

LIGNES DIRECTRICES DE L'OCDE POUR LES ESSAIS DE PRODUITS CHIMIQUES

Résidus dans les cultures en rotation (Études en conditions limitées sur le terrain)

INTRODUCTION

1. Les cultures en rotation sont définies comme toute culture en champ ou aquatique susceptible d'être produite après la récolte d'une culture primaire traitée par un pesticide (ou dans certains cas par une nouvelle plantation après échec de la culture primaire traitée par un pesticide). Des études en conditions limitées sur le terrain pour les résidus dans les cultures en rotation sont généralement menées lorsque le résultat de l'étude sur le métabolisme dans les cultures en rotation (voir Ligne directrice de l'OCDE 502 Métabolisme dans les cultures en rotation) (1) indiquent une accumulation significative de résidus dans les produits destinés à l'alimentation humaine ou animale, consécutive à une absorption dans le sol. Les documents « Guidance Document on Overview of Residue Chemistry Studies » de l'OCDE (2) et « Guidance Document on Definition of the Residue » de l'OCDE (3) ont pour objectif d'orienter la conduite de l'étude et la sélection des composants du résidu, s'ils existent, susceptibles de nécessiter une analyse.

OBJECTIF

2. Les études sur les résidus dans les cultures en rotation (études en conditions limitées sur le terrain) visent à déterminer la quantité de résidus de pesticide susceptibles de s'être accumulés dans des cultures alternées, à la suite de leur absorption dans le sol, dans le contexte de pratiques agricoles réalistes. Ces données peuvent servir à établir des restrictions sur la rotation des cultures, par exemple en termes de durée entre l'application et la date de plantation des cultures alternées, en fonction de l'accumulation des résidus, à recueillir des informations permettant d'estimer l'importance générale des résidus à des fins d'évaluation des risques alimentaires et à décider dans quelle mesure il est nécessaire d'établir des limites maximales de résidus dans les cultures alternées.

CONSIDÉRATIONS SUR L'ÉTUDE ET PARAMÈTRES D'ESSAI

Conception de l'étude

3. L'étude emploie un produit final typique appliqué sur une parcelle de champ, sur laquelle sont ensuite cultivées des cultures alternées afin d'évaluer la quantité de résidu de pesticide absorbé dans les cultures alternées dans des conditions de terrain réel. Par sa conception, l'étude doit s'efforcer, en matière de choix des sites d'essai, des doses et des dates d'application du pesticide et de calendrier et de type de formulation, de culture primaire, le cas échéant, de cultures alternées et de dates de replantation et de pratiques agricoles typiques, de correspondre à des situations dans lesquelles l'absorption potentielle de résidus de pesticide présents dans le sol par les cultures alternées est la plus élevée, pour des motifs de mode d'application, de type et de température du sol, de persistance du pesticide ou d'autres raisons environnementales ou culturelles.

Cultures

4. Il n'est habituellement pas nécessaire de mener des études sur les résidus dans les cultures en rotation (études en conditions limitées sur le terrain) pour les pesticides utilisés sur des cultures permanentes ou semi-permanentes qui comprennent, mais pas uniquement, les produits ou les groupes de plantes suivants : asperge, avocat, banane, groupe des baies, groupe des agrumes, noix de coco, canneberge, datte, figue, ginseng, artichaut, raisin, goyave, kiwi, mangue, champignons, olives, papaye, fruit de la passion, ananas, plantain, groupe des fruits à pépins, rhubarbe, groupe des fruits à noyau, groupe des fruits à coque.

5. Dans le cas d'une application du pesticide à une culture primaire de riz paddy, un autre modèle d'étude, par exemple un modèle de vieillissement du pesticide dans des conditions de rizière avant l'alternance avec des plantes de champ, est parfois nécessaire (4).

Sites d'essai

6. Les études en conditions limitées sur le terrain doivent être menées dans deux régions géographiques différentes, représentant des zones de culture ou de production dans lesquelles le pesticide doit être principalement utilisé. Si la culture primaire n'est cultivée que dans une région géographique limitée, les essais sont menés dans deux sites d'essai différents dans cette région. Le sol de l'un des sites d'essai doit être un sol de limon sableux. Toutefois, si les instructions portées sur l'étiquette du pesticide limitent son utilisation à un seul type de sol, qui n'est pas le limon sableux, l'étude doit alors être menée avec le type de sol indiqué sur l'étiquette. Lorsqu'une étude sur culture alternée est nécessaire après une culture de riz paddy, il conviendra de choisir le type de sol (par exemple argile ou limon argileux) et les sites d'essai appropriés.

7. Des lots témoins non traités doivent également être inclus pour chaque site d'essai. Il est alors préférable d'utiliser des sites dans lesquels la substance d'essai n'a jamais été appliquée.

Application du pesticide

8. En chaque site, les essais doivent permettre d'analyser les résidus susceptibles d'être retrouvés dans les cultures alternées représentatives. Pour respecter au mieux la pratique agricole relative aux cultures alternées, il peut être intéressant de cultiver une plante primaire traitée avant la récolte et la plantation d'une nouvelle culture alternée. Si ce n'est pas le cas, le pesticide est appliqué au sol nu avant plantation des cultures alternées. Après traitement, le pesticide est vieilli dans le sol dans des conditions appropriées pendant une durée proche de celle correspondant à la pratique agricole prévue ; si le riz paddy est la culture primaire principale, il peut s'agir de conditions immergées.

9. Le pesticide doit être appliqué (sur la culture primaire ou le sol nu, quel qu'ait été le choix argumenté) par le procédé indiqué dans les directives d'utilisation spécifiées sur l'étiquette du pesticide, ou l'étiquette proposée, à la dose maximale indiquée et au nombre maximal d'applications. Dans le cas d'une application à une culture primaire, les plantes doivent être entretenues et récoltées en suivant les pratiques agronomiques habituelles.

10. La substance d'essai doit être une formulation typique. Quand plusieurs types de formulations sont homologuées, il convient d'examiner plusieurs facteurs pour déterminer quel(s) type(s) utiliser pour traduire l'option raisonnable la plus défavorable. Lorsque la dose d'application d'une formulation est sensiblement plus élevée que celle des autres, elle sera choisie pour être appliquée aux parcelles qui recevront les cultures alternées. Si toutes les formulations correspondent à des doses d'application similaires, mais que l'une d'entre elles est préparée de sorte que sa demi-vie dans l'environnement soit plus

longue, par exemple sous forme d'un produit à libération contrôlée, elle sera choisie comme substance d'essai.

11. Pour des raisons pratiques, il est parfois préférable d'appliquer la dose saisonnière maximale en une seule application plutôt que de la fragmenter en un nombre d'applications conforme à l'étiquette du pesticide. Cette option est acceptable sous réserve que l'exposition prévue aux résidus présents dans le sol susceptibles d'affecter l'impact des résidus dans les cultures alternées ait peu de chances d'en être modifié. Dans tous les cas, il faut utiliser la dose d'application saisonnière maximale.

Cultures alternées de l'essai

12. Sur chaque site d'essai, trois plantes représentatives impliquées dans les rotations et correspondant à la pratique agricole doivent être testées pour déterminer les niveaux d'absorption des résidus. Elles seront choisies dans chacun des trois ensembles de plantes suivants : légumes racines et tubercules ; légumes à feuilles ; et petits grains, par exemple, blé, orge. Il est parfois nécessaire d'inclure un autre groupe de plantes représentatives lorsqu'une culture importante dans la rotation n'est pas représentée par ces ensembles de plantes. Par exemple, aux Etats-Unis, les sojas sont des cultures alternées majeures et représentent les groupes de plantes oléagineuses et légumineuses. Des sites d'essai seront ajoutés s'il n'est pas possible de cultiver les trois plantes représentatives des groupes sur le même site pour des raisons climatiques ou d'autres raisons d'ordre agricole.

Calendrier de plantation alternée des cultures en rotation

13. L'étude en conditions limitées sur le terrain exige l'utilisation de trois intervalles de rotation. Les cultures alternées doivent être plantées après écoulement d'un délai de rotation minimal prévisible dans le cadre de la pratique agricole, par exemple 7 à 30 jours pour l'évaluation des circonstances d'un échec de la culture ou pour les cultures à rotation courte et 270 à 365 jours pour une rotation des cultures l'année suivante. Il est possible d'ajouter un intervalle de rotation supplémentaire correspondant à l'utilisation agricole prévue du pesticide, et représentatif d'un délai de récolte habituelle (par exemple 60 à 270 jours). Il convient d'étudier les cultures alternées, en particulier dans le cadre de l'exploitation maraîchère, en procédant aux rotations les plus courtes. Le demandeur doit justifier le choix d'un nombre d'intervalles de rotation inférieur à trois.

14. Dans les cas où l'application du pesticide (par exemple certains herbicides) se traduit par une phytotoxicité excessive pour des cultures en rotation de 7-30 jours, il convient d'étudier une autre séquence temporelle pour le premier intervalle de rotation. Les informations en matière de restrictions sur la plantation imposées par la phytotoxicité doivent être communiquées.

Entretien de l'essai

15. Les cultures d'essai doivent être entretenues conformément à la pratique agricole habituelle. Il convient d'éviter l'utilisation de traitements pesticides susceptible d'interférer avec l'analyse des composants destinés à définir le résidu de l'étude sur cultures alternées. Toute anomalie relative au travail de la terre, au prélèvement des échantillons, etc. doit être justifié en termes de pratique agricole.

Prélèvement des échantillons

16. Toutes les parties de plantes définies comme des produits agricoles bruts (PAB), y compris les feuilles des légumes racines et tubercules, doivent être analysées. (L'annexe 3 du Guidance Document on Overview of Residue Chemistry Studies de l'OCDE (2) donne une liste des PAB à analyser pour des plantes spécifiques). L'analyse des résidus dans les PAB portera sur ceux qui sont pertinents dans les cultures alternées, et qui ont été proposés après analyse critique de la nature et des teneurs en résidus dans

l'étude sur le métabolisme dans les cultures en rotation, et en tenant compte de la définition du résidu approprié aux cultures alternées.

17. Il convient d'utiliser des procédés de prélèvement d'échantillons reconnus pour les essais supervisés sur le terrain (se référer au Manuel 2002 de la FAO, Annexes V et VI pour les procédés de prélèvement d'échantillons et les parties des produits qui s'appliquent aux échantillons prélevés dans les essais sur le terrain de cultures en rotation) (5).

18. Les résidus doivent être analysés dans les PAB, qu'il s'agisse de produits directement consommés par l'homme ou ingérés dans l'alimentation par les animaux d'élevage. Il est possible de récolter certaines plantes avant maturité pour la consommation (par exemple les jeunes pousses d'épinards et la salade) et dans ce cas, des échantillons immatures et matures sont prélevés dans les essais.

19. Le prélèvement de sol pour l'analyse des résidus de pesticide n'est pas exigé, mais le demandeur pourra y procéder s'il le juge nécessaire.

Analyse des échantillons

20. Chaque résidu de pesticide dans les produits concernés des cultures alternées doit être analysé par des méthodes qui lui sont propres et qui respectent les critères acceptables s'appliquant aux procédés analytiques pour les essais de résidu. Il faut procéder simultanément à l'analyse d'échantillons enrichis et des échantillons de cultures alternées pour valider la méthode, mais sans corriger les mesures pour tenir compte de la récupération. Les limites de quantification (LQ) requises pour les cultures alternées doivent être comparables à celles des cultures primaires et se situent généralement dans l'intervalle de 0.01 à 0.05 mg/kg ou moins. Les méthodes analytiques standardisées et validées doivent être accompagnées de leurs références. Les autres méthodes doivent être présentées sous forme d'études séparées.

Stabilité durant l'entreposage

21. Les résidus doivent être analysés dans les 30 jours suivant la récolte (et conservés congelés à une température inférieure à -18 °C avant l'analyse). Dans le cas d'un entreposage plus long, il conviendra de fournir des données appropriées sur la stabilité durant l'entreposage en congélateur pour justifier la longueur de l'entreposage des échantillons de résidus et démontrer qu'aucune dégradation significative des résidus d'intérêt n'a eu lieu entre le prélèvement et l'analyse. On prendra tout particulièrement soin de s'assurer de l'inclusion de tous les analytes d'intérêt de l'étude de terrain sur cultures en rotation dans les données de stabilité durant l'entreposage. Les études de stabilité durant l'entreposage doivent non seulement intégrer les résidus totaux, mais également, dans la mesure du possible, des analyses séparées de tous les composants de la définition du résidu.

RAPPORT DES DONNEES

Données

22. Les éléments suivants doivent entrer dans la conception, la conduite et le rapport de l'étude.

Résumé/Introduction

- (i) Nom chimique et formulation du pesticide et méthode d'application à la culture primaire, c'est-à-dire, traitée, ou au sol nu. Ce chapitre doit comprendre les structures des pesticides et des métabolites.

- (ii) Entretien des parcelles traitées.
- (iii) Informations suivantes sous forme descriptive ou tabulaire, sous un titre approprié :
 1. Nombre de jours entre le traitement et la plantation des cultures alternées.
 2. Age de la plante en jours à chaque date de prélèvement, par exemple, au stade de fourrage, de foin et de graines.
 3. Résidus totaux (mg/kg). Si la méthode détermine ces résultats séparément pour le composé initial et tous les métabolites d'intérêt, ils devront être reportés séparément.
- (iv) Dans le cas où les cultures alternées absorbent des résidus contenus dans le sol, l'importance des résidus absorbés, les intervalles de rotation auxquels ils sont absorbés par les cultures alternées, notamment dans quelles fractions de plantes et en quelles quantités, doivent faire l'objet d'une discussion, et, dans la mesure du possible, les intervalles auxquels aucune absorption quantifiable de résidus n'est escomptée seront également déterminés.
- (v) Signalement de tous les problèmes survenus, par exemple difficultés techniques ou conditions météorologiques inhabituelles, à l'origine d'écarts nécessaires par rapport au protocole d'essai prévu, et description des effets de ces écarts sur les résultats de l'étude.

Matériels et Méthodes

Ce chapitre se présente sous forme d'une description des éléments suivants dans l'ordre donné et doit contenir tous les détails concernant les substances, l'équipement, le modèle expérimental, les parcelles de terrain et les protocoles utilisés dans la conduite de l'étude. Il est conseillé au demandeur d'incorporer des dessins et des photographies des parcelles, de l'équipement et des différentes phases de l'étude.

a) Substance d'essai

- (i) Nom chimique, nom commun (ANSI, BSI, ISO) (s'ils existent), nom ou numéro utilisé pour le développement ou l'expérimentation par la compagnie ; et nom et numéro Chemical Abstracts Service (CAS) et nom chimique IUPAC et structure chimique. La source et la pureté du composé doivent être précisés.
- (ii) Ingrédient actif et type de formulation, notamment pourcentage pondéral de l'ingrédient actif, et, pour les formulations liquides, poids de l'ingrédient actif par unité de mesure du liquide.

b) Sites d'essai

- (i) Carte des parcelles d'essai, précisant leur localisation, leur topographie et leurs dimensions, et la localisation et la dimension des parcelles témoins par rapport aux parcelles d'essai, ainsi que les caractéristiques du sol, en particulier pourcentage de sable, de limon, d'argile et de matières organiques, pH, capacité de rétention d'eau.
- (ii) Enregistrement détaillé de la température et des précipitations quotidiennes pendant toute l'étude et comparaison aux moyennes de températures et de précipitations sur le site d'essai. Remise en perspective des températures et des précipitations enregistrées dans le contexte des valeurs historiques moyennes, pendant la période d'étude des résidus. Description de toutes les anomalies météorologiques survenues pendant la conduite de l'étude.

c) Cultures

- (i) Historique des cultures et de l'utilisation du pesticide sur la parcelle pendant la période de 3 ans précédant l'étude.
- (ii) Date et technique de préparation de la parcelle avant l'application du pesticide.
- (iii) Identité de la culture primaire, c'est-à-dire traitée ; description du mode et de la date de plantation de la culture primaire ; description du mode et de la date d'application du pesticide sujet ; conditions météorologiques, à savoir température, précipitations, vitesse et direction du vent, et conditions sur le terrain au moment de l'application ; formulation du pesticide appliqué et adjuvants ou autres composés ajoutés au mélange de pulvérisation ou d'application ; doses et techniques d'application. Une description similaire est demandée pour chaque application supplémentaire du pesticide sujet. Indiquer la quantité de pesticide appliquée et la comparer aux doses d'utilisation habituelles et signaler les différences entre la technique d'application utilisée et les recommandations portées sur l'étiquette.
- (iv) Dates de plantation et de récolte des cultures primaires et alternées. Description de toutes les mesures d'entretien de la culture appliquées après le traitement, par exemple utilisation d'engrais et d'autres pesticides, irrigation, s'il y a lieu, notamment quantité et source ; labour, désherbage, etc. La quantité totale de précipitations et d'eau d'irrigation cumulée depuis de l'application jusqu'à la récolte sera mentionnée.
- (v) Dates de prélèvement des échantillons, stade de développement végétal au moment du prélèvement et techniques de prélèvement pour les PAB de cultures primaires, et le cas échéant, de cultures secondaires, c'est-à-dire alternées.
- (vi) Identification de toutes les fractions végétales analysées dans l'étude, par exemple grains, fourrage, foin et paille dans le cas des petits grains, et racines et parties aériennes (feuilles) dans le cas des plantes racines, avec la mention des poids de chaque échantillon prélevé pour l'analyse.

d) Méthodes d'essai**(i) Généralités**

1. Date de récolte de la culture traitée. Description du traitement de la parcelle après récolte en vue de préparer la plantation des cultures alternées.
2. Identité des cultures alternées plantées dans l'étude, description du protocole utilisé pour planter les cultures alternées, et nombre de jours séparant la plantation des cultures et le traitement par le pesticide. Description de tous les modes opératoires visant à l'entretien des cultures alternées comme à celui de la culture traitée, méthode de prélèvement d'échantillons et de récolte et nombre d'échantillons et de répétitions.
3. Description des manipulations de l'échantillon entre son prélèvement et son analyse. Les informations concernent la préparation de l'échantillon (par exemple, hachage) avant l'entreposage, les récipients, la durée écoulée entre prélèvement et entreposage, la température et la durée de l'entreposage (dates de collecte, de transport, d'analyses, etc.) ; le mode de transport, s'il y a lieu, et le protocole de décongélation.

(ii) Méthode analytique

1. Description détaillée des méthodes ou références pour les méthodes déjà soumises, y compris les données de validation de la méthode et les données de récupération et de sensibilité de la méthode. La préparation et la manipulation des échantillons pendant toute la mise en œuvre de la méthode feront l'objet d'une description détaillée. Des méthodes concernant les métabolites sont parfois également nécessaires. Parallèlement aux analyses de résidus, il convient de recueillir des données sur la récupération afin de valider la méthode et de déterminer sa sensibilité (limite inférieure de quantification fiable). La description du modèle expérimental de ces études de validation doit être jointe, et elle comportera : (a) l'identité des composés d'essai et des substrats végétaux, (b) les concentrations utilisées pour l'enrichissement, (c) le nombre de répétitions par composé d'essai par concentration.
2. Les dates d'enrichissement des échantillons, d'extraction et d'analyses des extraits sont indiquées. Si les extraits ne sont pas analysés le jour de la préparation, les conditions d'entreposage doivent être décrites.
3. Les données brutes telles que poids des échantillons, les volumes finaux des extraits et surfaces et hauteurs de pic relatives aux échantillons témoins, enrichis (y compris ceux destinés à l'obtention de données de stabilité durant l'entreposage) et traités, qui permettront de confirmer les valeurs et les récupérations de résidus enregistrés, seront communiquées.
4. Il faut identifier les instruments, en particulier l'équipement et les réactifs utilisés et les conditions de fonctionnement des instruments. Un diagramme de procédé doit être soumis pour les protocoles d'extraction et de purification complexes.
5. Il faut adjoindre des copies des chromatogrammes représentatifs pour les échantillons témoins, enrichis et traités de chaque matrice végétale, assortis de quelques exemples de calculs de concentrations de résidus et de pourcentages de récupération à partir des données brutes. Des exemples de courbes d'étalonnage basées sur les étalons analytiques doivent également être proposés.

Résultats et Discussion

Ce chapitre rassemble les résultats scientifiques de l'étude et analyse leur pertinence relativement aux utilisations proposées du produit phytosanitaire. Il contient, par exemple, les éléments suivants :

1. Description rédigée et sous forme de tableaux des étapes mises en œuvre pour déterminer les résidus de pesticide dans les échantillons de plantes. Les tableaux des valeurs réelles ayant servi à tracer les graphes doivent être joints à toutes les représentations graphiques des données.
2. Tableau des structures et des noms chimiques ou désignations du composé initial et des métabolites.
3. Concentrations des résidus (sans correction par rapport à la récupération) pour chaque composant de plante et chaque intervalle de rotation (notamment dans les échantillons témoins (non traités)). Des valeurs individuelles doivent caractériser chaque échantillon (et non de simples moyennes ou intervalles). La mesure séparée du pesticide initial et de ses métabolites impliquera l'indication des résidus dans chacun d'entre eux. Les pourcentages de récupération (toutes les valeurs et non simplement les moyennes ou les intervalles) du

pesticide et/ou de ses métabolites doivent être présentés pour toutes les matrices végétales étudiées.

4. Tout échantillon qui n'est pas analysé dans les 30 jours suivant sa collecte doit être accompagné de données démontrant que l'entreposage n'a pas affecté les résultats de l'étude. Les dates de collecte, de congélation, de décongélation et d'analyse des échantillons sont demandées. Les durées et températures d'entreposage de ces échantillons doivent être mentionnées. Il est possible de renvoyer aux données de stabilité durant l'entreposage issues d'autres études et qui définissent le comportement des résidus en fonction du temps dans les composants végétaux concernés.
5. Discussion sur la cohérence des résultats indiqués par les données avec l'étude sur le métabolisme dans les cultures alternées.
6. Description des divergences par rapport au protocole d'essai prévu et de leurs effets sur les résultats.

Conclusion

Il est indispensable de dégager une conclusion sur l'éventualité d'obtenir des résidus quantifiables après utilisation du pesticide aux doses saisonnières maximales et aux dates d'application prévues. L'observation de quantités de résidus supérieures aux limites de quantification dans les matrices de plantes de cultures en rotation doit faire l'objet d'un résumé, de préférence sous forme d'un tableau, présentant les intervalles ou les valeurs maximales de résidus pour chaque échantillon végétal. La discussion mentionnera l'importance de l'absorption des résidus, les intervalles de rotation auxquels les résidus sont absorbés par les cultures alternées, en particulier dans quelles fractions de la plante et à quelles teneurs, et l'intervalle dans lequel on peut escompter l'absence d'absorption de résidus quantifiables par les cultures alternées.

Rapport d'étude

23. Le rapport d'étude doit contenir les informations suivantes :
 - Identification de l'ingrédient actif du pesticide d'essai, en particulier nom chimique, nom courant (American National Standards Institute (ANSI), British Standards Institution (BSI), ou International Standards Organization (ISO) ; nom utilisé par la compagnie pour le développement ou l'expérimentation ; et nom et numéro Chemical Abstracts Service (CAS) et nom chimique IUPAC.
 - Justification du choix de la ou des formulations utilisées dans l'étude.
 - Arguments légitimant le choix des sites d'essai, de la culture primaire (le cas échéant), et des cultures alternées.
 - Description et caractéristiques du sol (% sable, % limon, % argile, % matières organiques, pH, capacité d'échange de cations et capacité de rétention d'eau) pour chaque site d'essai.
 - Relevé des températures et description des conditions climatiques générales sur chaque site d'essai pendant la durée de l'étude.
 - Carte des parcelles d'essai indiquant leur localisation, leur topographie et leurs dimensions, et la localisation et la dimension des parcelles témoins par rapport aux parcelles d'essai.

- Dose d'application, méthode d'application au sol ou à la culture primaire, nombre et date des applications.
- Intervalles de rotation et justification de leur choix.
- Description de tous les protocoles de plantations, d'entretien et de récolte de la culture primaire (le cas échéant), et des cultures alternées, en particulier irrigation, application de fertilisants et d'autres produits chimiques d'entretien.
- Dates de prélèvement des échantillons (âge des plantes en jours) des PAB de cultures alternées ; stades de développement végétal à chaque prélèvement, par exemple fourrage, foin et grains et nombre d'échantillons et de répétitions.
- Argumentation du choix des analytes déterminés dans l'étude tenant compte les résultats de l'étude sur le métabolisme dans les cultures alternées.
- Détails précis sur les méthodes analytiques, en particulier sur les instruments, l'équipement et les réactifs utilisés ainsi que sur les conditions de fonctionnement des instruments.
- Description de la préparation et de la manipulation des échantillons sur l'ensemble de la méthode. Des diagrammes des protocoles d'extraction et de purification doivent être joints pour les méthodes complexes.
- Données analytiques caractérisant les résidus d'intérêt dans chaque matrice végétale. Données brutes telles que poids des échantillons, volumes finaux des extraits et surfaces et hauteurs de pic relatives aux échantillons témoins, enrichis (y compris ceux destinés à l'obtention de données de stabilité durant l'entreposage) et traités, qui permettront de confirmer les valeurs et les récupérations de résidus enregistrés.
- Réponses analytiques des étalons (courbes d'étalonnage).
- Données de validation de la méthode, données de récupération et de sensibilité de la méthode.
- Copies des chromatogrammes représentatifs pour les échantillons témoins, enrichis et traités de chaque matrice végétale.
- Dates d'enrichissement des échantillons, d'extraction et d'analyses des extraits. Si les extraits ne sont pas analysés le jour de la préparation, les conditions d'entreposage doivent être décrites.
- Données de stabilité en congélation (le cas échéant).
- Résumé des données sur les résidus (tous les analytes) dans les cultures alternées aux différents intervalles de rotation.
- Discussion sur l'importance des résidus absorbés, les intervalles de rotation auxquels ils sont absorbés par les cultures alternées, notamment dans quelles fractions de plantes et en quelles quantités, ainsi que les intervalles auxquels aucune absorption quantifiable de résidus n'est prévue.
- Conclusion sur l'éventualité d'obtenir des résidus quantifiables après utilisation du pesticide aux doses saisonnières maximales et aux dates d'application prévues. L'observation de quantités de

résidus supérieures aux limites de quantification dans les matrices de cultures alternées doit faire l'objet d'un résumé, de préférence sous forme d'un tableau, présentant les intervalles ou les valeurs maximales de résidus pour chaque échantillon végétal.

LITTERATURE

- (1) Lignes directrices de l'OCDE pour les essais de produits chimiques. Ligne directrice de l'OCDE 502 : Métabolisme dans les cultures en rotation.
- (2) OECD Guidance Document on Overview of Residue Chemistry Studies (2006)
- (3) OECD Guidance Document on the Definition of Residue (2006)
- (4) Japan Ministry of Agriculture, Forestry, and Fishing (MAFF) (2000), Data Requirements for Supporting Registration of Pesticides, 3-2-2, Studies of residues in succeeding crops. Notification No. 12-Nouan-8147, 24 November, 2000.
- (5) Food and Agricultural Organization of the United Nations (FAO) (2002). Submission and evaluation of pesticide residues data for the estimation of maximum residue levels in food and feed. Rome.
- (6) U.S. Environmental Protection Agency (1996). OPPTS Harmonized Test Guideline 860.1850. Confined Accumulation in Rotational Crops. EPA Report No. 712-C-96-188, August 1996.
- (7) U.S. Environmental Protection Agency (1996). OPPTS Harmonized Test Guideline 860.1900. Field Accumulation in Rotational Crops. EPA Report No. 712-C-96-189, August 1996.
- (8) U.S. Environmental Protection Agency (1996). OPPTS Harmonized Test Guidelines OPPTS 860.1300. Nature of the Residue – Plants, Livestock. EPA Report No. 712-C-96-172, August 1996.
- (9) Canada. Agence de réglementation de la lutte antiparasitaire. Ligne directrice sur les caractéristiques chimiques des résidus de l'AMIFAC 98-02.
- (10) European Commission. (1997). Appendix C – Testing of plant protection products in rotational crops. Document 7524/VI/95 rev. 2, 22/7/97, Directorate General for Agriculture VI B II-1. http://ec.europa.eu/food/plant/protection/resources/publications_en.htm
- (11) Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture (FAO) (1986). Directives sur les essais de pesticides pour l'obtention de données applicables aux fins d'homologation de pesticides et d'établissement de limites maximales de résidus – Etude de marquage radioactif (études de métabolisme), Rome.