oxadiazon.

### **Analyses réalisées sur *Thymus vulgaris***

- Les analyses sur napropamide (Colzamid)

Le tableau 3 fait apparaître les évolutions des LMR entre les différents échantillons et selon les 3 laboratoires cités précédemment.

Les chiffres observés sont très élevés ce qui est tout à fait normal car les prélèvements ont volontairement été effectués 15 jours après les applications sans tenir compte du Délai Avant Récolte qui est de 45 jours.

On note comme pour le lot de sarriette de gros écarts entre les valeurs relevées pour chaque laboratoire, une diminution de la concentration logique de la concentration entre celle observée sur les feuilles sèches et l'huile essentielle non rectifiée.

Il est important de noter que l'huile essentielle rectifiée présente des taux de résidus supérieurs à la norme requise ce qui s'explique par l'utilisation pour le process de rectification d'un alambic de laboratoire dont les performances sont légèrement moindres par rapport à un alambic pilote.

- Les analyses sur propyzamide (Kerb Flo)

Le tableau 4 synthétise les résultats obtenus avec cette matière active, les taux de résidus sont aussi comme précédemment très élevés à la fois dans les feuilles et dans l'huile essentielle non rectifiée. On observe une diminution des valeurs entre ces 2 analyses sauf pour le laboratoire PHYTOCONTROL où on note une forte augmentation des résidus dans l'huile essentielle sans qu'il soit possible de donner une explication rationnelle.

Il est important de mentionner que la rectification de l'huile essentielle apporte de très bons résultats et les valeurs obtenues après analyse sont toutes inférieures à la limite de quantification.

## CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

---

Cette première série d'essais met en évidence la très forte variabilité des taux de résidus observés en fonction des laboratoires ce qui pose la question du choix des valeurs retenues et surtout de la communication qui doit être faite autour de ce sujet.

Les taux observés dans les essais réalisés en 2017 sont tous au dessus des normes requises mais ils doivent être remis, surtout ceux réalisés sur le thym, dans un contexte d'expérimentation et de transfert des matières de la plante séchée vers l'huile essentielle. Il est tout à fait légitime de retrouver des résidus dans les échantillons et le point positif est que majoritairement le procédé de rectification permet d'atteindre des niveaux de concentration inférieurs aux Limites Maximales de Résidus autorisés.

Nous n'avons pas pu réaliser cette année la comparaison des méthodes de rectification des huiles essentielles car la grosseur des lots récoltés était trop faible sur le thym pour l'utilisation de l'alambic pilote et pour la sarriette l'ensemble du lot a été traité sur le même type d'alambic.

	Feuilles sèches (en mg/kg)	Huile essentielle avant rectification (en mg/l)	Huile essentielle après rectification (en mg/l)
<b>LMR : 0,05 mg/kg</b>			
GIRPA	0,79	1,2	<LQ
PHYTOCONTROL	1,2	0,05	<LQ
CAPINOV	0,26 (+/- 0,10)	0,91 (+/- 0,29)	<LQ

**Tableau 1**  
Evaluations quantitatives des teneurs en résidus d'oxadiazon  
Lot de *Saturea montana* – Origine Les Aromates de Provence  
Analyses 11-2017

	LMR (en mg/kg)	Feuilles sèches (en mg/kg)	Huile essentielle avant rectification (en mg/l)
Fluazifop	0,02	0,079	/
Lénacile	0,10	0,025	/
Linuron	1,0	0,13	0,091
Napropamide	0,05	0,049	0,017
Oxadiazon	0,05	0,60	1,4
Propyzamide	0,2	/	0,02

**Tableau 2**  
Evaluations quantitatives des teneurs en résidus  
Analyse multirésidus  
Lot de *Saturea montana* – Origine Les Aromates de Provence  
Analyses laboratoire GIRPA 04-2018

	Feuilles sèches (en mg/kg)	Huile essentielle avant rectification (en mg/l)	Huile essentielle après rectification (mg/l)
<b>LMR : 0,05 mg/kg</b>			
GIRPA	32	17	0,13
PHYTOCONTROL	25	14	0,1
CAPINOV	11,9 (+/- 2,6)	1,0 (+/- 0,40)	0,1 (+/- 0,04)

**Tableau 3**  
Evaluations quantitatives des teneurs en résidus de napropamide  
Lot de *Thymus vulgaris* – Parcelle de Mane (04300)  
Analyses 11-2017

	Feuilles sèches (en mg/kg)	Huile essentielle avant rectification (mg/l)	Huile essentielle après rectification (mg/l)
	<b>LMR : 0,20 mg/kg</b>		
GIRPA	65	23	<LQ
PHYTOCONTROL	72	179	<LQ
CAPINOV	44,9 (+/- 8,1)	1,1 (+/- 0,4)	<LQ

**Tableau 4**  
Evaluations quantitatives des teneurs en résidus de propyzamide  
Lot de *Thymus vulgaris* – Parcelle de Mane (04300)  
Analyses 11-2017