

Résidus de sulfonamide dans le miel dus à des traitements herbicides à base d'asulame¹

S. BOGDANOV, Agroscope Liebefeld-Posieux (ALP), Centre de recherches apicoles, Schwarzenburgstrasse 161, CH-3003 Berne
P. EDDER, Service de protection de la consommation, quai Ernest-Ansermet, CH-1205 Genève

@ E-mail: stefan.bogdanov@alp.admin.ch
Tél. (+41) 31 32 38 208.

Résumé

Depuis quelques années, les laboratoires cantonaux suisses surveillent régulièrement la présence d'antibiotiques dans le miel. Des résidus d'un sulfonamide inconnu – le sulfanilamide – ont été décelés dans quelques miels suisses. Ce travail cherche à préciser la source de ces contaminations. Les miels concernés ont été récoltés dans trois ruchers situés dans une zone de 1 km², dans laquelle se trouvent quatre exploitations agricoles. A fin avril 2001 et 2002, pendant la floraison du pissenlit, un herbicide à base d'asulame a été appliqué dans ces exploitations en traitement de surface contre le rumex (*Rumex obtusifolius*). Dans cinq des six échantillons de miel de printemps récoltés dans les trois ruchers, des résidus d'asulame et de sulfanilamide ont été détectés. Plus la contamination à l'asulame est élevée, plus les résidus de sulfanilamide sont importants, car ce dernier est un produit de dégradation de l'asulame. Les valeurs positives étaient: en moyenne de 244 µg/kg (minimum 13, maximum 702), pour le sulfanilamide, et en moyenne de 84 µg/kg (minimum 10, maximum 230), pour l'asulame. La limite de tolérance en Suisse est de 50 µg/kg pour les sulfonamides et de 200 µg/kg pour l'asulame. Sur la base de ces résultats et d'autres obtenus ces dernières années, l'Office fédéral de l'agriculture envisage de prendre des mesures restrictives pour les traitements de surface à l'asulame pendant la période de floraison au printemps.



Le pissenlit est une composante importante des prairies naturelles et une précieuse source de nectar très appréciée des abeilles au printemps.



Le rumex (*Rumex obtusifolius*) est l'une des mauvaises herbes les plus répandues, que l'on cherche à éliminer par des traitements herbicides dans les prairies naturelles et artificielles. Photo Media Universität de Marburg (D).

Introduction

Depuis 2000, les laboratoires cantonaux suisses effectuent des contrôles réguliers et plus approfondis des miels afin d'y déceler les résidus d'antibiotiques. Les résultats montrent que 6 à 9% des miels suisses en contiennent (Bogdanov *et al.*, 2002; Bogdanov, 2003). Ce sont surtout des résidus de sulfathiazol (un antibiotique de la famille des sulfonamides) qui ont été retrouvés, probablement à la suite de traitements non autorisés dans les ruchers contre deux maladies des abeilles, la loque américaine et la loque européenne. Lors de ces con-

¹Traduction de l'article «Sulfonamid-Belastung von Honig infolge Herbizidanwendungen», paru dans *Agrarforschung* 12 (3), 110-113, 2005.

trôles, des résidus d'un nouveau sulfonamide, le sulfanilamide, ont également été trouvés dans quelques miels. Il s'agit en fait d'un antibiotique peu utilisé en agriculture. Des recherches ont été entreprises dans un cas concret pour préciser la source de contamination, dont les résultats sont présentés ici.

Traitement à l'asulame contre le rumex à proximité de ruchers

Des échantillons de miel ont été récoltés dans un périmètre de 1 km², dans lequel se trouvaient quatre exploitations agricoles, désignées de 1 à 4, et trois ruchers A, B et C (fig.1 et tabl.1). Dans ces exploitations, un traitement herbicide à base d'asulame (Asulox) a été appliqué sur les prairies entourant les ruchers, afin de lutter contre le rumex. Deux types de traitements ont été administrés dans la dernière quinzaine d'avril (tabl. 2):

- Traitement de surface: 4 l/ha d'une solution d'Asulox, comprenant 400 g d'asulame par litre, diluée à 1:100 (400 l/ha de bouillie).
- Traitement plante par plante: une solution d'Asulox diluée à 1:100 a été appliquée individuellement sur les plantes de rumex.

Tous les échantillons de miel des ruchers A, B et C ont été récoltés entre la mi- et la fin mai, en 2001 et en 2002. Le type de miel a été déterminé en se basant sur les résultats de la conductibilité électrique et de l'analyse sensorielle.

Tableau 1. Résidus d'asulame et de sulfanilamide dans le miel après des traitements à l'asulame.

Rucher	Sulfanilamide (µg/kg)	Asulame (µg/kg)
2001		
A	702	230
B	323	90
C	220	30
Moyenne 2001	415	116
2002		
A	12	< 2
B	24	25
C	< 2	< 2
Moyenne 2002	13	10

La valeur de tolérance en Suisse pour la somme des sulfonamides est de 50 µg/kg et de 200 µg/kg pour l'asulame.

Tableau 2. Types de traitements appliqués dans les exploitations étudiées.

Exploitations	1	2	3	4
Traitement 2001	S	P	S	S*
Traitement 2002	P	P	S	S*

S: traitement de surface, P: traitement plante par plante. *Seule la prairie artificielle de l'exploitation, pauvre en pissenlits, a été traitée.

Tous les miels analysés dans le même périmètre étaient des miels de fleurs, composés entre autres de pissenlits et de colza. Un champ de colza se trouvait à proximité des deux années (fig.1). Un échantillon supplémentaire, récolté à 4 km de la zone concernée, a été ana-

lysé. Il s'agissait d'un miel de pissenlits. Il n'a pas été possible de savoir si un traitement à l'asulame a été effectué à proximité du rucher en question.

Les analyses des résidus d'asulame et de sulfanilamide dans le miel ont été effectuées par chromatographie en phase liquide par dérivation pré-colonne avec de la fluoescamine et détection à 495 nm après excitation à 405 nm. Le rendement pour l'asulame et le sulfanilamide était similaire (70-75%); le ré-pétabilité était de 5 à 8%. La limite de détection était de 2 µg/kg.

Résultats et discussion

Les valeurs des résidus dans les miels figurent dans le tableau 1. On peut résumer la situation de la façon suivante:

- Cinq des six échantillons présentaient des résidus d'asulame et de sulfanilamide. Plus la contamination en asulame est élevée, plus les résidus de sulfanilamide le sont aussi.
- Les résidus étaient beaucoup plus importants en 2001 qu'en 2002. Cette différence s'explique par le fait que, lors des traitements à l'asulame en 2002, beaucoup moins de pissenlits étaient en fleurs.
- Dans tous les échantillons de 2001, la valeur de tolérance pour les sulfonamides a été considérablement dépassée et les laboratoires cantonaux ont dû refuser les miels ne répondant pas aux prescriptions légales. Dans un des miels, la valeur de tolérance pour l'asulame a également été dépassée.

Les résidus de l'échantillon récolté à 4 km de la zone concernée s'élevaient à 9 µg/kg, aussi bien pour l'asulame que pour le sulfanilamide. Cela signifie que de l'asulame a probablement été appliqué à proximité de ce rucher. La relation observée entre les quantités d'asulame et de sulfanilamide laisse supposer que cette dernière molécule provient également des traitements à l'asulame. Cette relation a également été rapportée par d'autres auteurs, en particulier dans le cadre d'une campagne de contrôle par sondage des laboratoires cantonaux de Zurich et d'Argovie, au cours de laquelle 350 miels suisses ont été analysés (Kaufmann et Känzig, 2004). Quinze d'entre eux, soit 4,3% des échantillons, contenaient des résidus de sulfanilamide (entre 3 et 227 µg/kg). Dans tous ces échantillons contaminés, des résidus d'asulame ont également été détectés, montrant une étroite corrélation entre les deux substances: plus les résidus d'asulame étaient élevés, plus les quantités de sulfanilamide l'étaient également. On sait que l'asulame se dégrade en sulfanilamide dans le miel et il semble donc que ces résidus soient dus aux traitements à l'asulame. Lors des analyses effectuées dans les quatre ruchers, les résidus étaient cinq à dix fois plus importants dans les miels de printemps que dans les miels d'été produits dans les mêmes ruchers. Dans les miels étrangers en revanche, aucune trace de cet antibiotique n'a été décelée (Kaufmann et Känzig, 2004).

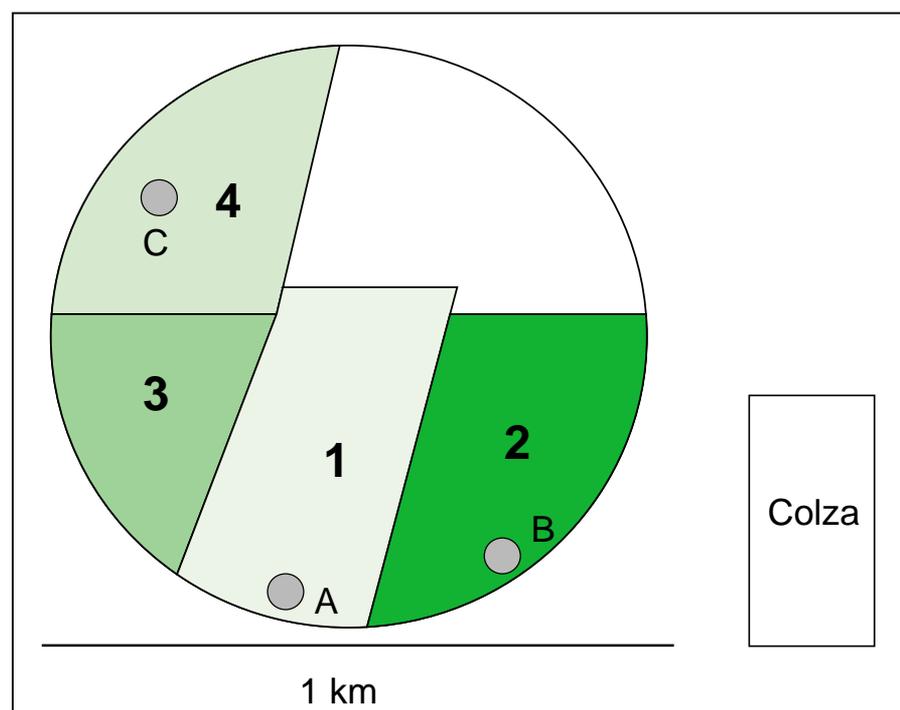


Fig. 1. Schéma de la zone étudiée (550-600 m d'altitude).

Ce scénario de contamination au travers des traitements herbicides est appuyé par les résultats d'un essai réalisé par Agroscope RAC Changins en collaboration avec le Service de protection de la consommation de Genève. Dans cet essai, la contamination de fleurs de pissenlit après des traitements de surface à l'asulame a été analysée (Jeangros *et al.*, 2005). Les résultats ont confirmé que les fleurs de pissenlit présentes au moment du traitement pouvaient contenir d'importants résidus d'asulame.

Il faut bien convenir que, dans notre étude, les résultats enregistrés en 2001 correspondent à un «worst case». Dans l'analyse plus globale des laboratoires cantonaux de Zurich et d'Argovie, les résidus étaient un peu moins importants mais, dans 26% des cas, les valeurs de tolérance étaient tout de même dépassées (Kaufmann et Käzigi, 2004). Les deux études montrent que des traitements de surface à l'asulame sur des parcelles contenant des pissenlits en fleurs peuvent mener à un dépassement des valeurs de tolérance pour les sulfonamides et l'asulame, tout au moins à proximité des ruchers. Globalement, il faut s'attendre à ce que la qualité des miels produits dans ce type de circonstances entraîne des contestations de la part des laboratoires cantonaux.

Perspectives

Actuellement, pour effectuer un traitement de surface, il est nécessaire d'obtenir une autorisation auprès des autorités phytosanitaires cantonales. Les résidus d'asulame trouvés dans le miel poussent l'Office fédéral de l'agriculture à envisager d'interdire cette substance dans les traitements de surface sur les plantes en fleurs. Cette mesure serait salutaire pour la qualité du miel.

Remerciements

Nous remercions les apiculteurs, les exploitations agricoles et les laboratoires cantonaux pour leur précieuse collaboration dans la réalisation de cette étude, de même que M^{me} Evelyne Fasnacht pour la traduction de cet article.

Bibliographie

- Bogdanov S., Imdorf A., Charrière J. D., Fluri P. & Kilchenmann V., 2003. Qualité des produits apicoles et sources de contamination. 2^e partie: Contamination provenant de l'exploitation apicole. *Revue suisse d'Apiculture* **100**, 8-12.
- Bogdanov S., 2003. Projekt «Antibiotikrückstände in Honig aus landwirtschaftlichen Verschmutzungsquellen». Rapports internes d'Agroscope Liebefeld-Posieux, Station fédérale de recherches en production animale et laitière.
- Jeangros B., Delabays N., Edder P., Ortelli D. & Corvi C., 2005. Résidus d'asulame dans les fleurs de dent-de-lion après un traitement herbicide. *Revue suisse Agric.* **37** (2), 65-69.
- Kaufmann A. & Käzigi A., 2004. Contamination of honey by the herbicide asulame and its antibacterial active metabolite sulfanilamide. *Food Addit. Contam.* **21**, 564-571.

Zusammenfassung

Sulfonamid-Belastung von Honig infolge Herbizidanwendungen

Seit einigen Jahren führen die kantonalen Laboratorien der Schweiz regelmässige Rückstandskontrollen bei Honigproben durch. In einigen wenigen Schweizer Honigen wurden Rückstände eines unbekanntes Sulfonamids, Sulfanilamid, gefunden. In einem konkreten Fall wurde recherchiert, um die Verschmutzungsquelle herauszufinden. Die betroffenen Honige stammten aus drei Imkereien. Sie lagen in einem Gebiet von 1 km², dem auch vier landwirtschaftliche Betriebe angehören. Während der Löwenzahnblüte Ende April 2001 und 2002 wurde in den Betrieben für die Bekämpfung des Ampfers (Blacke, *Rumex obtusifolius*) eine Flächenbehandlung mit dem Herbizid Asulam durchgeführt. In fünf von sechs Frühlingshonigen, die in den drei Imkereien geerntet wurden, fand man Rückstände von Sulfanilamid und Asulam. Je höher die Asulamwerte, desto grösser war auch die Sulfanilamidbelastung. Sulfanilamid ist ein Abbauprodukt von Asulam. Die Belastung der positiven Proben war im Durchschnitt für Sulfanilamid 244 µg/kg (Minimum 13, Maximum 702) und für Asulam 84 µg/kg (Minimum 10, Maximum 230). Die Toleranzwerte für Honig in der Schweiz sind für Sulfonamid 50 und für Asulam 200 µg/kg. Auf Grund dieser Befunde will das Bundesamt für Landwirtschaft Massnahmen ergreifen, um die Flächenbehandlung mit Asulam während der Frühlingsblüte zu verbieten.

Summary

Contamination of honey by a sulfonamide after the use of an herbicide in agriculture

Since several years, the Swiss cantonal laboratories carry out regularly controls of antibiotic residues in honey. In few honeys, residues of sulphanilamide – an unknown sulphonamide – have been detected. One particular case was investigated, in order to find out the contamination source. The studied honeys were harvested in three apiaries situated in an area of 1 km² with four agricultural units. At the end of April 2001 and 2002, during the dandelion blooming period, a surface herbicide treatment with asulam was carried out against the broad leaved Dock (*Rumex obtusifolius*). Five out of six spring honeys harvested thereafter in the three apiaries contained residues of asulam and sulphanilamide: the higher the asulam values, the higher the sulphanilamide residues. Sulfanilamide is a breakdown product of asulam. The contamination in sulphanilamide was in average of 244 µg/kg (minimum 13, maximum 702) and for asulam in average 84 µg/kg (minimum 10, maximum 230). The Swiss tolerance limits of 200 µg/kg for asulam and of 50 µg/kg for sulfanilamide. Due to these results, the Swiss Federal Agricultural Office has decided to take measures for banning the application of asulam on whole blooming pastures.

Key words: honey, asulam, sulphanilamide, antibiotic, contamination, Switzerland.