

# • De la notion de « *Minimis* » pour l'analyse des résidus phytosanitaires dans les vins

## 1 - INTRODUCTION : L'ANALYSE DE RÉSIDUS DANS LES VINS

### 1.1 Méthodes

Les natures chimiques des molécules phytosanitaires sont très diverses. Le récent développement des analyses multirésidus, dans des conditions technico-économiques acceptables, a été rendu possible par les progrès des technologies et des méthodes de **chromatographie gazeuse ou liquide couplée à la spectrométrie de masse en tandem (GC-MSMS et LC-MSMS)**.

L'analyse multirésidus phytosanitaires dans les vins est une méthode d'analyse normalisée définie par l'**Organisation Internationale de la Vigne et du Vin** (résolution OIV ŒNO 436-2012).

La méthode OIV-MA-AS323-08, est la seule méthode normalisée officielle reconnue internationalement par la filière viti-vinicole. Cette méthode utilise une extraction par la méthode QuEChERS (Quick Easy Cheap Effective Rugged and Safe). Les extraits ainsi obtenus sont ensuite dosés par GC-MSMS ou par LC-MSMS.

Cette double méthode LC et GC multirésidus est complétée par d'autres méthodes qui ciblent des familles spécifiques de résidus comme par exemple :

- **Méthode de l'analyse des dithiocarbamates** sous forme de disulfure de carbone (CS<sub>2</sub>) par GC-MS après hydrolyse acide. Méthode dite "méthode Keppel" (norme NF 12396 -1999) ou publication par Agricultural Institute of Slovenia (H. Basa Cesnik, A. Gregorcic. Acta Chim. Slov. 53, 100-104 -2006).
- **Méthode QuPpe** (fosétyl-AI, acide phosphoreux, Glyphosates et métabolites, ...). Il s'agit d'une méthode normalisée européenne (EURL-SRM-EU Reference Laboratories for Residues of Pesticides-Single Residue Methods -2013).

### 1.2 Performances des méthodes

Avant sa mise en service dans un laboratoire, une méthode d'analyse fait l'objet d'une validation. Cette dernière est définie par la norme ISO 17025/ 2017 comme une « vérification où les exigences spécifiées sont adéquates pour un usage déterminé ».

Ainsi, la validation est toujours associée à la définition de prérequis de performance, dont elle vérifiera la capacité de la méthode à les atteindre. Ces prérequis ont différentes origines : besoins des demandeurs, exigences normatives, réglementations (lignes directrices européennes...). Selon les contextes et les laboratoires, ces prérequis ne seront pas nécessairement définis de la même façon, et les validations ne concerneront donc pas nécessairement les mêmes niveaux de performance.

Il faut cependant souligner que, par le truchement d'essais interlaboratoires, de l'accréditation, et des demandes du marché mondialisé, les niveaux de performances entre laboratoires s'appuient sur des critères qui sont naturellement de plus en plus convergents. En Europe, le guide SANTE/12682/2019 de la commission européenne, définit aussi un certain nombre de critères de bonnes pratiques et de performances exigées pour les laboratoires réalisant des analyses de résidus dans les aliments.

#### Définitions des critères de performance

Les définitions données en italique ci-dessous sont issues de la résolution OIV ŒNO 418/2013.

Les performances d'une méthode d'analyse se définissent selon plusieurs critères, l'objectif étant que l'exactitude d'un résultat, « *étroitesse de l'accord entre la valeur trouvée et la valeur vraie d'un mesurande* », soit la plus faible possible, à l'intérieur des critères définis pour la validation.



L'erreur aléatoire est caractérisée en termes de fidélité de la mesure, c'est à dire « l'étroitesse de l'accord entre les valeurs mesurées obtenues par des mesurages répétés du même objet ou d'objets similaires dans des conditions spécifiées ». L'erreur systématique se traduit en termes de biais de la méthode.

Les analyses de résidus dans les vins sont des analyses dites de « traces » car elles concernent des niveaux de concentrations qui se situent aux limites basses des méthodes. À ces limites basses, les notions de limite de quantification (LQ) et limite de détection (LD) constituent des critères de performance essentiels.

**La limite de quantification (LQ)** est « la plus petite concentration pouvant être quantifiée avec une incertitude acceptable, dans les conditions acceptables décrites de la méthode. En l'absence d'exigences réglementaires ou normatives, l'incertitude acceptable sur la limite de quantification est fixée à 60% de la limite de quantification, par convention ». Ceci signifie qu'un résultat donné à la limite de quantification peut être associé à une erreur de mesure (incertitude) de +/- 60%. A noter que dans le cadre des analyses de contrôles officielles réalisées par la communauté européenne, le guide SANTE/12682/2029 indique des incertitudes pouvant aller jusqu'à +/-50%.

**La limite de détection (LD)** est « la valeur mesurée par une procédure de mesure donnée, pour laquelle la probabilité de déclarer faussement l'absence d'un constituant dans un

matériau est  $\beta$ , étant donné la probabilité  $\alpha$  de déclarer faussement sa présence ». En pratique, la limite de détection est conventionnellement estimée comme étant 1/3 de la limite de quantification.

**Les limites de quantification et de détection sont donc indissociables d'un résultat d'analyse de traces, afin de permettre son interprétation.**

En outre, tout résultat d'analyse, doit pouvoir être observé en prenant en compte l'incertitude qui lui est associée. **L'incertitude de mesure** est « un paramètre non négatif qui caractérise la dispersion des valeurs attribuées à un mesurande, à partir des informations utilisées ».

L'incertitude n'est donc pas un paramètre invariable associé à une méthode, comme cela est trop souvent compris. L'incertitude, ou l'erreur de mesure, est une variable, qui varie en fonction de la concentration, et qui est, le cas échéant, modélisable par une fonction non linéaire de la concentration, et tend vers l'infini quand la concentration tend vers 0.

Pour cette raison simple et fondamentale, **le « 0 » analytique n'est jamais atteignable.** « 0 » ne peut pas constituer un résultat analytique. Selon la définition donnée dans la résolution OIV CENO 418/2013, l'incertitude est supposée atteindre +/- 60% du résultat à la limite de quantification. Aussi, pour des analyses de résidus dans les vins, dont les teneurs sont généralement proches des limites de performance des méthodes, il est tout à fait normal et attendu que les laboratoires délivrent des incertitudes de l'ordre de +/- 20 à 60 % du résultat.



### Assurance qualité

De tels niveaux d'incertitude sont tout à fait compatibles avec l'idée même de qualité et d'accréditation. L'accréditation ISO 17025 assure qu'un laboratoire est évalué régulièrement et qu'il travaille avec des méthodes validées, et selon les exigences techniques et organisationnelles de cette norme internationale. Elle constitue un véritable outil de reconnaissance, dans le monde entier, de la validité d'un résultat produit par un laboratoire. A cette reconnaissance de l'accréditation s'ajoute pour le vin et les moûts, celle, tout à fait complémentaire, de la mise en œuvre de la méthode normalisée OIV (OIV-MA-AS323-08). Les exigences de l'accréditation conduisent les laboratoires accrédités à vérifier régulièrement si leurs performances n'ont pas évolué dans le temps. Pour cela, des outils de contrôle de la qualité, internes et externes, sont mis en œuvre. Parmi les outils de contrôle externes, les essais interlaboratoires, qui permettent aux laboratoires de comparer leurs résultats, prennent une place privilégiée.

Selon les règles de la norme ISO 17025, les paramètres couverts par l'accréditation des laboratoires sont listés et publiés. Il est cependant tout à fait licite de rencontrer des rapports d'analyse faisant mention de l'accréditation, alors même que seule une partie des paramètres est couverte par la portée d'accréditation. C'est la situation la plus communément rencontrée. Plusieurs facteurs justifient cette accréditation partielle : les paramètres des résidus évoluent assez rapidement, et il est logiquement difficile de faire coïncider les cycles d'audits avec ces évolutions. En outre pour certains paramètres il n'existe pas toujours des essais interlaboratoires permettant de faire des contrôles qualité externes attendus par les référentiels.

## 2 - INTERPRÉTATION D'UN RÉSULTAT

### 2.1 Principes généraux

Les rapports d'analyses présentent le plus souvent les résultats sous la forme suivante :

- Au-dessus de la limite de quantification, un résultat est rendu sous sa forme quantifiée. En Europe, et selon le Guide SANTE/12682/2019, l'unité à utiliser est le mg/kg.
- En dessous de la LQ, un résultat sera rendu sous la forme « <LQ ». Cela signifie que la concentration ne peut pas être quantifiée, mais un signal a été détecté.
- En dessous de la LD, le résultat sera rendu sous la forme « nd » (non détecté).

Ainsi les valeurs de LQ et LD utilisées par les laboratoires sont des éléments à prendre en compte. Ces LQ et LD sont généralement très faibles au regard des LMR (Limites Maximales de Résidus) réglementaires. L'utilisation de techniques et de matériels différents entre laboratoires est de nature à générer des limites de quantification et de détection différentes qui peuvent conduire à des résultats différents.

## 2.2 Amélioration des performances analytiques et interprétation de résultats

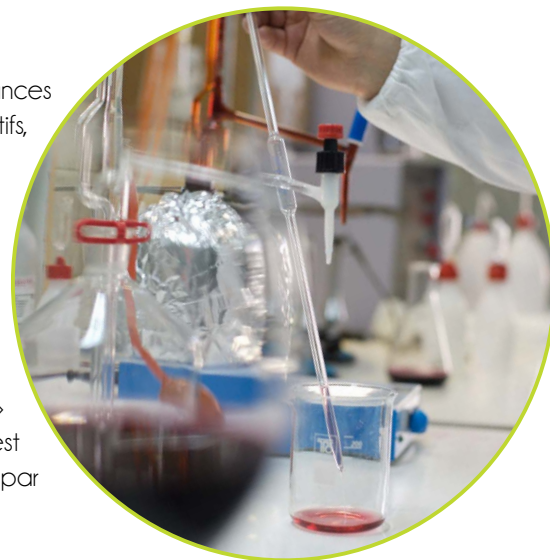
Les techniques ont beaucoup progressé ces dernières années, et continuent d'évoluer rapidement. Ces progrès sur les techniques GC-MSMS et LC-MSMS repoussent régulièrement les limites analytiques, en termes de justesse et de fidélité des mesurages, mais aussi en termes de limites de quantification et de détection.

### Ce qui n'était pas détectable il y a 10 ans, l'est devenu aujourd'hui.

Le « 0 » analytique n'existe pas, or à mesure de l'amélioration inexorable des performances des outils analytiques, on peut s'attendre à ce que des résultats d'analyse positifs, basés sur des concentrations extrêmement faibles, soient de plus en plus fréquents.

La limite interprétative de « résidus non détectés » est donc toute relative, et dépend, avant toute chose, des performances des méthodes utilisées.

0,010 mg/kg est régulièrement employé en tant que limite de quantification « d'usage » pour les échanges commerciaux des produits conventionnels (*codex alimentarius*). Cette teneur constitue aussi la limite européenne « par défaut » fixée pour les molécules interdites (règlement européen (CE) n°396/2005). Elle est également retenue en tant que « valeur seuil » dans les produits biologiques par certains organismes certificateurs européens.



### Cette concentration de 0,010 mg/kg fait donc régulièrement office de valeur de « *minimis* ».

Cependant, de fait, pour beaucoup de résidus, les limites de quantification ont atteint ces dernières années des niveaux de concentration plus bas, régulièrement de l'ordre de 0,005 voire 0,001 mg/kg.

## 3 - LES MINIMIS

### 3.1 Qu'est-ce que les « *Minimis* » ?

Une valeur de *minimis* est une valeur analytique en dessous de laquelle une substance est consensuellement considérée comme absente du produit analysé par un groupe d'experts.

Ces *minimis* constituent ainsi des niveaux analytiquement faibles, en dessous desquels, la signification même du résultat n'est plus interprétable.

Il faut dissocier les limites de détection (LD) et de quantification (LQ), qui sont des notions de performances analytiques, des *minimis* qui sont liés à la fois à de l'expertise et de l'analyse. Les *minimis* sont des valeurs issues de consensus, sur la base de résultats d'experts et d'analyses.

Un *minimis* relève uniquement de considérations techniques liées à l'analyse et son objectif est de permettre une meilleure interprétation de la signification d'un résultat analytique. **En aucun cas, le *minimis* ne doit être associé à une limite réglementaire ou à une notion de toxicité pour le consommateur.** La notion de toxicité et l'aspect réglementaire sont traités respectivement par les DJA (Doses Journalières Acceptables), et les LMR (Limites Maximales de Résidus) adoptées par les différents états. Ainsi, en principe, les valeurs de *minimis* ne peuvent être définies que dans les cas suivants :

- Aucune limite toxique et/ou réglementaire n'est établie,
- Si des limites de toxicité et/ou réglementaire existent, le *minimis* se situe toujours en dessous de ces limites.

En matière de résidus phytosanitaires dans les vins, les *minimis* se définissent donc à des niveaux de concentration en dessous des LMR de raisins de cuve.

### 3.2 Pourquoi définir des « *Minimis* » pour l'analyse de résidus dans les vins ?

L'emploi des analyses de résidus phytosanitaires dans les vins se développe afin de répondre à plusieurs demandes :

- Le contrôle de certification des vins BIO,
- Des guides de consommateurs qui recherchent des vins « sans résidus »,
- Des projets de labélisation de vins « sans résidus »,
- Des cahiers des charges de droit privé entre acheteurs et producteurs, contenant des exigences relatives à l'absence de résidus,
- Des producteurs qui sont en démarches de certification environnementale, et qui, au-delà des exigences des référentiels, souhaitent utiliser les analyses de résidus en tant que critère de performance environnementale,
- Des producteurs qui souhaitent développer des démarches de réduction ou d'élimination des résidus.

La question des résidus phytosanitaires dans la consommation et dans les vins est devenue un sujet de débat et de polémique de plus en plus sensible. Et l'attente des consommateurs, s'oriente nettement vers des « vins sans résidus ». En d'autres termes c'est une forme de « 0 analytique » qui est attendu par le consommateur de la part des laboratoires qui accompagnent la filière. Or d'un point de vue analytique le « 0 » n'existe pas.

Il se produit ainsi une forme d'incompréhension et d'insatisfaction de la filière vis-à-vis de ces analyses de résidus. Cette incompréhension est encore plus accentuée par les niveaux différents de performance des techniques analytiques

utilisées dans les divers laboratoires qui affichent des limites de quantification parfois très hétérogènes. De plus, les progrès incessants des techniques d'analyse continueront de faire baisser toujours plus les limites de quantification au point où la question de la signification même d'un résultat très faible se pose de plus en plus.

**Dans l'état actuel, la filière vin n'est pas capable de répondre à ces demandes de « vins sans résidus » faute de critères d'interprétation analytique reconnus, harmonisés.**

La définition de *minimis*, dans le cadre d'un consensus le plus large possible, pour l'analyse des résidus phytosanitaires dans les vins permettrait :

- De répondre à la question du « 0 analytique » posée par la filière et par les consommateurs,
- D'harmoniser les critères d'interprétation sur « l'absence » de résidus dans les vins entre les différents opérateurs concernés : organismes de certification (bio et autres), et laboratoires accrédités qui établissent également des déclarations de conformités.

En l'absence d'un cadre consensuel fort pour la définition de *minimis* résidus vins, la présentation et l'interprétation des résultats d'analyses de résidus resteront sujets à débats et controverses et l'analyse de résidus ne pourra pas être utilisée comme critère de performance environnementale.

### 3.3 Méthode utilisée pour la définition de « *Minimis* »

Des valeurs « *minimis* » ont été fixées par un groupe de travail composé d'un consortium de laboratoires d'analyses\* et coordonné par l'IFV, pour un panel de molécules phytosanitaires utilisables pour le contrôle des vins.

Les critères suivants ont été pris en compte pour déterminer un consensus autour d'une valeur la plus basse possible signifiante, pour chaque molécule :

- performances analytiques (LD, LQ, incertitudes à la LQ)
- réglementation (molécule approuvée UE, autorisée France, homologuée vigne, LMR)
- caractère traçant de la molécule du raisin au vin (retrouvée si application, teneurs, fréquences)
- molécule « *sujette à bruit de fond* » (rémanences, interférences avec d'autres sources de contaminations que phytosanitaires, cas des molécules retrouvées alors que non appliquées, y compris dans les vins bio).

Une base de données comprenant un total de 220 molécules a ainsi été créée à partir des résultats des partenaires du groupe de travail. Certaines données sont issues des plans de surveillance ou des données internes de laboratoires, pour lesquelles nous n'avons pas la traçabilité de ce qui a été appliqué à la vigne, et d'autres sont issues des résultats d'expérimentations pour lesquels les calendriers de traitements et dates de récolte sont connus.

#### Que signifie « *molécules sujettes à bruit de fond* » ?

Le groupe de travail a validé ces termes pour décrire les molécules, dont la présence dans les vins à l'état de traces, n'est pas exclusivement expliquée par une application au vignoble.

Cela signifie que si leur présence dans les vins est le plus souvent liée à une ou plusieurs applications à la vigne, elles peuvent aussi être retrouvées dans les vins (y compris biologiques) à des teneurs très faibles de façon inexpliquée (non appliquées à la vigne). **Peu de molécules sont concernées.** Elles peuvent être retrouvées dans les vins à des concentrations très faibles (quelques µg/L), alors qu'elles n'ont pas été appliquées sur la parcelle (conventionnelle ou bio). Les explications suspectées sont diverses et sont, soit liées à des contaminations fortuites de produits phytosanitaires (dérive, contamination croisée à la vigne ou à la cave, aérocontamination, accumulation dans la plante ou le sol, ...), soit liées à des contaminations autres que phytosanitaire (engrais, matériaux, ...). Dans l'état actuel de nos connaissances, nous n'avons aucune certitude sur l'origine de ces traces et surtout, nous ne savons pas les éviter totalement. Les termes « *bruit de fond* » englobent toutes ces situations.

\*Composition du groupe de travail : Laboratoires Dubernet, Laboratoire GIRPA, Laboratoire Excell, Laboratoire Phytocontrol, Laboratoire Exact, Laboratoire Grand Chais de France, IFV

### 3.4 Utilisation des *minimis*

Les *minimis* sont destinés à être utilisés par un laboratoire pour interpréter un résultat positif au-dessus de sa LQ.

Il s'agit d'apporter une aide à l'interprétation harmonisée des résultats des laboratoires : les résultats quantifiés dans les vins fins, en dessous de ces *minimis*, ne peuvent pas être interprétés en l'état actuel de nos connaissances.

**Lorsqu'un résidu est quantifié à une valeur inférieure au *minimis*, il est commenté par le laboratoire qui inscrit « inférieur valeur *minimis* » en complément ou remplacement du résultat d'analyse.**

Le laboratoire doit donner la définition du *minimis*, soit sur le rapport, soit en annexe au rapport et peut renvoyer à la note téléchargeable sur le site IFV.

Les règles de décision applicables à la valeur du *minimis* en prenant en compte l'incertitude du laboratoire sont celles décrites dans la circulaire INAO : INAO-CIRC-2015-02, point 6.

### 3.5 Révision des *minimis*

**La liste des *minimis* est donnée en annexe 1.**

Elle correspond à l'état actuel des connaissances du groupe de travail composé d'un consortium de laboratoires d'analyses\* et coordonné par l'IFV.

Cette liste est évolutive. Les *minimis* seront amenés à être révisés à chaque fois que jugé nécessaire par le groupe d'experts, au fur et à mesure des recherches, des résultats du groupe de travail et des évolutions des performances des méthodes.

## ANNEXE 1 - liste *minimis* proposés (en mg/L)

### Légende couleurs annexe 1

s.a approuvée UE , autorisée France et homologuée vigne
s.a approuvée UE, autorisée France mais pas Vigne
s.a approuvée UE et non autorisée France
s.a non approuvée UE
pas un PPP

\*Composition du groupe de travail : Laboratoires Dubernet, Laboratoire GIRPA, Laboratoire Excell, Laboratoire Phytocontrol, Laboratoire Exact, Laboratoire Grand Chais de France, IFV



	Molécules	Proposition <i>MINIMIS</i>
1	2-Phenylphenol	0,005
	2,4-DDT	0,005
	3,5-Dichloroaniline	0,005
	4,4-DDE	0,005
	4,4-DDT	0,005
	4,4-TDE	0,005
	Acequinocyl	0,005
	Acetamipirid	0,005
	Aclonifen	0,005
10	Acrinathrine	0,005
	Alpha-cypermethrine	0,005
	Ametoctradine	0,005
	Amisulbrom	0,005
	Azinphos methyl	0,010
	Azoxystrobine	0,001
	Benalaxyl (sommés isomères)	0,001
	Benoxacor	0,001
	Benthiavalicarbe	0,001
	Beta-Cyfluthrine	0,005
20	Bifenzate	0,001
	Bifenthrine	0,001
	Bitertanol	0,001
	Boscalid	0,005
	Bromophos ethyl	0,001
	Bromopropylate	0,001
	Bromuconazole	0,001
	Bupirimate	0,001
	Buprofezin	0,001
	Captafol	0,010
30	Captan	0,020
	Tetrahydrophtalimide	0,005
	Carbaryl	0,001
	Carbendazime + Benomyl	0,005
	Carbetamide	0,005
	Carfentrazone-éthyle	0,001
	Chlorantranilprole	0,005
	Chlormephos	0,005
	Chlorothalonil	0,001
	Chlorpropham	0,001
40	Chlorpyrifos-éthyle	0,001
	Chlorpyrifos-méthyle	0,001
	Cléthodime	0,005
	Clofentezine	0,001
	Clothianidine	0,005
	Cyazofamide	0,001
	Cycloxydim	0,005
	Cyflufenamid	0,001
	Cyhalofop-Butyl	0,005
	Cyhexatin	0,003
50	Cymoxanil	0,001
	Cyproconazole	0,001
	Cyprodinil	0,005
	Deltaméthrine	0,010
	Diazinon	0,003
55	Dichlobenil	0,003

	Molécules	Proposition <i>MINIMIS</i>
56	Dichlofluanide	0,005
	Dichlorvos	0,001
	Diclofop-Methyl	0,001
	Diclorane	0,003
60	Dicofol	0,005
	Dicrotophos	0,005
	Diethofencarbe	0,001
	Difenoconazole	0,001
	Diflubenzuron	0,001
	Diflufenican	0,001
	Dimethoate	0,001
	Dimethomorphe	0,005
	Dinotefuran	0,005
	Dithianon	0,050
70	Diuron	0,001
	Ethirimol	0,005
	Emamectine (somme isomères)	0,001
	Esfenvalerate	0,001
	Ethoprophos	0,001
	Etofenprox	0,001
	Etoxazole	0,001
	Famoxadone	0,003
	Fenamidone	0,001
	Fenamiphos	0,010
80	Fenarimol	0,001
	Fenazaquin	0,001
	Fenbuconazole	0,001
	Fenbutatin oxyde	0,001
	Fenhexamid	0,005
	Fenitrothion	0,001
	Fenoxaprop (somme isomères)	0,001
	Fénoxycarbe	0,001
	Fenpropathrine	0,001
	Fenpropidine	0,001
90	Fenpropimorphe	0,001
	Fenpyrazamine	0,001
	Fenpyroximat	0,001
	Fipronil	0,001
	Flazasulfuron	0,005
	Fluazifop-p-butyle	0,001
	Fluazinam	0,001
	Flubendiamide	0,020
	Fludioxonil	0,001
	Flufenoxuron	0,001
100	Flumioxazine	0,005
	Fluopicolide	0,005
	Fluopyram	0,005
	Fluquinconazole	0,001
	Flusilazole	0,001
	Flutriafol	0,001
	Fluxapyroxad	0,001
	Folpel	0,010
	Phtalimide	0,040
	Forchlorfénuron	0,001
110	Furalaxyl	0,005

	Molécules	Proposition MINIMIS
111	Haloxyfop R-methyl	0,001
	Hexaconazole	0,001
	Hexythiazox	0,001
	Imazalil	0,001
	Imidaclopride	0,001
	Indoxacarbe	0,001
	Iprodione	0,005
	Iprovalicarbe	0,005
	Isofétamide	0,005
120	Isoproc carb	0,005
	Isoproturon	0,005
	Isoxaben	0,001
	Kresoxim-méthyle	0,001
	Lambda-Cyhalothrine	0,005
	Lindane	0,001
	Linuron	0,005
	Lufénuron	0,001
	Mala oxon	0,010
	Malathion	0,001
130	Mandipropamide	0,001
	Mepanipirim	0,001
	Mepanipirim métabolite	0,005
	Meptyl-dinocap	0,020
	Metalaxyl (somme isomères)	0,001
	Methabenzthiazuron	0,005
	Methidathion	0,005
	Methiocarb (Mercaptodimethur)	0,001
	Methiocarb-sulfone	0,005
	Methiocarb-sulfoxide	0,005
140	Methomyl	0,001
	Methoxyfeno zide	0,001
	Metrafenone	0,005
	Myclobutanil	0,005
	Napropamid	0,001
	Neburon	0,005
	Norflurazon	0,003
	Oryzalin	0,001
	Oxadiazon	0,001
	Oxadixyl	0,001
150	Oxathiapi proline	0,001
	Oxyfluorfe	0,001
	Parathion-méthyle	0,005
	Penconazole	0,001
	Pendimethaline	0,001
	Penoxsulam	0,001
	Phosmet	0,005
	Piperonyl butoxide	0,005
	Pirimicarb	0,001
	Pirimiphos-méthyle	0,001
160	Prochloraz	0,001
	Procymidone	0,001
	Profenofos	0,003
	Propargite	0,001
	Propiconazol	0,001
165	Propyzamide	0,001

	Molécules	Proposition MINIMIS
166	Proquinazid	0,001
	Prosulfocarb	0,001
	Pyraclostrobine	0,001
	Pyraflufen-éthyle	0,001
170	Pyrethrines (isomères) cinerin I et II, iasmolin 1 et 2	0,010
	Pyridaben	0,001
	Pyrimethanil	0,005
	Pyriofenone	0,001
	Pyriproxifene	0,001
	Quinoxifene	0,001
	Quizalofop-p-ethyl	0,001
	Sedaxane	0,001
	Simazine	0,001
	Soufre	0,300
180	Spinetoram	0,001
	Spinosad (somme isomères) sipinosyne A et D	0,001
	Spirodiclofen	0,001
	Spiroxamine	0,001
	Tau-Fluvanilate	0,001
	Tebuconazole	0,005
	Tébufenozide	0,001
	Tebufenpyrad	0,001
	Teflubenzuron	0,005
	Terbuthylazine	0,001
190	Tetraconazole	0,001
	Thiabendazole	0,001
	Thiacloprid	0,005
	Thiametoxame	0,001
	Thiodicarb	0,001
	Thiophanate-Methyl	0,001
	Tolyfluanide	0,003
	DMST	0,010
	Tolclofos-Methyl	0,001
	Triadimefon	0,001
200	Triadimenol	0,001
	Tricyclazol	0,005
	Trifloxystrobine	0,001
	Triflumizole	0,001
	Triflumizole métabolite	0,005
	Trifluralin	0,003
	Valifenalate	0,001
	Vinclozoline	0,001
	Zoxamide	0,005
	Fosetyl-Al	0,010
210	Acide Phosphoreux	2,000
	Ethephon	0,050
	MPPA	0,050
	N-Acetyl-Gluf	0,100
	Glufosinate	0,100
	HEPA	0,100
	N-Acteyl-AMPA	0,050
	AMPA	0,100
	Glyphosate	0,050
	DITHIO-mancozèbe (CS2)	0,025
220	DITHIO-metiram (CS2)	0,025