

2 Février 2022

Notion de *Minimis*

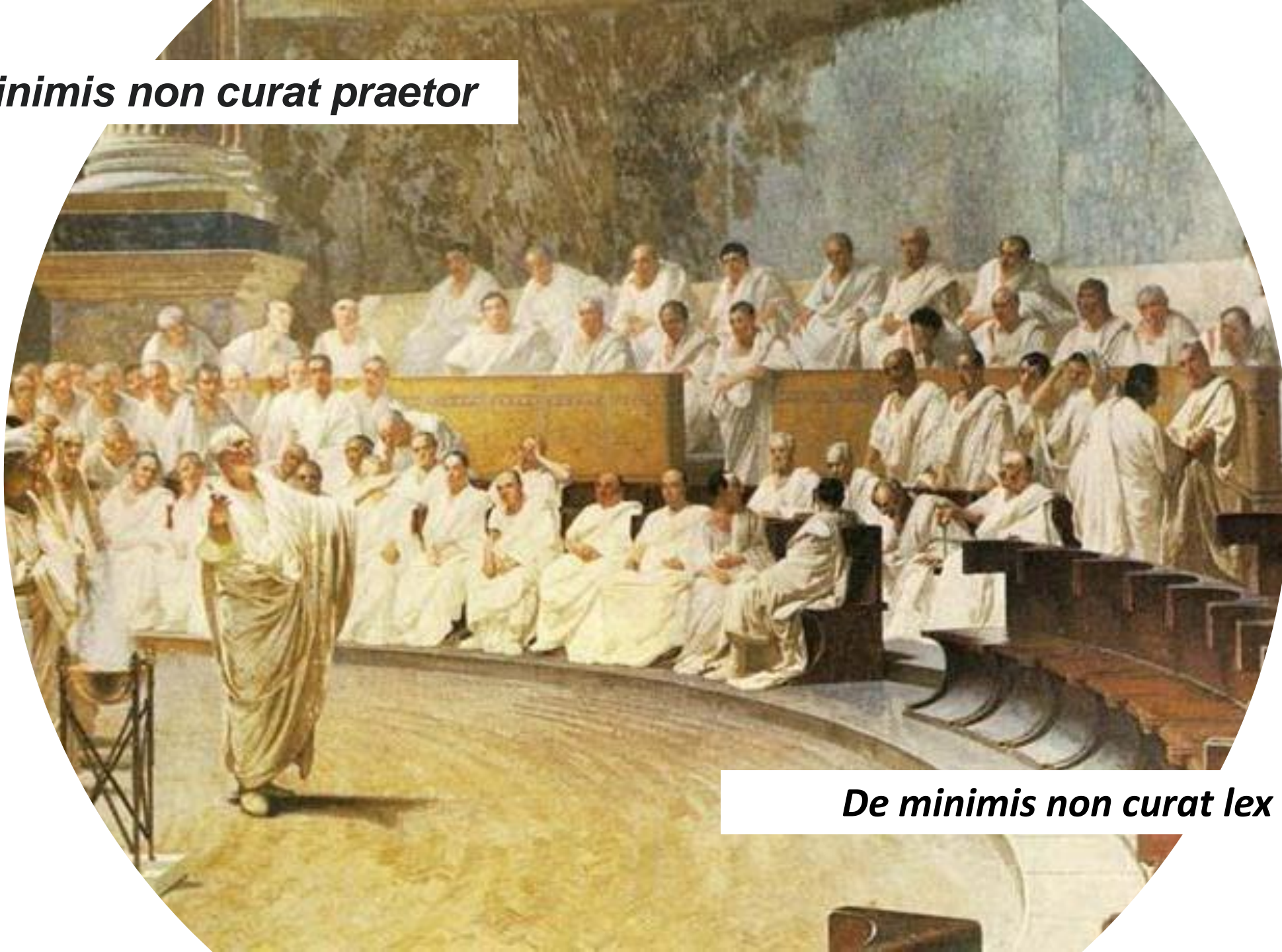
Mathieu DUBERNET

Oenologue – Ingénieur Agronome – Laboratoires Dubernet
Expert près la Cour d'Appel de Montpellier

LABORATOIRES
Dubernet
œ n o l o g i e



De minimis non curat praetor



De minimis non curat lex

De minimis non curat praetor

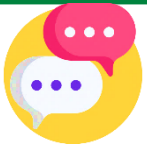


- ***Plafond d'aides aux entreprises***
- ***Franchises de taxes sur des biens en dessous d'un plafond***
- ***Etc...***



Le vin est exclusivement la boisson résultant de la fermentation alcoolique complète ou partielle du raisin frais, foulé ou non, ou du moût de raisin





?

Répondre à la demande: résultat analytique = 0



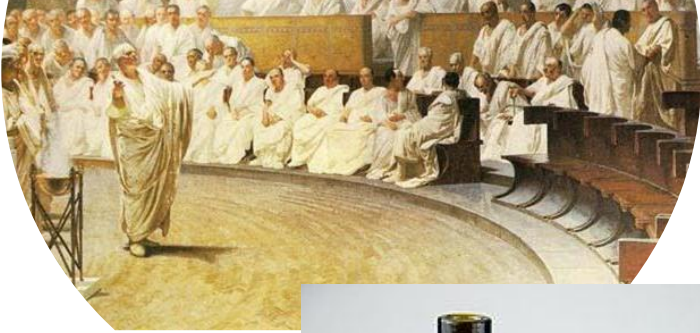
Pourquoi la question des minimis se pose aujourd'hui ?

Question des labels et certifications



À qui doit revenir le rôle de définir les minimis pour les labels de certification ?

De minimis non curat praetor



- ***Absence d'éthanol***
- ***Potentiels allergènes***
- ***Vins « sans sulfites »***
- ***Etiquetage des vins***
- ***« Mouillage »***

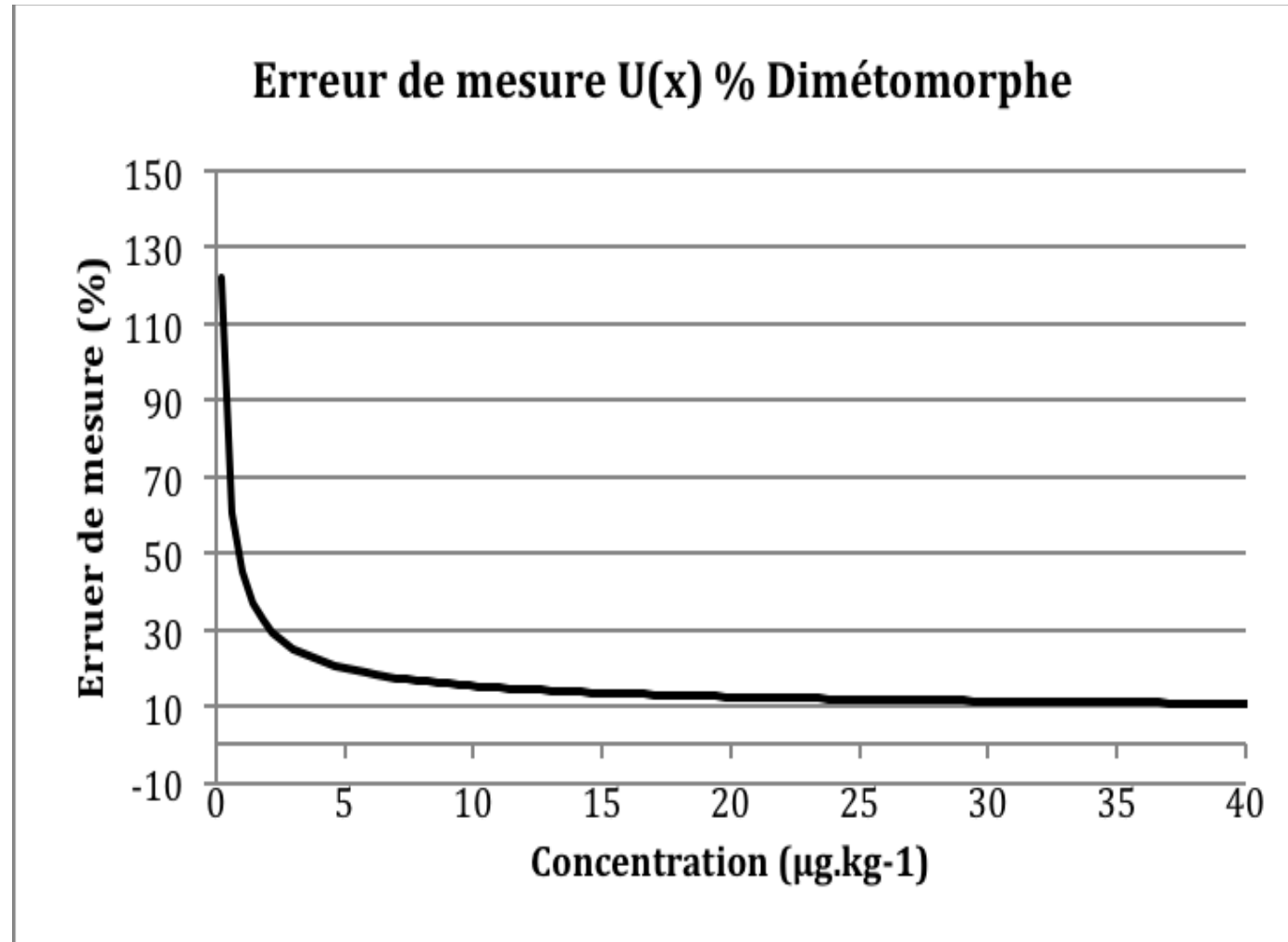


Le minimis en analyse





Le « 0 » analytique n'existe pas



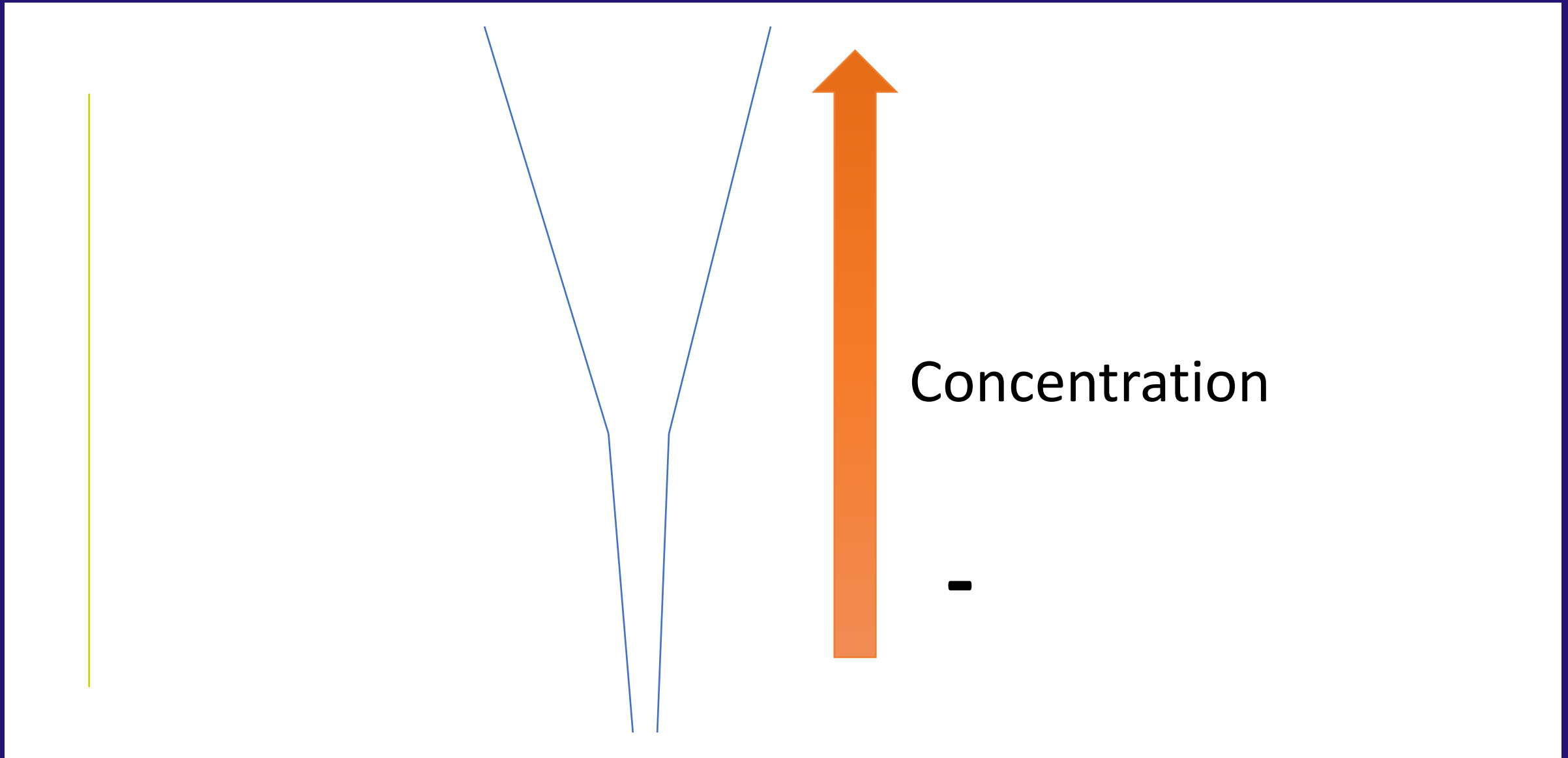


Le « 0 » analytique n'existe pas



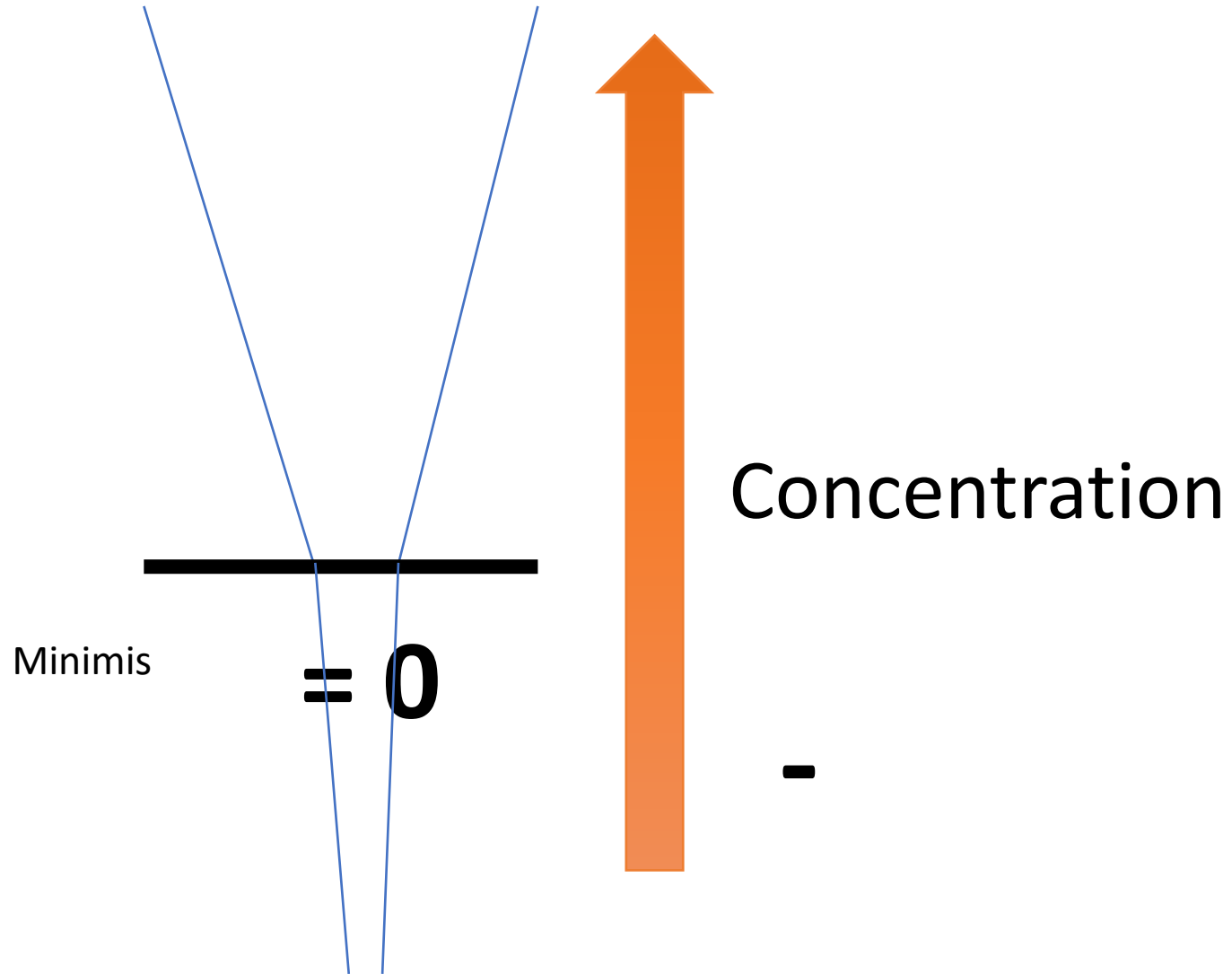


Jusqu'où un résultat est-il significatif ?





Jusqu'où un résultat est-il significatif ?

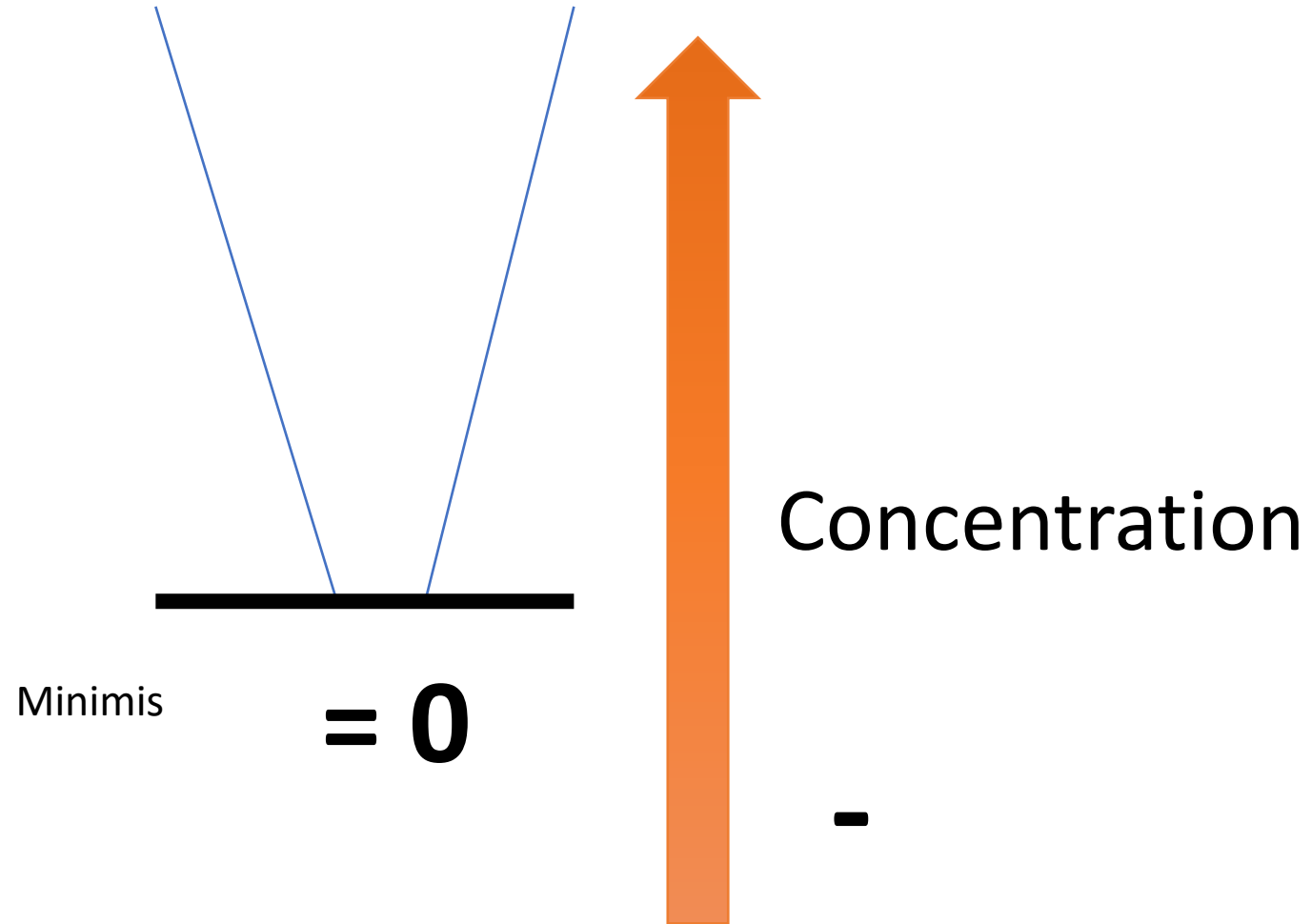




MINIMIS

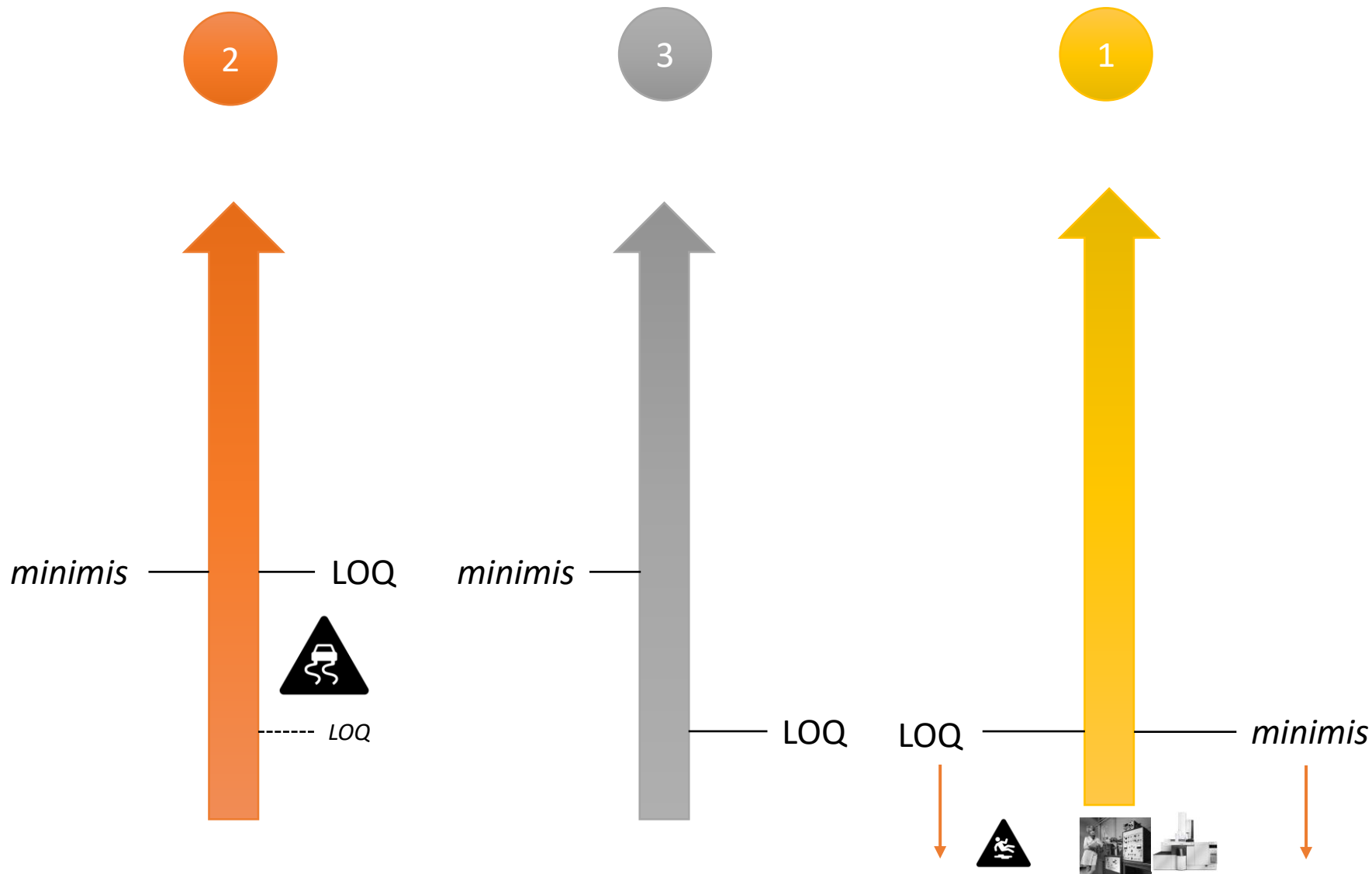


« Concentration sous laquelle une substance est considérée comme non significative »





NE PAS CONFONDRE MINIMIS ET LOQ





MINIMIS



« Concentration sous laquelle une substance est considérée comme non significative »

Principes :

- Suivi et mise à jour en fonction des progrès analytiques et des connaissances nouvelles.

Un laboratoire peut utiliser des minimis s'il a validé une $LQ < \textit{minimis}$
résultat analytique = « < minimis »

Le minimis doit être défini : **« seuil analytique en dessous duquel un résultat doit être considéré comme non significatif, non interprétable, et en pratique assimilable à une absence du mesurande recherché »**



Le minimis et les pratiques oenologiques

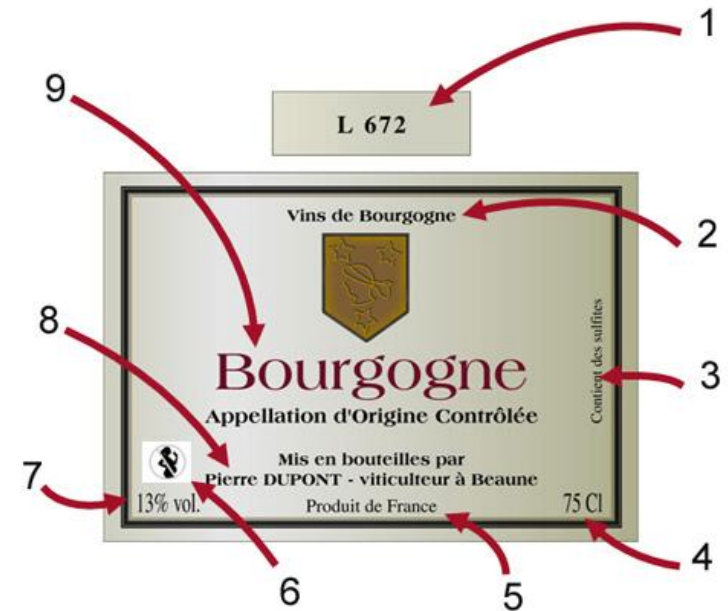


Minimis et étiquetage des ingrédients

Question de l'étiquetage: additifs



- Dioxyde de soufre
- Caséine
- Albumine
- Lysozyme
- Acide sorbique
- Acide ascorbique
- Polyaspartate de K
- CO2 ajouté
- DMDC
- Etc...



SO2: 10 mg/L
Caséine: 0,25 mg/L
Albumine: 0,25 mg/L
Lysozyme: 0,25 mg/L

Il apparaîtra nécessaire de prouver l'absence d'un additif pour se dispenser de l'étiquetage



MINIMIS

Une pratique laisse ou non une trace dans le vin ?

Non

Oui

Auxiliaires technologiques

Ingrédients

MINIMIS



Auxiliaires technologiques

Ingrédients



Il existe un continuum entre ingrédient et auxiliaire technologique dont la frontière serait définie par un minimis





De minimis est il
une notion
toxicologique ?





MINIMIS



« Concentration sous laquelle une substance est considérée comme non significative »

Limite toxicologique

Limite légale

Minimis

Minimis ne peut être défini que:

- En l'absence de définition toxicologique ou légale du composé considéré

Ou

- Très en dessous des limites toxicologiques et / ou légales



MINIMIS



Principes :



- Se situe en-dessous des seuils réglementaires et/ou toxicologiques
➔ ***le minimis ne doit pas, en principe, constituer un débat toxicologique***
- **Consensus** large et « raisonnable » entre experts analystes
➔ ***le minimis est de la compétence des analystes – des technologues – des juristes – des sociologues***
- Si la limite toxicologique n'est pas définie, et en présence de risque toxicologique avéré, **NE PAS DÉFINIR DE MINIMIS**

Un laboratoire peut utiliser des minimis s'il a validé une LQ < *minimis*

➔ ***résultat analytique = « < minimis »***



De minimis, et les
questions
juridiques?



Pourquoi la question des minimis se pose aujourd'hui ?

Définition OIV du vin:

« la boisson résultant exclusivement de la fermentation alcoolique complète ou partielle du raisin frais foulé ou non ou du moût de raisin »



Tout ce qui n'est pas issu du raisin, de la fermentation, des pratiques œnologiques (étiquetable à court terme), ou des migrations acceptables issues des contenants (défini par les réglementations), n'est pas **autorisé à être présent** dans le vin



Traduire en termes analytiques
le « 0 » analytique n'existe pas



Appréciations laissées aux magistrats et aux experts de justice, en l'absence de consensus scientifique

Pourquoi la question des minimis se pose aujourd'hui ?

Toutes les pratiques réglementées sont-elles contrôlables par l'analyse ?

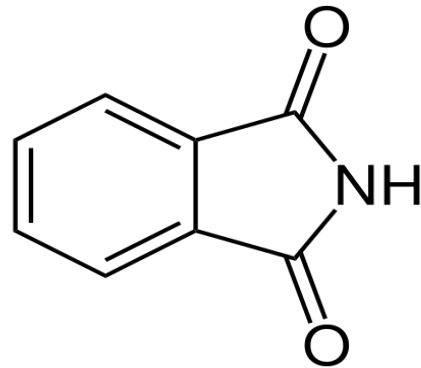
Par exemple: l'aromatisation



Spiritueux: présence de 0,182 mg/L de Limonène

- Teneur inférieure au seuil de perception
- Enrichissement expliqué par la pratique de finishing réalisée sur les spiritueux
- Condamnation pour aromatisation confirmée en appel

Phtalimid issue



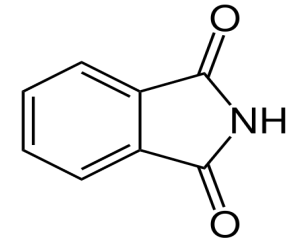
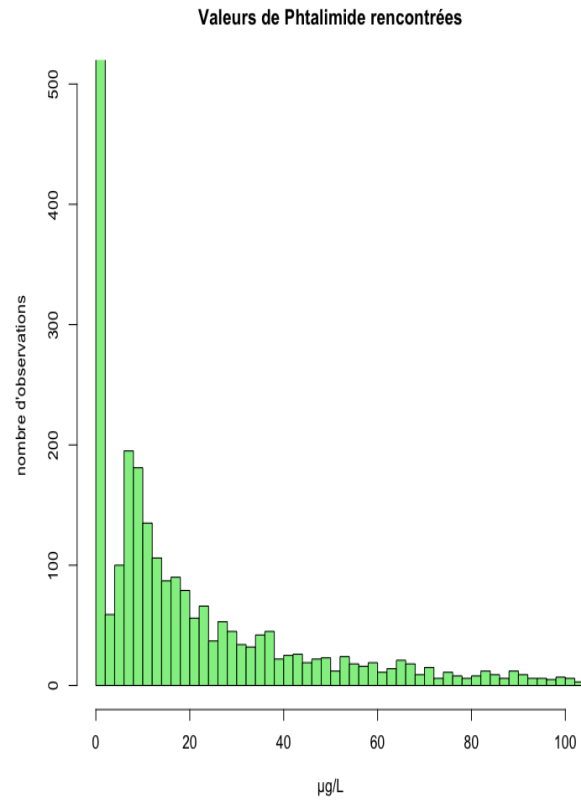
Not toxic
(EFSA 2009)

Folpet residue definition (EU 2018/832):

$$\text{Total Folpet} = \text{analyzed Folpet} + 2,015 \times \text{analyzed Phtalimid}$$

LMR 20 mg/kg

Phtalimid issue

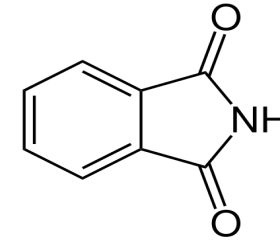


45 % of positive wines
1st residue encountered in wines

Presence of phtalimide in wine
from not treated vines blocks

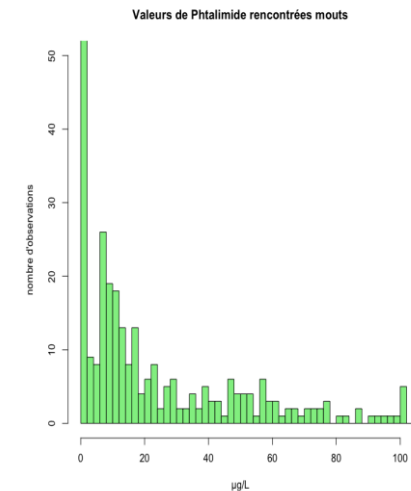
SOURCE: LABORATOIRES DUBERNET

Phtalimid issue



Other origins?:

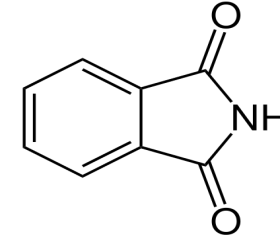
- Rubber
- PVC
- Epoxy
- Analytical artifact
- Long-distance airborne contamination
- ...



SOURCE: LABORATOIRES DUBERNET

The hypothesis of exclusive origin of phtalimid from Folpet brought in the field, which is the hypothesis of EC regulation, is **not** verified by the analytical data.

Phthalimid issue

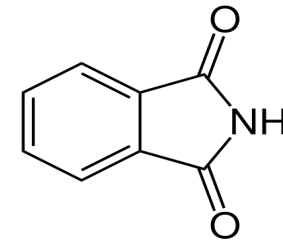


Certification control has defined himself a « threshold » at $10 \mu\text{g.l}^{-1}$



Major economical and market delivery issues for organic wine producers and wine dealers !!!

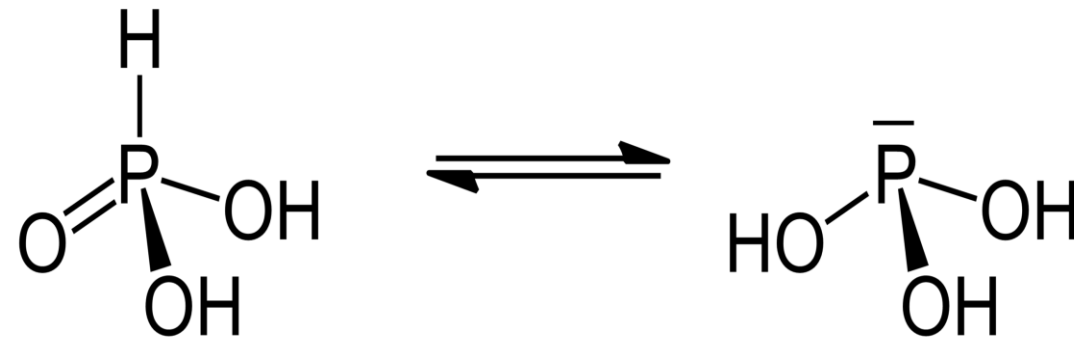
Phthalimid issue



Minimis proposal :

40 $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$

Phosphonic acid issue



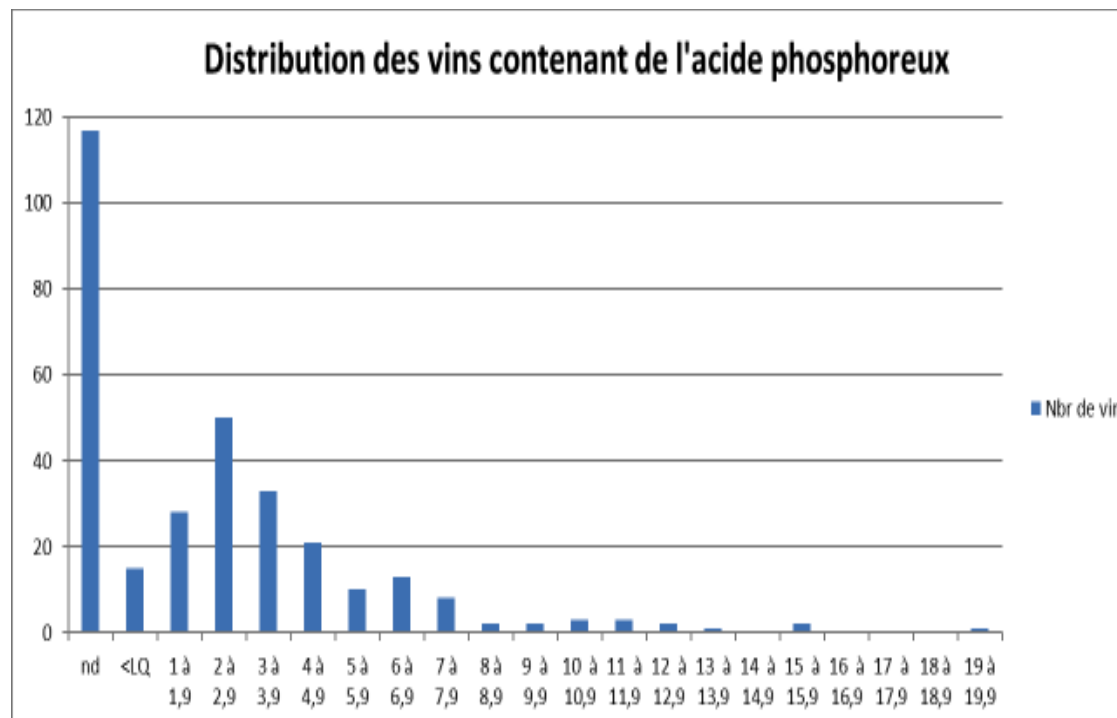
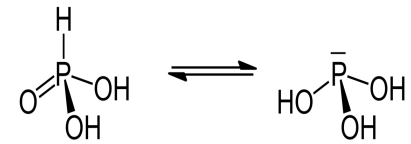
Very low toxique
No genotoxic action
No carcinogenic effect
(EFSA 2013)

Fosetyl-Al residue definition (EU 2018/832):

Total Fosetyl-Al = analyzed Fosetyl-Al + 1,35 x analyzed Phosphonic acid

LMR 100 mg/kg

Phosphonic acid issue

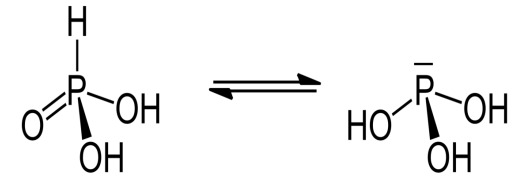


90 % of « positives » wines

Phosphonic acid issue

Other origins ?:

- Phosphonates ?
- Endogenous origin ?
- Phosphate fertilizers
- Use of di-amonium-phosphate in wine making ?
- ???



The hypothesis of exclusive origin of phosphonic from Fosetyl-Al brought in the field, which is the hypothesis of EC regulation, is **not** verified by the analytical data.

Phosphonic acid issue

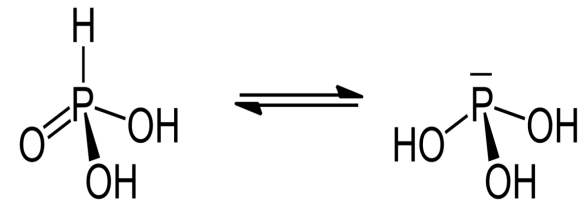


Certification control has defined itself a « threshold » at 100 $\mu\text{g.l}^{-1}$



Major economical and market delivery issues for organic wine producers and wine dealers !!!

Phosphonic acid issue



Minimis proposal :

2 mg.L⁻¹

Groupe de travail – France - 2019

IFV, Laboratoires Dubernet, GIRPA, Laboratoire Excel, Laboratoire Phytocontrol, Laboratoire Exact, Grands Chais de France

	Molécules	Proposition MINIMIS		Molécules	Proposition MINIMIS		Molécules	Proposition MINIMIS		Molécules	Proposition MINIMIS
1	2-Phenylphenol	0,005	56	Dichlofluanide	0,005	111	haloxyfop R-methyl	0,001	166	Proquinazid	0,001
	2,4-DDT	0,005		Dichlorvos	0,001		Hexaconazole	0,001		Prosulfocarb	0,001
	3,5-Dichloroaniline	0,005		Diclofop-Methyl	0,001		Hexythiazox	0,001		Pyraclostrobrine	0,001
	4,4-DDE	0,005		Diclorane	0,003		Imazalil	0,001		Pyraflufen-éthyle	0,001
	4,4-DDT	0,005	60	Dicofol	0,005		Imidaclopride	0,001	170	Pyrethrines (isomères) cinerin I et II, isomolin 1 et 2	0,010
	4,4-TDE	0,005		dicrotophos	0,005		Indoxacarbe	0,001		Pyridaben	0,001
	Acequinocyl	0,005		Diethofencarbe	0,001		Iprodione	0,005		Pyrimethanil	0,005
	Acetamipirid	0,005		Difenoconazole	0,001		Iprovalicarbe	0,005		Pyriofenone	0,001
	Aclonifen	0,005		Diflubenzuron	0,001		isofétamide	0,005		Pyriproxyfene	0,001
10	Acrinathrine	0,005		Diflufenican	0,001	120	isoprocarb	0,005		Quinoxifene	0,001
	Alpha-cypermethrine	0,005		Dimethoate	0,001		isoproturon	0,005		quizalofop-p-ethyl	0,001
	Ametoctradine	0,005		Dimethomorphe	0,005		Isoxaben	0,001		Sedaxane	0,001
	Amisulbrom	0,005		dinotefuran	0,005		Kresoxim-méthyle	0,001		Simazine	0,001
	Azinphos methyl	0,010		dithianon	0,050		Lambda-Cyhalothrine	0,005		Soufre	0,300
	Azoxytrobine	0,001		Diuron	0,001		Lindane	0,001	180	spinetoram	0,001
	Benalaxyl (sommés isomères)	0,001		ethirimol	0,005		Linuron	0,005		Spinosad (somme isomères) spinosvne A et D	0,001
	Benoxacor	0,001		Emamectine (somme isomères)	0,001		Lufénuron	0,001		spirodiclofen	0,001
	Benthiavalicarbe	0,001		Esfenvalerate	0,001		Malaoxon	0,010		Spiroxamine	0,001
	Beta-Cyfluthrine	0,005		Ethoprophos	0,001		malathion	0,001		Tau-Fluavanilate	0,001
20	Bifenazate	0,001		Etofenprox	0,001	130	Mandipropamide	0,001		Tebuconazole	0,005
	Bifenthrine	0,001		Etoxazole	0,001		Mepaniprym	0,001		Tébufenozide	0,001
	Bitertanol	0,001		Famoxadone	0,003		Mepaniprym métabolite	0,005		Tebufenpyrad	0,001
	Boscalid	0,005		Fenamidone	0,001		Meptyl-dinocap	0,020		Teflubenzuron	0,005
	Bromophos ethyl	0,001		Fenamiphos	0,010		Metalaxyl (somme isomères)	0,001		terbutylazine	0,001
	Bromopropylate	0,001		Fenarimol	0,001		methabenzthiazuron	0,005	190	Tetraconazole	0,001
	Bromuconazole	0,001	80	Fenazaquin	0,001		Methidathion	0,005		Thiabendazole	0,001
	bupirimate	0,001		Fenbuconazole	0,001		Methiocarb (Mercaptodimethur)	0,001		thiacloprid	0,005
	Buprofezin	0,001		Fenbutatin oxyde	0,001		Methiocarb-sulfone	0,005		Thiametoxame	0,001
	Captafol	0,010		Fenhexamid	0,005		Methiocarb-sulfoxide	0,005		Thiodicarb	0,001
30	Captan	0,020		Fenitrothion	0,001	140	Methomyl	0,001		Thiophanate-Methyl	0,001
	Tetrahydroptalimide	0,005		Fenoxaprop (somme isomères)	0,001		Methoxyfenozide	0,001		Tolylfluanide	0,003
	Carbaryl	0,001		Fénoxycarbe	0,001		Metrafenone	0,005		DMST	0,010
	Carbendazime + Benomyl	0,005		Fenpropathrine	0,001		Myclobutanil	0,005		Tolclofos-Methyl	0,001
	Carbetamide	0,005		Fenpropidine	0,001		Napropamid	0,001		Triadimefon	0,001
	Carfentrazone-éthyle	0,001	90	Fenpropimorphe	0,001		Neburon	0,005	200	Triadimenol	0,001
	Chlorantraniliprole	0,005		Fenpyrazamine	0,001		Norflurazon	0,003		tricyclazol	0,005
	Chlormephos	0,005		fenpyroximat	0,001		Oryzalin	0,001		Trifloxystrobine	0,001
	Chlorothalonil	0,001		Fipronil	0,001		Oxadiazon	0,001		Triflumizole	0,001
	Chlorpropham	0,001		Flazasulfuron	0,005		Oxadixyl	0,001		Triflumizole métabolite	0,005
40	Chlorpyrifos-éthyle	0,001		fluazifop-p-butyle	0,001	150	oxathiapiproline	0,001		Trifluralin	0,003
	Chlorpyrifos-méthyle	0,001		Fluazinam	0,001		Oxyfluorfe	0,001		Valifenalate	0,001
	cléthodime	0,005		Flubendiamide	0,020		Parathion-méthyle	0,005		Vinclazoline	0,001
	Clofentezine	0,001		Fludioxonil	0,001		Penconazole	0,001		Zoxamide	0,005
	Clothianidine	0,005		Flufenoxuron	0,001		Pendimethaline	0,001		Fosetyl-Al	0,010
	Cyazofamide	0,001	100	Flumioxazine	0,005		Penoxsulam	0,001	210	Acide Phosphoreux	2,000
	Cycloxydim	0,005		Fluopicolide	0,005		Phosmet	0,005		Ethephon	0,050
	Cyflufenamid	0,001		Fluopyram	0,005		Piperonyl butoxide	0,005		MPPA	0,050
	Cyhalofop-Butyl	0,005		Fluquinconazole	0,001		Pirimicarb	0,001		N-Acetyl-Gluf	0,100
	Cyhexatin	0,003		Flusilazole	0,001		Pirimiphos-méthyle	0,001		Glufosinate	0,100
50	Cymoxanil	0,001		Flutriafol	0,001	160	Prochloraz	0,001		HEPA	0,100
	Cyproconazole	0,001		Fluxapyroxad	0,001		Procymidone	0,001		N-Acteyl-AMPA	0,050
	Cyprodinil	0,005		Folpel	0,010		Profenofos	0,003		AMPA	0,100
	Deltaméthrine	0,010		Phtalimide	0,040		Propargite	0,001		Glyphosate	0,050
	Diazinon	0,003		Forchlorfénuron	0,001		Propiconazol	0,001		DITHIO-mancozébe (CS2)	0,025
55	Dichlobenil	0,003	110	furalaxyl	0,005	165	Propyzamide	0,001	220	DITHIO-metiram (CS2)	0,025

Potential uses of *minimis*



- *Organic wine certification,*



Today, analytical threshold are defined by certification control bodies themselves !

- *No « residue inside » wines vins new certification*



- *Wine specification from wine buyers*

- *Producers in the process of reducing or even eliminating residues (often in parallel with an environmental certification process)*

- *Giving to residue analyzes a role of environmental performance criterion*





Task force

CST





Task force



- To draft definition
- To define some main principles
- To identify the main challenges
- To identify the specific issues to be discussed in the different OIV structures

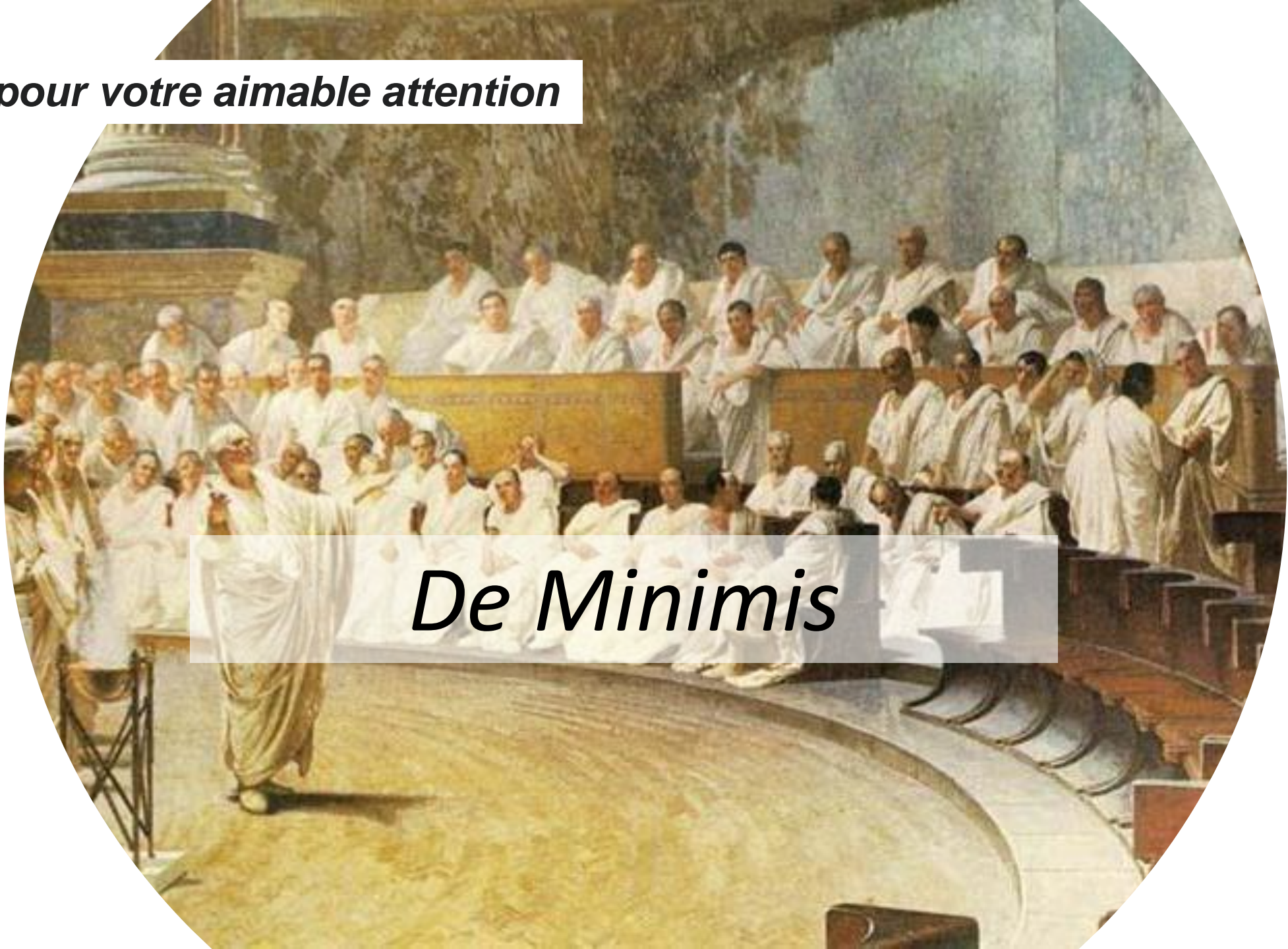


De Minimis

- ... un outil transversal
- - Analystes
- - Contrôle
- - Certification produit
- - Commerce des vins
- - Consommateurs
- - Autorités portuaires / douanes
- Expertise
 - - Juristes & magistrats
 - - Législateur



Merci pour votre aimable attention



De Minimis