



Recommandations pour la gestion des risques phtalates dans les caves

M.Grinbaum : IFV Pôle Rhône Méditerranée - Tél : 04 90 40 02 71

magali.grinbaum@vignevin.com

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 plastifiants 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**). 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 plastifiants 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.

Méthode

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 300µg/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).

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.

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, les tuyaux neufs, étiquetés « sans phtalate », n'ont pas entraîné de migration de molécules phtalates (**Tableau 2**).

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**).

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 France Agrimer

Phtalates	LMS (mg/kg)	DJA (mg/kg/jour)	Conditions d'utilisation
DnBP	0,3	0,010	Autorisés pour le contact avec des aliments non-gras
DEHP	1,5	0,050	
BBP	30	0,500	
DINP	9 (DINP + DIDP)	0,150	Autorisés pour le contact avec les aliments non-gras, exceptés les aliments pour nourissons
DIDP		0,150	
DMP	< 0,01 (limite analytique)	-	Interdits dans les aliments
DnOP		-	
DEP		-	
DIBP		-	
DCHP		-	

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

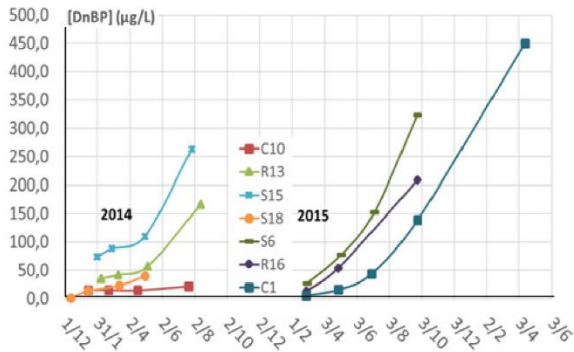


Figure 1 : Cinétiques de migration du DnBP dans des vins stockés en cuves revêtues de résine époxy. Les cuves proviennent du même fabricant et de caves différentes. Le point initial correspond au remplissage de chaque cuve.

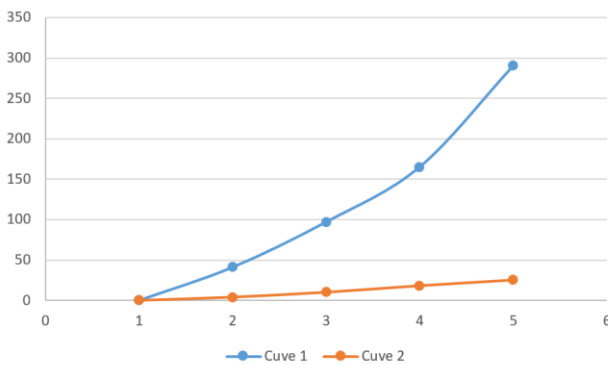


Figure 2 : Cinétiques de migration du DMP dans des vins conservés dans deux cuves en polyester renforcé de fibres de verre. Le 1er point T0 correspond à l'échantillonnage juste avant remplissage.

Tubes flexibles en PVC		[DnBP] (µg/L)	[BBP] (µg/L)	[DEHP] (µg/L)	[DIBP] (µg/L)
Tube 1 : Nouveau, étiquetté "sans phtalates"	50 circulations	0	0	0	0
	1 transfert	0	0	0	0
Tube 2 : Années 2000	50 circulations	2	13	14	104
	1 transfert	ns	ns	ns	2
Tube 3 : Années 1990	50 circulations	26	1402	1181	4
	1 transfert	ns	28	23	ns

Tableau 2 : Enrichissement d'un vin en phtalates pendant un transfert par pompage dans un circuit fermé (70hL/h) constitué de 10m de tuyau en PVC souple (diamètre 50mm). Le vin a circulé 50 fois dans la boucle. Moyennes de 3 répétitions.. 0 : inférieur à la LQ ; ns : non-significatif.

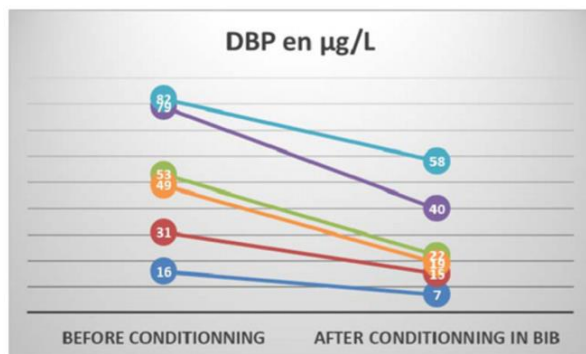


Figure 3 : Niveaux de DnBP dans les vins conditionnés 6 mois en BIB.

Copyright MatéVi. Toute reproduction totale ou partielle des contenus est strictement interdite. Pour pouvoir les diffuser, contactez-nous.