

RÉSOLUTION OIV-OENO 596-2019

VALIDATION DE L'ANALYSE DES PHTALATES DANS LES VINS (OIV-OENO 477-2013)

*Avertissement : cette résolution amende la résolution suivante :
- OIV-OENO 477-2013*

L'ASSEMBLÉE GÉNÉRALE,

VU l'article 2, paragraphe 2 iv de l'Accord du 3 avril 2001 portant création de l'Organisation internationale de la vigne et du vin,

SUR PROPOSITION de la Sous-commission « Méthodes d'analyse »,

CONSIDÉRANT la résolution OIV-OENO 477-2013, relative à la recherche et au dosage des phtalates dans les vins, adoptée en 2013,

DECIDE de compléter le domaine d'application de la résolution OIV-OENO 477-2013 par l'introduction d'une note de bas de page indiquant la liste des phtalates adoptés en tant que type II (DCHP, BBP, DBP, DIBP et DEP) et de ceux restant adoptés en tant que type IV (DIDP, DINP, DNOP, DEHP et DMP).

La classification des méthodes d'analyse est décrite dans la fiche OIV-MA-AS1-03 du *Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts*,

Décide d'amender la méthode d'analyse OIV-MA-AS323-10 en y incluant le document suivant en annexe :

VALIDATION DE L'ANALYSE DES PHTALATES DANS LES VINS

1. Résumé analytique

L'Institut des matériaux et mesures de référence (IRMM) a organisé en étroite collaboration avec l'Organisation de la vigne et du vin (OIV) cette étude collaborative destinée à valider la méthode OIV-MA-AS323-10 :2013 du *Recueil* pour le dosage de dix phtalates dans le vin par couplage de chromatographie gazeuse et de spectrométrie de masse (CG-SM).

La conception de cette étude de performance est conforme aux dispositions de la norme ISO 5725-2 et à celles prévues par l'OIV. Les échantillons d'essais ont consisté

en un vin rouge, un vin blanc et un vin doux présentés en double aveugle (voir table 1). Les vins ont été supplémentés à l'IRMM, mis en fioles et distribués aux participants à l'étude de validation.

En plus des échantillons d'essais, les participants ont reçu une solution de phtalates deutérés, afin de préparer des solutions étalons internes.

Les participants à l'étude ont été identifiés par l'OIV en suivant une étude de prévalidation de la méthode. Ils correspondent à des laboratoires basés en Europe, en Asie, en Amérique du Sud et en Australie (voir tableau 2).

L'évaluation des résultats rapportés a été réalisée en conformité avec les normes ISO 5725-2 et ISO 5725-4, ainsi qu'avec les dispositions prévues par l'OIV. Les écarts types relatifs de reproductibilité se sont essentiellement situés dans la plage située entre 9 et 71 %.

Tableau : 1

Échantillon	S001	S002	S003	S004	S005	S006
Type	Vin blanc		Vin rouge		Vin doux	

2. Participants à l'étude

Tableau 2 : participants à l'étude

Analab Chile S.A.	Chili
Animal & Plant & Food Inspection Centre, Tianjin Exit-Entry Inspection and Quarantine Bureau	République populaire de Chine
Bureau Interprofessionnel du Cognac	France
Centrul National de Verificare a Calității Producției Alcoolice	République de Moldavie
Chemisches und Veterinäruntersuchungsamt Stuttgart	Allemagne

Escola Superior de Biotecnologia, Universidade Católica Portuguesa	Portugal
Instituto Nacional de Vitivinicultura, Departamento de Normas Analíticas Especiales	Argentine
Laboratorio Arbitral Agroalimentario	Espagne
Laboratoires DUBERNET	France
Miguel Torres S.A.	Espagne
SAILab	Espagne
SCL Laboratoire de Bordeaux	France
SCL Laboratoire de Montpellier	France
The Australian Wine Research Institute	Australie

3. Évaluation des résultats soumis

L'aptitude à l'emploi des écarts types de reproductibilité calculés a été évaluée. À cet effet, l'écart type relatif de reproductibilité calculé (RSD_R) a été comparé avec l'écart type relatif dérivé de l'équation d'Horwitz modifiée (RSD_{mH}), telle que proposée par Thompson (Thompson, 2000). Cette dernière fournit un niveau indicatif de reproductibilité en fonction de la concentration.

La concordance avec le niveau indicatif de fidélité a été exprimée en valeurs HORRAT de reproductibilité ($HORRAT_R$).

4. Évaluation des effets systématiques

Les laboratoires ayant rapporté des résultats qui dépassaient, pour un ou plusieurs analytes, le seuil de 1 % au niveau des statistiques k ou h de Mandel, ont été contactés par les organisateurs afin de vérifier les données fournies et de les confirmer le cas échéant. Dans le cas où la justesse des résultats du laboratoire n'était pas confirmée, les résultats en question ont été exclus de l'évaluation des données.

5. Évaluation des résultats par analyte

Sur la base des résultats d'analyse obtenus séparément pour chaque analyte et en fonction de leurs résultats de reproductibilité, la méthode doit être considérée de type II (DCHP, BBP, DBP, DIBP et DEP) ou de type IV (DIDP, DINP, DNOP, DEHP et DMP).

Tableau 3 : Dimethyl Phtalate (DMP)[1] – Résultats de l'évaluation des données

		S001	S002	S003	S004	S005	S006
Nbre de laboratoires ayant soumis des résultats conformes		11	10	11	10	10	11
Moyenne	mg/L	0,020	0,073	0,018	0,031	0,053	0,027
Médiane	mg/L	0,020	0,060	0,018	0,030	0,056	0,028
Valeur assignée	mg/L	0,030	0,097	0,030	0,049	0,104	0,046
Valeur d'écart type relatif assignée		-33,3 %	-38,1 %	-40,0 %	-38,8 %	-46,2 %	-39,1 %
ÉT de répétabilité.	mg/L	0,003	0,007	0,002	0,006	0,011	0,003
ÉT de reproductibilité	mg/L	0,006	0,041	0,007	0,011	0,022	0,009
ÉT rel. de répétabilité		9,42 %	7,33 %	8,04 %	13,00 %	10,25 %	7,09 %
ÉT rel. de reproductibilité		20,10 %	42,40 %	23,12 %	22,54 %	21,10 %	19,07 %
ÉT Horwitz modifiée**		22,00 %	22,00 %	22,00 %	22,00 %	22,00 %	22,00 %

HORRATR		0,91	1,93	1,05	1,02	0,96	0,87
Limite de répétabilité, r (2.77 X sr)	mg/L	0,008	0,020	0,007	0,018	0,030	0,009
Limite de reproductibilité, R (2.77 X sR)	mg/L	0,017	0,114	0,019	0,031	0,061	0,024
Limite rel. de répétabilité		26,09 %	20,32 %	22,28 %	36,00 %	28,38 %	19,64 %
Limite rel. de reproductibilité		55,67 %	117,45 %	64,05 %	62,44 %	58,45 %	52,84 %
Nbre de laboratoires après élimination des valeurs aberrantes		9	9	8	8	9	10
Nbre de mesures sans valeurs aberrantes		18	18	15	16	18	20

Tableau 4 : Diethyl Phtalate (DEP)[2] – Résultats de l'évaluation des données

		S001	S002	S003	S004	S005	S006
Nbre de laboratoires ayant soumis des résultats conformes		12	11	11	11	10	12
Moyenne	mg/L	0,048	0,065	0,030	0,039	0,021	0,059
Médiane	mg/L	0,044	0,076	0,029	0,041	0,023	0,061

Valeur assignée	mg/L	0,057	0,092	0,031	0,056	0,030	0,089
Valeur d'écart type relatif assignée		-22,8 %	-17,4 %	-6,5 %	-26,8 %	-23,3 %	-31,5 %
ÉT de répétabilité.	mg/L	0,006	0,010	0,005	0,004	0,003	0,002
ÉT de reproductibilité	mg/L	0,026	0,026	0,015	0,017	0,008	0,019
ÉT rel. de répétabilité		10,49 %	11,32 %	15,28 %	7,00 %	11,41 %	2,53 %
ÉT rel. de reproductibilité		45,36 %	28,49 %	47,95 %	29,71 %	25,74 %	20,98 %
ÉT Horwitz modifiée**		22,00 %	22,00 %	22,00 %	22,00 %	22,00 %	22,00 %
HORRATR		2,06	1,30	2,18	1,35	1,17	0,95
Limite de répétabilité, r (2.77 X sr)	mg/L	0,017	0,029	0,013	0,011	0,009	0,006
Limite de reproductibilité, R (2.77 X sR)	mg/L	0,072	0,073	0,041	0,046	0,021	0,052
Limite rel. de répétabilité		29,05 %	31,35 %	42,32 %	19,40 %	31,60 %	7,01 %
Limite rel. de reproductibilité		125,66 %	78,91 %	132,81 %	82,29 %	71,30 %	58,12 %
Nbre de laboratoires après élimination des valeurs aberrantes		11	10	11	9	10	11

Nbre de mesures sans valeurs aberrantes		21	20	21	17	20	22
---	--	----	----	----	----	----	----

Tableau 5 : Diisobutyl Phtalate (DIBP)[3] – Résultats de l'évaluation des données

		S001	S002	S003	S004	S005	S006
Nbre de laboratoires ayant soumis des résultats conformes		11	10	11	10	10	11
Moyenne	mg/L	0,049	0,087	0,076	0,119	0,054	0,046
Médiane	mg/L	0,049	0,085	0,076	0,123	0,055	0,045
Valeur assignée	mg/L	0,035	0,076	0,058	0,107	0,061	0,045
Valeur d'écart type relatif assignée		40,0 %	11,8 %	31,0 %	15,0 %	-9,8 %	0,0 %
ÉT de répétabilité.	mg/L	0,003	0,006	0,007	0,009	0,002	0,004
ÉT de reproductibilité	mg/L	0,011	0,019	0,014	0,023	0,012	0,013
ÉT rel. de répétabilité		7,43 %	7,71 %	11,55 %	8,81 %	4,04 %	9,54 %
ÉT rel. de reproductibilité		32,18 %	25,23 %	24,48 %	21,95 %	19,98 %	28,37 %
ÉT Horwitz modifiée**		22,00 %	22,00 %	22,00 %	22,00 %	22,00 %	22,00 %

HORRATR		1,46	1,15	1,11	1,00	0,91	1,29
Limite de répétabilité, r (2.77 X sr)	mg/L	0,007	0,016	0,019	0,026	0,007	0,012
Limite de reproductibilité, R (2.77 X sR)	mg/L	0,031	0,053	0,039	0,065	0,034	0,035
Limite rel. de répétabilité		20,58 %	21,35 %	31,98 %	24,42 %	11,19 %	26,44 %
Limite rel. de reproductibilité		89,15 %	69,88 %	67,80 %	60,81 %	55,35 %	78,58 %
Nbre de laboratoires après élimination des valeurs aberrantes		11	10	11	10	10	11
Nbre de mesures sans valeurs aberrantes		21	20	21	20	20	22

Tableau 6 : Dibutyl Phtalate (DBP)[4] – Résultats de l'évaluation des données

		S001	S002	S003	S004	S005	S006
Nbre de laboratoires ayant soumis des résultats conformes		12	11	12	11	11	12
Moyenne	mg/L	0,103	0,264	0,078	0,728	0,090	0,178
Médiane	mg/L	0,103	0,266	0,074	0,666	0,089	0,174

Valeur assignée	mg/L	0,107	0,281	0,057	1,039	0,032	0,153
Valeur d'écart type relatif assignée		-3,7 %	-5,3 %	29,8 %	-35,9 %		
ÉT de répétabilité	mg/L	0,009	0,014	0,011	0,033	0,004	0,012
ÉT de reproductibilité	mg/L	0,022	0,048	0,021	0,314	0,018	0,022
ÉT rel. de répétabilité		8,24 %	5,03 %	19,11 %	3,21 %	13,79 %	7,87 %
ÉT rel. de reproductibilité		20,73 %	17,01 %	36,78 %	30,25 %	57,05 %	14,66 %
ÉT Horwitz modifiée**		22,00 %	19,36 %	22,00 %	15,91 %	22,00 %	21,22 %
HORRATR		0,94	0,88	1,67	1,90	2,59	0,69
Limite de répétabilité, r (2.77 X sr)	mg/L	0,024	0,039	0,030	0,092	0,012	0,033
Limite de reproductibilité, R (2.77 X sR)	mg/L	0,061	0,132	0,058	0,871	0,051	0,062
Limite rel. de répétabilité		22,81 %	13,92 %	52,94 %	8,89 %	38,21 %	21,80 %
Limite rel. de reproductibilité		57,43 %	47,12 %	101,88 %	83,79 %	158,03 %	40,60 %

Nbre de laboratoires après élimination des valeurs aberrantes		12	11	12	10	11	11
Nbre de mesures sans valeurs aberrantes		23	22	23	20	22	22

Tableau 7 : Benzyl Butyl Phtalate (BBP)[5] – Résultats de l'évaluation des données

		S001	S002	S003	S004	S005	S006
Nbre de laboratoires ayant soumis des résultats conformes		11	10	11	10	10	11
Moyenne	mg/L	0,049	0,026	0,033	0,074	0,075	0,050
Médiane	mg/L	0,050	0,027	0,034	0,075	0,078	0,051
Valeur assignée	mg/L	0,057	0,029	0,037	0,088	0,087	0,053
Valeur d'écart type relatif assignée		-12,3 %	-6,9 %	-8,1 %	-14,8 %	-10,3 %	-3,8 %
ÉT de répétabilité.	mg/L	0,002	0,001	0,003	0,004	0,003	0,003
ÉT de reproductibilité	mg/L	0,008	0,004	0,005	0,011	0,015	0,007
ÉT rel. de répétabilité		4,30 %	4,96 %	8,08 %	5,10 %	3,31 %	4,78 %

ÉT rel. de reproductibilité		13,71 %	13,82 %	13,93 %	12,72 %	17,00 %	14,00 %
ÉT Horwitz modifiée**		22,00 %	22,00 %	22,00 %	22,00 %	22,00 %	22,00 %
HORRATR		0,62	0,63	0,63	0,58	0,77	0,64
Limite de répétabilité, r (2.77 X sr)	mg/L	0,007	0,004	0,008	0,012	0,008	0,007
Limite de reproductibilité, R (2.77 X sR)	mg/L	0,022	0,011	0,014	0,031	0,041	0,021
Limite rel. de répétabilité		11,90 %	13,75 %	22,38 %	14,14 %	9,16 %	13,23 %
Limite rel. de reproductibilité		37,98 %	38,27 %	38,58 %	35,23 %	47,09 %	38,77 %
Nbre de laboratoires après élimination des valeurs aberrantes		9	8	10	9	9	10
Nbre de mesures sans valeurs aberrantes		17	15	19	18	18	20

Tableau 8 : Di-cyclohexyl Phtalate (DCHP)[6] – Résultats de l'évaluation des données

		S001	S002	S003	S004	S005	S006
--	--	------	------	------	------	------	------

Nbre de laboratoires ayant soumis des résultats conformes		9	8	9	8	8	9
Moyenne	mg/L	0,079	0,042	0,030	0,088	0,046	0,031
Médiane	mg/L	0,076	0,044	0,033	0,091	0,050	0,033
Valeur assignée	mg/L	0,084	0,048	0,038	0,105	0,057	0,036
Valeur d'écart type relatif assignée		-9,5 %	-8,3 %	-13,2 %	-13,3 %	-12,3 %	-8,3 %
ÉT de répétabilité	mg/L	0,005	0,006	0,003	0,005	0,002	0,001
ÉT de reproductibilité	mg/L	0,024	0,008	0,005	0,011	0,011	0,006
ÉT rel. de répétabilité		5,60 %	13,13 %	6,75 %	4,84 %	3,25 %	3,67 %
ÉT rel. de reproductibilité		28,46 %	16,05 %	12,93 %	10,20 %	18,83 %	16,37 %
ÉT Horwitz modifiée**		22,00 %	22,00 %	22,00 %	22,00 %	22,00 %	22,00 %
HORRATR		1,29	0,73	0,59	0,46	0,86	0,74
Limite de répétabilité, r (2.77 X sr)	mg/L	0,013	0,017	0,007	0,014	0,005	0,004
Limite de reproductibilité, R (2.77 X sR)	mg/L	0,066	0,021	0,014	0,030	0,030	0,016

Limite rel. de répétabilité		15,53 %	36,37 %	18,69 %	13,40 %	9,00 %	10,18 %
Limite rel. de reproductibilité		78,83 %	44,46 %	35,82 %	28,24 %	52,15 %	45,35 %
Nbre de laboratoires après élimination des valeurs aberrantes		9	7	8	7	7	8
Nbre de mesures sans valeurs aberrantes		18	14	15	14	14	16

Tableau 9 : Bis (2-ethylhexyl) Phtalate (DEHP)[7] – Résultats de l'évaluation des données

		S001	S002	S003	S004	S005	S006
Nbre de laboratoires ayant soumis des résultats conformes		12	11	12	11	11	12
Moyenne	mg/L	0,101	0,028	0,602	0,150	0,741	1,032
Médiane	mg/L	0,099	0,026	0,654	0,180	0,709	1,115
Valeur assignée	mg/L	0,217	0,046	1,049	0,328	1,569	2,013
Valeur d'écart type relatif assignée		-54,4 %	-43,5 %	-37,7 %	-45,1 %	-54,8 %	-44,6 %
ÉT de répétabilité	mg/L	0,017	0,005	0,206	0,016	0,122	0,266

ÉT de reproductibilité	mg/L	0,019	0,011	0,238	0,063	0,465	0,563
ÉT rel. de répétabilité		7,72 %	11,54 %	19,66 %	4,82 %	7,78 %	13,20 %
ÉT rel. de reproductibilité		8,92 %	24,15 %	22,70 %	19,11 %	29,61 %	27,96 %
ÉT Horwitz modifiée**		20,13 %	22,00 %	15,88 %	18,92 %	14,95 %	14,40 %
HORRATR		0,44	1,10	1,43	1,01	1,98	1,94
Limite de répétabilité, r (2.77 X sr)	mg/L	0,046	0,015	0,571	0,044	0,338	0,736
Limite de reproductibilité, R (2.77 X sR)	mg/L	0,054	0,031	0,660	0,174	1,287	1,559
Limite rel. de répétabilité		21,39 %	31,98 %	54,45 %	13,36 %	21,54 %	36,55 %
Limite rel. de reproductibilité		24,70 %	66,91 %	62,87 %	52,93 %	82,03 %	77,46 %
Nbre de laboratoires après élimination des valeurs aberrantes		10	10	12	9	11	12
Nbre de mesures sans valeurs aberrantes		20	20	23	18	22	24

Tableau 10 : Di-n-octyl Phtalate (DNOP)[8] – Résultats de l'évaluation des données

		S001	S002	S003	S004	S005	S006
Nbre de laboratoires ayant soumis des résultats conformes		11	10	11	10	9	10
Moyenne	mg/L	0,031	0,015	0,051	0,073	0,016	0,026
Médiane	mg/L	0,035	0,015	0,049	0,061	0,019	0,028
Valeur assignée	mg/L	0,086	0,031	0,059	0,114	0,036	0,054
Valeur d'écart type relatif assignée		-59,3 %	-51,6 %	-16,9 %	-46,5 %	-47,2 %	-48,1 %
ÉT de répétabilité	mg/L	0,007	0,003	0,021	0,005	0,004	0,005
ÉT de reproductibilité	mg/L	0,010	0,003	0,023	0,038	0,008	0,011
ÉT rel. de répétabilité		7,84 %	9,25 %	36,33 %	4,51 %	11,18 %	9,23 %
ÉT rel. de reproductibilité		11,50 %	9,33 %	38,90 %	33,40 %	23,32 %	20,10 %
ÉT Horwitz modifiée**		22,00 %	22,00 %	22,00 %	22,00 %	22,00 %	22,00 %
HORRATR		0,52	0,42	1,77	1,52	1,06	0,91
Limite de répétabilité, r (2.77 X sr)	mg/L	0,019	0,008	0,059	0,014	0,011	0,014
Limite de reproductibilité, R (2.77 X sR)	mg/L	0,027	0,008	0,064	0,105	0,023	0,030

Limite rel. de répétabilité		21,73 %	25,61 %	100,62 %	12,50 %	30,97 %	25,56 %
Limite rel. de reproductibilité		31,85 %	25,85 %	107,76 %	92,52 %	64,60 %	55,66 %
Nbre de laboratoires après élimination des valeurs aberrantes		9	8	10	9	7	8
Nbre de mesures sans valeurs aberrantes		18	15	18	16	14	16

Tableau 11 : Di-isononyl Phtalate (DINP)[9] – Résultats de l'évaluation des données

		S001	S002	S003	S004	S005	S006
Nbre de laboratoires ayant soumis des résultats conformes		9	8	10	8	8	9
Moyenne	mg/L	0,027	0,108	1,820	0,059	0,115	0,064
Médiane	mg/L	0,028	0,116	1,497	0,058	0,136	0,051
Valeur assignée	mg/L	0,054	0,242	3,134	0,104	0,271	0,057
Valeur d'écart type relatif assignée		-48,1 %	-52,1 %	-52,2 %	-44,2 %	-49,8 %	-10,5 %
ÉT de répétabilité	mg/L	0,004	0,019	0,520	0,005	0,010	0,003

ÉT de reproductibilité	mg/L	0,006	0,027	1,067	0,019	0,072	0,040
ÉT rel. de répétabilité;		8,14 %	7,84 %	16,60 %	5,17 %	3,83 %	5,51 %
ÉT rel. de reproductibilité		10,27 %	11,18 %	34,06 %	18,41 %	26,60 %	70,59 %
ÉT Horwitz modifiée**		20,00 %	20,00 %	20,00 %	20,00 %	20,00 %	20,00 %
HORRATR		0,51	0,56	1,70	0,92	1,33	3,53
Limite de répétabilité, r (2.77 X sr)	mg/L	0,012	0,053	1,441	0,015	0,029	0,009
Limite de reproductibilité, R (2.77 X sR)	mg/L	0,015	0,075	2,957	0,053	0,200	0,111
Limite rel. de répétabilité		22,55 %	21,71 %	45,99 %	14,32 %	10,61 %	15,27 %
Limite rel. de reproductibilité		28,44 %	30,98 %	94,35 %	50,99 %	73,69 %	195,53 %
Nbre de laboratoires après élimination des valeurs aberrantes		5	6	9	7	6	6
Nbre de mesures sans valeurs aberrantes		10	11	17	13	12	12

Tableau 12 : Di-isodecyl Phtalate (DIDP)[10] – Résultats de l'évaluation des données

		S001	S002	S003	S004	S005	S006
Nbre de laboratoires ayant soumis des résultats conformes		8	7	8	7	7	8
Moyenne	mg/L	0,096	0,103	0,677	0,152	0,186	1,828
Médiane	mg/L	0,102	0,107	0,540	0,152	0,181	1,660
Valeur assignée	mg/L	0,275	0,186	0,200	0,281	0,427	3,070
Valeur d'écart type relatif assignée		-62,9 %	-42,5 %	170,0 %	-45,9 %	-57,6 %	-45,9 %
ÉT de répétabilité	mg/L	0,009	0,018	0,477	0,048	0,027	0,202
ÉT de reproductibilité	mg/L	0,025	0,018	0,505	0,058	0,109	1,676
ÉT rel. de répétabilité		3,42 %	9,61 %	238,49 %	17,11 %	6,27 %	6,57 %
ÉT rel. de reproductibilité		9,11 %	9,61 %	252,34 %	20,51 %	25,43 %	54,59 %
ÉT Horwitz modifiée**		20,00 %	20,00 %	20,38 %	20,00 %	20,00 %	20,00 %
HORRATR		0,46	0,48	12,38	1,03	1,27	2,73
Limite de répétabilité, r (2.77 X sr)	mg/L	0,026	0,050	1,321	0,133	0,074	0,559
Limite de reproductibilité, R (2.77 X sR)	mg/L	0,069	0,050	1,398	0,160	0,301	4,642

Limite rel. de répétabilité		9,46 %	26,62 %	660,61 %	47,40 %	17,37 %	18,21 %
Limite rel. de reproductibilité		25,25 %	26,62 %	698,98 %	56,82 %	70,44 %	151,21 %
Nbre de laboratoires après élimination des valeurs aberrantes		7	5	7	7	7	7
Nbre de mesures sans valeurs aberrantes		14	10	13	14	14	14

6. Références

1. Report on the Method Performance Study of a Method to Determine Phthalates in Wine Determination of Ten Phthalates in Wine by Gas Chromatography Mass Spectrometry (GC-MS), Wenzl Thomas, Karasek Lubomir, Giri Anupam. Publications Office of the European Union 2015 doi :10.2787/666948 (online)
<https://publications.europa.eu/en/publication-detail/-/publication/b3ebef67-f1db-4fb2-97ce-bfc301c8ce68/language-en>

^[1] Méthode de type IV

^[2] Méthode de type II

^[3] Méthode de type II

^[4] Méthode de type II

^[5] Méthode de type II

^[6] Méthode de type II



^[7] Méthode de type IV

^[8] Méthode de type IV

^[9] Méthode de type IV

^[10] Méthode de type IV