

LIGNE DIRECTRICE DE L'OCDE POUR LES ESSAIS DE PRODUITS CHIMIQUES

Essais au champ de plantes cultivées

OBJET

1. Les essais au champ de plantes cultivées (aussi appelés essais contrôlés en champ) ont pour objet de déterminer la quantité de résidus de pesticides présents sur ou dans les produits agricoles bruts, y compris dans les aliments pour animaux. Ils doivent pouvoir mettre en évidence les modes d'utilisation des pesticides qui conduisent à la teneur en résidus maximale. Les essais au champ visent à (1) quantifier la teneur en résidu(s) à laquelle s'attendre après un traitement conforme aux bonnes pratiques agricoles (BPA) en vigueur ou proposées ; (2) déterminer, le cas échéant, le taux de dissipation du ou des résidus de produits phytosanitaires dans les cultures considérées ; (3) déterminer des paramètres telles que la valeur médiane des résidus en essais contrôlés (MREC) ou la valeur de résidu la plus élevée, afin d'évaluer les risques alimentaires ; enfin, (4) en déduire les limites maximales de résidus (LMR). Les essais au champ de plantes cultivées peuvent également servir à choisir des définitions de résidu, grâce aux informations qu'ils fournissent sur les quantités relatives et absolues du pesticide initial et de ses métabolites.

2. Les expressions « essais au champ de plantes cultivées » et « essais contrôlés en champ » sont considérées ici comme synonymes. La première sera privilégiée dans la suite de ce document. Outre l'étude des résidus présents dans les plantes cultivées en champ (c'est-à-dire en extérieur), la présente ligne directrice traite de l'évaluation des résidus dans les plantes cultivées en serre (sous plastique ou sous verre) et dans celles traitées après récolte (céréales stockées, traitements à la cire ou antiparasitaires des fruits).

3. La présente ligne directrice propose une méthode harmonisée pour la conduite des essais au champ de plantes cultivées et l'établissement de rapports sur ces essais dans les pays de l'OCDE. Avec le document d'orientation de l'OCDE sur les études consacrées à la chimie des résidus (*OECD Guidance Document on Overview of Residue Chemistry Studies*), elle permet d'obtenir un ensemble complet de données sur les essais au champ concernant l'usage des pesticides sur les cultures, pour soumission à tous les pays de l'OCDE.

GÉNÉRALITÉS

4. Dans le cadre de cette ligne directrice, un ensemble complet de données correspond au nombre d'essais au champ conformes aux bonnes pratiques agricoles critiques (BPAC) nécessaire pour calculer une LMR adéquate et définir un nouvel usage des pesticides sur une culture. Un ensemble restreint de données correspond quant à lui à un nombre réduit d'essais au champ conformes aux BPAC et pouvant permettre d'obtenir une homologation nouvelle ou modifiée, ou de définir la LMR d'un produit phytosanitaire pour une culture spécifique. Un ensemble restreint de données peut suffire lorsqu'on ne prévoit pas une concentration de résidus égale ou supérieure à la limite de quantification (LQ). Cela peut arriver lorsque les délais avant récolte (DAR) sont très longs, ou en cas d'utilisation d'un produit phytosanitaire en traitement de semences, de prélevée ou de préplantation, par exemple.

© OCDE, (2009).

L'OCDE autorise l'utilisation de ce contenu pour usage personnel, dans un but non commercial sans autorisation préalable, sous réserve de mention de la source. Toute utilisation à but commercial doit faire l'objet d'une autorisation écrite préalable de l'OCDE.

La présente ligne directrice donne des orientations pour déterminer si le calcul des LMR nécessite un ensemble complet de données ou si un ensemble de données restreint suffit.

5. Les études complémentaires constituent un outil essentiel pour l'approche harmonisée des changements de formulation, des nouvelles formulations et des différentes méthodes d'application. Une étude complémentaire comprend normalement la comparaison de différentes formulations ou méthodes d'application à des fins d'extrapolation des données, mais peut ou non comporter des études comparatives côte à côte. Si des études complémentaires sont jugées nécessaires et qu'un pesticide est utilisé sur un grand nombre de plantes cultivées, les données sont obtenues pour au moins 3 grands groupes de cultures (une plante par groupe), par exemple une plante feuillue, une racine, un fruit d'arbre, une céréale et un oléagineux. Les études portent sur des cultures dont on s'attend à ce qu'elles présentent des concentrations élevées de résidus (souvent celles qui sont traitées pendant la récolte, peu avant ou peu après). Si une étude complémentaire est menée et que les niveaux de résidus sont nettement plus élevés avec une formulation nouvelle ou une méthode d'application différente, par exemple, il peut y avoir lieu de rassembler un ensemble de données complet.

6. Dans le cas particulier d'une soumission complète concernant une combinaison culture/pesticide destinée à tous les pays de l'OCDE dans lesquels tous les essais au champ sont réalisés selon les mêmes BPAc, le nombre total d'essais (c'est-à-dire de la somme de tous les essais requis par pays ou par région) peut être réduit de 40 % si tous les essais au champ sont soumis pour évaluation et si les niveaux de résidus sont cohérents au sein de l'ensemble de données. Cela fournira une base homogène pour l'évaluation de l'exposition à des fins d'homologation et de fixation des LMR dans tous les pays de l'OCDE. Cette possibilité de réduction du nombre d'essais au champ permettra à toutes les autorités réglementaires de l'OCDE d'acquérir l'expérience nécessaire pour spécifier des critères plus larges pour un ensemble unique et international de données sur les essais au champ de plantes cultivées.

7. Les données sur les résidus s'appuyant sur une seule campagne sont considérées comme suffisantes dès lors que les essais au champ se déroulent dans une zone de production assez étendue pour rendre compte de la diversité des conditions climatiques.

8. Dans les cas de hausse ou d'une baisse allant jusqu'à 25 % du taux d'application de l'ingrédient actif, du nombre d'applications ou du DAR, toutes conditions étant égales par ailleurs, les données sur les résidus peuvent être considérées comme comparables. Lorsque les données de différents essais au champ sont combinées pour obtenir un ensemble de données complet sur une culture donnée, cette « règle des 25 % » peut être appliquée à n'importe quelle composante des BPA critiques (BPAc). Elle ne pourra cependant pas être appliquée à plus d'une composante à la fois des BPAc énumérées ici.

9. La présente ligne directrice pour les essais au champ de plantes cultivées exige un échantillon provenant de parcelles traitées à chaque intervalle d'échantillonnage pour les cultures qui font l'objet de 8 essais ou plus. Quand le nombre d'essais est inférieur ou égal à 7, certains pays de l'OCDE imposent l'analyse de deux échantillons recueillis indépendamment. Voir le paragraphe 62 pour plus de précisions.

CARACTÉRISTIQUES DES PARCELLES ET DES CULTURES

Taille des parcelles

10. La taille des parcelles peut varier d'une culture à l'autre. Elle est néanmoins être assez grande pour permettre d'appliquer la substance d'essai d'une manière qui reflète ou simule son

utilisation routinière, et d'obtenir suffisamment d'échantillon(s) représentatif(s) sans biais, soit généralement au moins 10 m² pour les cultures en lignes et 4 arbres pour les vergers ou 8 plants de vignes pour la viticulture. Les parcelles sont aussi assez grandes pour éviter toute contamination durant l'échantillonnage mécanique ou la récolte s'il y a lieu. Les parcelles témoins (non traitées) se situent à proximité immédiate de la ou des parcelles traitées, de façon à ce que leur mise en culture se déroule dans des conditions similaires/identiques. Lorsque les parcelles traitées et les parcelles témoins sont très proches, il convient de prendre des mesures pour éviter toute contamination (par exemple en couvrant ou en protégeant les cultures si nécessaire.). Il importe également de s'assurer que les parcelles sont correctement isolées ou séparées. Il n'existe pas de distance minimale assurant une séparation suffisante entre parcelles, néanmoins le vent dominant, la déclivité et la distance entre parcelles sont autant de facteurs à prendre en considération avant la conception d'essais au champ.

11. Les traitements après récolte sur des produits stockés tels que les pommes de terre, les céréales ou les semences sont souvent effectués dans des lieux de stockage multiples aux conditions ambiantes variables en termes de température, d'humidité, d'aération, etc. Des informations sont disponibles sur les pratiques d'utilisation et sur l'ensemble des conditions dans lesquelles les produits traités sont conservés. Les conditions de stockage des produits agricoles pendant l'application des pesticides peuvent varier, allant d'un empilement en sacs à des systèmes automatisés de silos à grande échelle ou de traitement des fruits, en passant par un entreposage en boîtes ou un simple amoncellement en tas.

Variété végétale

12. La variété végétale est susceptible d'influer sur l'absorption de l'ingrédient actif et les capacités métaboliques. Les essais sur les résidus doivent permettre de déterminer quelles variétés végétales utiliser. Un ensemble d'essais sur les résidus devra tenir compte des différentes variétés végétales importantes sur le plan commercial (par exemple raisin de table et raisin de cuve), des variations saisonnières (par exemple blé d'hiver et blé de printemps), de la période de végétation des différentes variétés, des différentes périodes de maturation (par exemple variétés de fruit à maturation précoce ou tardive) et des variantes morphologiques (par exemple tomates-cerises). On disposera ainsi d'un ensemble de conditions d'utilisation représentatif des situations agricoles réelles.

Entretien des cultures et pratiques horticoles

13. Les essais devront être menés dans les régions où la plante est surtout cultivée à des fins commerciales et devront refléter les principaux types d'entretien des cultures et de pratique agricole, en particulier ceux pouvant avoir un impact significatif sur les résidus (par exemple, bananes ensachées ou non, irrigation par rigoles d'infiltration et irrigation par aspersion, rognage de la vigne).

Produits d'entretien des cultures et des parcelles

14. Des mesures phytosanitaires supplémentaires, qui ne sont pas l'objet des essais au champ, sont souvent requises au cours de l'étude pour désherber ou lutter contre les maladies et autres ennemis des cultures (elles peuvent inclure l'utilisation d'engrais, de régulateurs de croissance, etc.). Ces produits d'entretien des cultures et des parcelles sont choisis parmi les produits qui n'affectent pas, c'est-à-dire qui n'interfèrent pas avec, les analyses de résidus pour les composants compris dans la définition de résidu pertinente. En outre, ces produits d'entretien sont appliqués de la même manière sur les parcelles traitées et sur les parcelles témoins (notamment taux et temps d'application).

Type de sol

15. Le type de sol (par exemple sable, limon, limon sableux) est identifié et consigné pour tous les sites d'essai. Si le produit est appliqué directement au sol, les essais au champ incluent des sites présentant différents types de sol.

Production en serre

16. Il existe de nombreux systèmes de protection des cultures tels que serres (en verre ou en plastique), tunnels en plastique, ombrières, etc., qui offrent différents degrés de protection contre les conditions du milieu. Dans le cadre des essais sur les résidus, on parle de production en serre lorsque la culture se déroule d'un bout à l'autre – de la plantation à la récolte – à l'intérieur d'une structure entièrement close.

SUBSTANCE D'ESSAI***Manipulation de la substance d'essai***

17. La substance d'essai est la formulation ou le produit utilisé dans un essai au champ de plantes cultivées afin d'obtenir des données sur les résidus pour une culture ou un produit agricole spécifique.

Stockage

18. La ou les substances d'essai sont stockées dans des conditions adaptées pendant la durée de l'étude et appliquées rapidement après leur préparation ou leur mélange.

Conditions du milieu

19. La substance d'essai n'est pas appliquée en cas de fort vent, de pluie, ou si des précipitations sont attendues peu après l'application.

Ingrédients actifs en mélanges, pré-mélanges, lots séquentiels

20. Si des données sur les résidus sont obtenues pour un seul ingrédient actif, il n'est pas nécessaire d'obtenir des données supplémentaires sur les mélanges, pré-mélanges ou autres types de combinaison avec d'autres ingrédients actifs tant qu'il n'y a pas de preuve de synergie associée à cette ou à ces combinaisons, et tant que celles-ci respectent les BPAC pour l'ingrédient actif.

21. Bien souvent, les ingrédients actifs peuvent être appliqués en combinaison (mélange en cuve, pré-mélange ou lot séquentiel) lors des essais au champ sur une seule parcelle traitée, dès lors qu'il existe une distinction analytique claire (absence d'interférence analytique) entre les ingrédients actifs et tout métabolite pertinent. Un échantillon unique peut alors être prélevé de la parcelle traitée et préparé pour l'analyse des résidus de deux ingrédients actifs ou plus. Ne sont exceptés de cette possibilité de combinaison que les ingrédients actifs dont la synergie est connue mais qui n'entrent pas dans la formulation de produits homologués.

Formulations

22. La formulation testée lors des essais au champ est aussi proche que possible de l'usage final prévu pour la culture ou le produit agricole. Dans cette ligne directrice, les impératifs concernant les

ensembles complets de données (correspondant au nombre requis d'essais au champ conformes aux BPAC) s'appuient généralement sur un seul type de formulation exigé pour une culture particulière. Les données nécessaires pour homologuer les types ou les catégories supplémentaires de formulation seront traitées au cas par cas. Parfois, un ensemble complet de données sera également demandé pour les formulations nouvelles, tandis que d'autres catégories de formulation pourront être homologuées par le biais d'études complémentaires (qui couvrent normalement un ensemble de données restreint par rapport à la formulation originelle) ou éventuellement sans donnée supplémentaire sur les résidus. La décision se basera sur le degré de ressemblance entre les formulations en ce qui concerne la composition et la forme physique, ainsi qu'entre les modes et les temps d'application. Les paragraphes suivants indiquent les données généralement requises pour les autres types de formulation.

23. Les formulations à libération progressive (par exemple certains produits micro-encapsulés) nécessitent normalement un ensemble complet de données spécialement conçu à leur usage. Dans la mesure où ces formulations sont mises au point pour que l'on puisse maîtriser le taux de libération de l'ingrédient actif, il est possible que la quantité de résidus présents soit plus grande que pour d'autres types de formulation.

24. La plupart des autres types de formulation peuvent se répartir en deux groupes : les formulations qui sont diluées dans de l'eau avant application et celles qui sont appliquées telles quelles. Les granulés et les poudres sont les exemples les plus fréquents de ce dernier cas. Les formulations granulaires appliquées telles quelles nécessitent généralement un ensemble de données complet quelles que soient les données déjà disponibles pour les autres types de formulation. On a en effet constaté dans plusieurs cas que la libération des résidus différait beaucoup entre les granulés et d'autres types de formulation du même ingrédient actif. Aucune donnée sur les résidus ne sera demandée pour les poudres si des données conformes aux BPAC existent pour une formulation de l'ingrédient actif appliquée en pulvérisation humide (par exemple concentrés émulsionnables, poudres mouillables).

25. Parmi les principaux types de formulation dilués dans l'eau avant application figurent les concentrés émulsionnables, les poudres mouillables, les granulés dispersables dans l'eau, les concentrés en suspension (également appelés concentrés fluidifiants) et les concentrés solubles. Les données sur les résidus peuvent être transposées entre ces types de formulation pour les applications réalisées sur les semences, avant la levée de la culture (applications en préplantation, à la plantation et en prélevée) ou juste après la levée de la culture. Les données peuvent également être transposées entre ces types de formulation pour les applications dirigées vers le sol, telles que les applications en milieu de rang ou au-dessous des feuilles (par opposition aux traitements foliaires).

26. Souvent, certaines formulations sont conçues spécifiquement pour le traitement des semences, ainsi les poudres pour le traitement des semences à sec (DS) et les émulsions pour le traitement des semences (ES). Les données sur les résidus concernant les utilisations en traitement de semence peuvent être transposées entre formulations de ce type.

27. Pour les applications foliaires en fin de saison de formulations diluées dans l'eau, le besoin éventuel de données supplémentaires dépend de deux facteurs : (1) la présence de solvants organiques ou d'huiles dans le produit et (2) le délai d'emploi avant récolte. Une extrapolation plus large des données sera généralement permise pour les formulations qui ne contiennent pas de solvant organique ou d'huile (par exemple granulés dispersables dans l'eau, poudres mouillables, concentrés en suspension). Dès lors que le délai d'emploi avant récolte est supérieur à 7 jours, ces formulations seront considérées comme équivalentes du point de vue de l'analyse des résidus. Si le DAR est inférieur ou égal à 7 jours, des données complémentaires (voir paragraphe 29) seront normalement demandées pour montrer l'équivalence des résidus issus de ces formulations. Les granulés

dispersables dans l'eau constituent une exception à cette règle, puisqu'ils ressemblent suffisamment aux poudres mouillables pour permettre la transposition des données sur les résidus entre ces deux types de formulation indépendamment du DAR.

28. Les données requises concernant les formulations contenant des solvants organiques ou des huiles (par exemple concentrés émulsionnables, émulsions de type huileux) diffèrent d'une autorité réglementaire à l'autre. Certains organismes réglementaires groupent ces formulations avec celles abordées au paragraphe 27. C'est pourquoi, si le DAR est supérieur à 7 jours, les données peuvent être transposées entre formulations telles que les granulés dispersables dans l'eau, les poudres mouillables et les condensés émulsionnables. Néanmoins, pour d'autres autorités, les données tirées d'essais au champ de formulations telles que les concentrés émulsionnables ou les émulsions de type huileux ne seront normalement pas transposées à d'autres formulations, à moins que leur utilisation ne corresponde à celles mentionnées au paragraphe 25 (applications en début de saison ou au sol). Pour les applications en milieu ou fin de saison de formulations comme les concentrés émulsionnables ou les émulsions de type huileux, ces autorités imposent de fournir les données décrites au paragraphe 29 pour établir si les données provenant d'une autre formulation peuvent être utilisées à l'appui de leur homologation.

29. Dans les cas où l'on ne postule pas d'équivalence entre les résidus de deux formulations, deux options sont possibles pour les données complémentaires. Un ensemble restreint de données, représentant la moitié des essais au champ requis pour la formulation initiale (avec un minimum de 4 essais) peut suffire pour la nouvelle formulation. Lors de ces essais, seule la nouvelle formulation est appliquée à la culture. Si la LMR établie à l'aide de la formulation originelle n'augmente pas lorsque les données sur la formulation initiale sont combinées à celles sur la nouvelle formulation, il n'est pas nécessaire de procéder à d'autres essais au champ pour le nouveau type de formulation. Néanmoins, s'il faut relever la LMR sur la base des données combinées, un ensemble complet de données sera normalement nécessaire pour la nouvelle formulation. Une solution alternative aux essais au champ n'utilisant que la nouvelle formulation consiste à fournir les données d'au moins 3 essais au champ avec comparaison côte à côte des deux types de formulation. Si les valeurs de résidus du nouveau type de formulation sont comparables ou inférieures à celles de la formulation homologuée, la nouvelle formulation peut être considérée comme équivalente sur le plan des résidus, sans donnée supplémentaire. Si, au contraire, la quantité de résidus de la nouvelle formulation est supérieure dans l'étude côte à côte, un ensemble complet de données sera requis pour le nouveau type de formulation.

30. Dans les cas où des formulations sont comparées pour une utilisation sur plusieurs cultures, il n'est pas nécessaire de disposer de données complémentaires (suivant l'une ou l'autre des options décrites dans le paragraphe précédent) pour toutes les cultures, dès lors que la ressemblance entre résidus peut être établie pour trois grands types de cultures, par exemple cultures feuillues, racines, fruits d'arbre, graines céréalières, oléagineux, etc. Ces essais sont de préférence menés sur des cultures dont on s'attend à ce qu'elles présentent un niveau de résidus élevé.

31. Si les demandeurs souhaitent homologuer plusieurs types de formulation qui ne sont pas considérés comme équivalents, un ensemble complet de données sera généralement requis pour l'une des formulations, accompagné d'études complémentaires pour chacune des autres.

32. Le fait de placer une formulation (généralement une poudre mouillable) dans un sachet hydrosoluble n'impose pas de fournir des données supplémentaires sur les résidus dès lors que des données adéquates existent pour le produit non ensaché.

33. Certains ingrédients actifs (par exemple herbicides phénoxy) peuvent être appliqués sous la forme d'un ou plusieurs sels et/ou esters. Dans la plupart des cas, les différents sels d'un ingrédient

actif peuvent être considérés comme équivalents du point de vue des résidus indépendamment du moment d'application. Il arrive cependant que des données supplémentaires soient nécessaires pour un nouveau sel, par exemple du fait de la présence de contre-ions qui confèrent au sel des propriétés tensioactives, modifient sensiblement le degré de dissociation ou chélatent l'ion de l'ingrédient actif.

34. Dans le cas de différents esters d'un ingrédient actif, la situation est analogue à celle décrite au paragraphe 28 pour les formulations contenant des huiles ou des solvants organiques. Certaines autorités considèrent que les différentes formulations ester d'un ingrédient actif donnent un niveau de résidus comparable si l'application a lieu plus de 7 jours avant la récolte. Si le DAR est inférieur ou égal à 7 jours, ces autorités traitent les différents esters comme de nouvelles formulations de l'ingrédient actif. Ainsi, un nouvel ester peut devoir faire l'objet d'un ensemble de données restreint (avec moitié moins d'essais que la formulation initiale et au minimum 4 essais par culture) ou être comparé à l'ester originel de l'ingrédient actif lors d'une étude comportant au moins trois essais sur des parcelles contiguës. D'autres autorités demandent un ensemble restreint de données ou des essais côte à côte sur un nouvel ester pour toute utilisation autre que celles décrites au paragraphe 25 (à savoir applications en début de saison ou applications au sol).

35. Il n'est généralement pas considéré comme nécessaire de fournir des données sur les résidus pour un changement de concentration de l'ingrédient actif dans un même type de formulation, dès lors que les BPAc ne s'en trouvent pas modifiées de façon significative (par exemple, hausse inférieure à 25 % de la quantité d'ingrédient actif par unité de surface).

36. Les changements apportés aux formulations sur la base d'une modification de la teneur en produits de formulation (par exemple en solvants) sont évalués au cas par cas. Les solvants et autres composants inertes peuvent influencer sur l'assimilation ou le déplacement de l'ingrédient actif dans la plante. Une attention particulière sera accordée aux modifications de la teneur en produits de formulation comme les agents mouillants, qui peuvent améliorer la pénétration de l'ingrédient actif dans la plante, en particulier si le DAR est inférieur ou égal à 7 jours. Dans cette situation, au moins une étude complémentaire pourra être nécessaire pour montrer que les résidus de l'ingrédient actif et de ses métabolites pertinents ne sont pas significativement augmentés par l'ajout d'un nouveau produit de formulation.

Diluants et véhicules

37. Des données supplémentaires sur les résidus peuvent être requises lors de l'utilisation d'un diluant ou d'un véhicule autre que l'eau (par exemple huile végétale, huile minérale). L'opportunité de fournir ces données sera déterminée au cas par cas.

Adjuvants

38. Les adjuvants sont des produits ajoutés au réservoir d'épandage pour améliorer la performance de la substance d'essai ou de l'ingrédient actif. Les adjuvants tels que les mouillants, les mouillants adhésifs, les agents tensioactifs non ioniques et les concentrés d'huile végétale peuvent permettre aux résidus de pesticides de mieux se déposer, pénétrer et persister dans ou sur la plante. En conséquence, pour une substance d'essai dont l'étiquette autorise l'utilisation d'un adjuvant non spécifié, les essais au champ de plantes cultivées incluent un adjuvant (n'importe quel adjuvant disponible localement) qui sera appliqué conformément aux recommandations portées sur l'étiquette. Pour une substance d'essai dont l'étiquette recommande l'utilisation d'un adjuvant particulier, les essais au champ de plantes cultivées incluent soit cet adjuvant, soit un autre adjuvant aux propriétés similaires, appliqué conformément aux recommandations figurant sur l'étiquette.

PARAMÈTRES D'APPLICATION

Volume pulvérisé

39. Les volumes pulvérisés peuvent varier selon la culture ou le parasite cible (par ex. cultures arboricoles vs cultures en lignes). Les essais au champ de plantes cultivées seront menés dans le respect des pratiques commerciales courantes en matière de volumes pulvérisés, en s'assurant que toute la quantité utilisée est absorbée. Le volume de pulvérisation (par unité de surface) est dans tous les cas consigné. Pour plus d'informations sur les applications aériennes et sur la comparaison avec les pulvérisateurs au sol, voir le paragraphe 54 (« Matériel et mode d'application »).

Expression du taux d'application

Taux d'application

40. Pour chaque traitement, le taux d'application est exprimé en quantité de produit et/ou d'ingrédient actif par unité de surface (par exemple, kg i.a. par hectare ou lb i.a. par acre). On précisera le cas échéant la concentration utilisée (par exemple kg i.a./100 litres ou lb i.a./100 gallons).

Hauteur des plantes et volume

41. Les cultures en ligne (pomme de terre, blé, soja, etc.) sont généralement traitées à l'aide de pulvérisateurs multidirectionnels, pour lesquels la superficie de la parcelle (longueur x largeur) est une considération clé. En revanche, pour certaines cultures comme les fruits à coque, les fruits d'arbre ainsi que les légumes en espalier et les vignes, la hauteur des cultures, la hauteur de la cime ou celle de l'arbre (c'est-à-dire la hauteur du feuillage traité) sont relevées pour pouvoir estimer comme il convient le volume des cultures en lignes ou des cultures arboricoles ou calculer le taux d'application par unité de surface.

Concentration de la solution

42. Les applications foliaires sur les cultures « hautes » (par exemple cultures fruitières et viticoles, houblon, tomates de serre) peuvent demander une attention particulière ; la pulvérisation à plat n'y est pas une pratique courante, puisqu'on recourt souvent à du matériel de nébulisation (à jet porté). Il est important d'étudier et de relever tant la concentration de pulvérisation (par exemple, kg i.a./100 litres) que les volumes pulvérisés (par exemple, litres de mélange pulvérisé/ha) à chaque étape de la croissance des plantes cultivées lors de la planification et de la réalisation des essais au champ.

Utilisations en traitement de semence

43. Les taux d'application pour le traitement des semences s'expriment normalement en quantité d'ingrédient actif par unité de poids des semences (par exemple, g i.a./1 000 kg semences) et densité de semis (par exemple, kg de semis/hectare).

Utilisations après récolte

44. Pour le bain ou le mouillage des fruits, la concentration de l'ingrédient actif dans la solution (par exemple, kg i.a./100 litres ou hl) est relevée, de même que la quantité de fruits traités par volume et le temps de contact en secondes. Lorsque les bains sont rechargés pour maintenir la concentration d'ingrédient actif au cours du traitement (c'est-à-dire en cas d'extraction des résidus), les traitements additionnels sont également consignés. Pour le poudrage, la nébulisation ou la pulvérisation des

produits entreposés (par exemple, pommes de terre ou céréales), il convient de noter le taux d'application (par exemple, kg i.a./tonne ou 1 000 kg).

Utilisations pour la fumigation

45. Le taux d'application des gaz et aérosols utilisés en fumigation s'exprime en quantité par unité de volume de produit brut traité (par exemple g i.a./m³).

Taux, calendrier et fréquence d'application

Dose maximale indiquée sur l'étiquette

46. La dose maximale indiquée ou proposée sur l'étiquette pour l'ingrédient actif (conformément à la BPAc) est respectée lors de l'application de la substance d'essai.

Nombre d'applications et intervalle entre deux traitements

47. Le nombre maximal d'applications de la substance d'essai et l'intervalle minimum à respecter avant le renouvellement du traitement sont conformes à la BPAc.

Délai avant récolte (DAR) en jours vs application finale à un stade de développement particulier

48. Le calendrier d'application est lié aux stades de développement de la plante (par exemple préfloraison, 50% épiaison, etc.) et/ou au nombre de jours avant la récolte. Chaque fois que l'étiquette mentionne un DAR particulier (par exemple « Ne pas appliquer ce produit moins de 14 jours avant la récolte »), ce délai est respecté lors des essais au champ de plantes cultivées en tant qu'élément de la BPAc, tandis que le stade de développement au moment de l'application importe peu. A l'inverse, dans certains cas le stade de développement est un élément critique de la BPA (par exemple prélevée, plantation, préfloraison, apparition de la feuille étandard ou épiaison, etc.) ; le DAR n'est alors que secondaire. Dans ces conditions, il importe d'inclure le plus grand nombre possible de variétés de la plante cultivée pour évaluer un éventail approprié de DAR (par exemple, des intervalles plus courts ou plus longs entre la plantation et la maturité dans le cas d'une application au stade de prélevée sur une plante annuelle). D'une façon générale, il convient, pour tous les essais, de relever le stade de développement au moment de l'application (de préférence sous forme de code BBCH) ainsi que le DAR.

Essais sur la dissipation des résidus

49. Des données sur la dissipation des résidus sont nécessaires lorsque le pesticide est appliqué à un moment où la partie comestible (alimentation animale ou humaine) de la plante s'est formée, ou si l'on s'attend à la présence de résidus sur les aliments destinés à la consommation humaine ou animale à l'époque de la toute première récolte ou à proximité de celle-ci. Les données sur la dissipation des résidus servent à analyser les résidus, notamment en vue : (1) de déterminer si la quantité de résidu est plus importante lorsque les DAR sont plus longs qu'il n'est exigé ; (2) d'estimer la demi-vie des résidus ; (3) de déterminer si une modification du DAR pour l'amener aux niveaux représentés lors des essais sur la dissipation des résidus aux alentours du DAR préconisé par la BPA influe sur la quantité des résidus ; (4) d'autoriser un certain degré d'interpolation afin d'encourager des modes d'utilisation, et notamment des DAR, qui ne soient pas directement équivalents à ceux utilisés dans les essais au cas par cas ; (5) de déterminer le profil d'évolution du résidu dans le temps pour contribuer à une meilleure compréhension du métabolisme du pesticide utilisé dans des conditions plus compatibles avec la BPA et pour favoriser une sélection appropriée de définitions de résidus ; et (6) de déterminer

le délai dans lequel les résidus d'un composé systémique appliqué sur des cultures comme les pommes de terre ou les cacahuètes atteignent leur niveau maximal.

50. Lorsque des données sur la dissipation des résidus sont nécessaires, certaines autorités réglementaires exigent que jusqu'à 50 % des essais sur les résidus soient des études de dissipation de façon à mettre en évidence le comportement de l'ingrédient actif et de ses métabolites pertinents à un moment proche de la récolte.

51. Lorsque des données sur la dissipation des résidus sont requises, il peut être nécessaire de prélever plus d'un produit ou d'une matrice par culture. Ce sera le cas quand des produits différents sont destinés à la consommation humaine ou animale à différents stades de développement de la plante (par exemple, fourrage, grains et paille issus des cultures céréalières). Il en résultera plusieurs séries de données d'échantillonnage pour un seul essai de dissipation des résidus.

52. Les études sur la dissipation des résidus sont conçues de manière à comporter entre trois et cinq intervalles d'échantillonnage en plus du DAR cible (prévoir si possible un échantillonnage au jour 0). Ces intervalles d'échantillonnage sont espacés de manière à peu près égale et, si possible, l'échantillonnage intervient à différents moments plus ou moins proches du DAR cible, pour autant que la période correspondant à la maturité commerciale l'autorise. Pour les BPAC comportant plusieurs applications, il est souhaitable de définir un point d'échantillonnage qui précède immédiatement l'application finale afin de déterminer la contribution des applications antérieures et leur impact sur la demi-vie des résidus.

Essais à rebours sur la dissipation des résidus

53. Une autre solution envisageable pour étudier la dissipation des résidus, dite **des** « essais de dissipation à rebours », consiste à planifier des applications sur des parcelles distinctes à des intervalles différents par rapport à la date visée pour la récolte commerciale. La récolte se fait ensuite sur toutes les parcelles le même jour, à savoir la date de récolte commerciale, de sorte que les intervalles de temps entre la dernière application et la récolte sont tous différents. Ce type d'approche peut convenir lorsque le produit est susceptible d'être récolté sur un laps de temps réduit. Par exemple, une telle étude pourrait se pencher sur l'utilisation d'un dessiccant avant récolte à proximité du stade de la maturité, la récolte devant être effectuée très peu de temps après l'application.

Matériel et mode d'application

Application au sol vs application aérienne

54. Sous réserve que l'utilisation proposée n'implique pas une pulvérisation à très faible volume ou des diluants autres que l'eau (par exemple des huiles végétales), il est généralement possible de se dispenser d'essais au champ effectués à l'aide de matériel d'application aérienne si l'on dispose de données adéquates collectées avec du matériel au sol conforme à la BPAC, pour autant que l'étiquette du produit précise que les applications aériennes sont réalisées à des volumes de pulvérisation de 18.7 litres ou plus par ha (2 gallons ou plus par acre) pour les cultures en lignes, ou 93.5 litres ou plus par ha (10 gallons ou plus par acre) pour la production arboricole et fruitière.

Équipement manuel vs matériel commercial

55. La substance d'essai peut être appliquée avec du matériel manuel ou commercial dès lors que ce matériel est propice aux procédures d'étalonnage. Tout équipement manuel utilisé pour appliquer une substance d'essai lors d'essais au champ de plantes cultivées est employé d'une manière

qui simule la pratique commerciale. Si des données sur les résidus sont collectées pour des produits unitaires (par exemple une tomate), on évitera les pulvérisateurs de précision pour petites parcelles, non représentatifs de la variabilité attendue lors de pulvérisations commerciales. On veillera aussi au choix de buses appropriées pour ces essais.

Modes d'application alternatifs pour une même culture

56. Il existe un certain nombre de méthodes d'application au sol, telles que le traitement de prélevée, de présemis avec incorporation ou dans la raie de semis, le bain/mouillage et le traitement des semences. Les étiquettes de nombreux produits autorisent les applications effectuées avant la levée de la culture, par exemple en préplantation, à la plantation ou en prélevée. Ces applications au sol peuvent être regroupées à des fins de détermination de la concentration de résidus résultant de l'application des substances d'essai, c'est-à-dire que les applications de prélevée intervenant dans un délai d'une semaine après la plantation sont considérées comme équivalentes à des applications pendant la plantation. Si l'étiquette donne le choix entre une incorporation dans le sol et une application en surface ultérieure, des données sur les résidus rendant compte des deux modes d'application seront nécessaires.

57. Il existe également un certain nombre de méthodes d'application foliaire, parmi lesquelles la pulvérisation multidirectionnelle et à jet porté. Les essais au champ rendent compte de toutes ces méthodes si l'étiquette des pesticides le permet.

58. Généralement, sauf indication contraire des données provenant d'études de métabolisme, les applications foliaires sont considérées comme une moins bonne solution que l'application au sol ou le traitement des semences, et constituent donc la BPAc. C'est tout particulièrement le cas si l'application foliaire a lieu à un moment où le produit de consommation animale ou humaine est déjà formé et se trouve directement exposé.

Modes d'application multiples pour une même culture

59. Il n'est pas rare non plus qu'une même culture soit soumise à plus d'un mode d'application au cours d'une période de végétation (par exemple, traitement des semences ou traitement en présemis avec incorporation au sol suivi d'une application foliaire par pulvérisation multidirectionnelle). Les données des études de métabolisme ou utilisant des marqueurs radioactifs seront utiles pour établir quelle approche permet le mieux de concevoir des essais au champ de plantes cultivées donnant la valeur de résidu la plus élevée. En l'absence de données indiquant les contributions relatives de chaque mode d'application à la concentration finale, des essais mettant en évidence l'ensemble du traitement peuvent s'avérer nécessaires, par exemple des applications pendant la plantation associées à des applications foliaires.

ÉCHANTILLONNAGE AU CHAMP

Caractéristiques des produits agricoles bruts (PAB)

60. Les échantillons prélevés lors d'essais au champ couvrent l'ensemble des PAB vendus dans le commerce. À certaines cultures peuvent correspondre plus d'un PAB. Par exemple, les PAB du maïs de plein champ comprennent le grain (semence), le maïs-fourrage et les tiges et feuilles. Le tableau 1 contient une liste des PAB dérivés de chaque plante. Certains peuvent être transportés sans avoir été égrenés, taillés ou lavés ; en conséquence, il ne sera procédé à ces opérations sur des échantillons de résidus que dans la mesure où elles sont conformes aux pratiques commerciales avant

transport. Naturellement, des données sur des échantillons taillés ou lavés peuvent être collectées à la discrétion du demandeur pour servir à l'évaluation du risque.

Nombre d'échantillons par site (traités et témoins)

61. Un minimum d'un échantillon par parcelle traitée et par matrice d'échantillon est collecté et analysé sur chaque site d'essai au champ d'une plante cultivée. Outre le ou les échantillons traités, un échantillon de chaque matrice est prélevé sur la parcelle témoin et analysé pour chaque site d'essai. Il est néanmoins recommandé, en particulier pour les essais ne prévoyant pas le prélèvement de plusieurs échantillons pour étudier la dissipation des résidus, de collecter séparément un second échantillon traité par matrice sur chaque site pour le cas où des problèmes surviendraient durant le transport ou l'analyse des résidus¹. Le paragraphe 62 détaille des cas particuliers où certaines autorités réglementaires exigent le prélèvement de deux échantillons par parcelle traitée. L'analyse d'un second échantillon sera également utile lorsque les résultats concernant un site précis sont suspects ou contredisent ceux d'autres sites d'essai. Un autre facteur susceptible de justifier l'analyse d'un second échantillon est la présence d'une concentration élevée de résidus s'expliquant par une application foliaire en fin de saison (par opposition à une application en début de saison avec des résidus < LQ, cas dans lequel l'analyse d'un second échantillon apporte très peu de nouvelles données utiles).

62. Comme il est indiqué à la section Soumissions complètes (paragraphe 105 à 112), un minimum de huit essais au champ est exigé pour toute culture dont les données servent à tous les pays de l'OCDE. Certaines autorités réglementaires exigent l'analyse de plusieurs échantillons traités par site lorsque moins de huit essais sont soumis pour une culture donnée, y compris les études complémentaires visant par exemple à comparer des formulations ou des méthodes d'application. Le tableau ci-après donne le détail des exigences spécifiques des autorités réglementaires de l'ALÉNA pour des soumissions destinées uniquement aux pays de l'ALÉNA et pour celles adressées à plusieurs régions OCDE.

| Type d'étude | Soumission limitée à l'ALÉNA | Plusieurs régions OCDE |
|---|--|--|
| Essais au champ standard de plantes cultivées | 2 échantillons traités par site ¹ | 1 échantillon traité par site (hypothèse de 8 essais minimum par culture) |
| Essais sur la dissipation des résidus | 1 échantillon traité par point temporel | 1 échantillon traité par point temporel |
| Études complémentaires | 2 échantillons traités par parcelle ¹ | 2 échantillons traités par parcelle ¹ (sauf si ≥ 8 essais par culture) |

Échantillons composites vs échantillons unitaires

63. Les essais au champ de plantes cultivées se prêtent à la collecte d'échantillons composites. Les demandeurs peuvent également souhaiter réaliser des répétitions d'échantillons unitaires provenant d'un champ, afin d'aider à définir la variation d'une unité à l'autre, qui est nécessaire pour évaluer les répercussions d'une exposition alimentaire aiguë.

¹ Quoique les deux échantillons traités sont collectés séparément, les quantités de résidus de ces échantillons ne sont pas statistiquement indépendantes.

Taille minimale des échantillons (nombre et poids)

64. Il y a lieu de suivre les directives du Codex concernant la taille minimale des échantillons, reproduites au tableau 1. Un échantillon de la parcelle témoin est également prélevé pour analyse sur chaque site d'essai au champ d'une plante cultivée et pour chaque produit agricole (par exemple, fourrage, grains et paille issus des cultures céréalières). Les échantillons témoins de chaque matrice sont souvent plus importants que les échantillons traités, afin de fournir la quantité nécessaire à l'enrichissement avec des quantités connues d'ingrédient actif (et d'autres composants faisant partie de la définition du résidu) et de déterminer les courbes d'étalonnage pour la validation de la méthode concurrente durant la phase analytique de l'étude.

65. Pour les produits non mentionnés au tableau 1, il est conseillé aux demandeurs de suivre les conseils relatifs à la taille minimale des échantillons pour une partie de culture de forme similaire (par exemple, autre semence, matière feuillue, racine ou tubercule).

Procédures générales d'échantillonnage

66. Les échantillons sont représentatifs de toutes les parties de la plante cultivée au champ et prélevés sans biais. Les modes opératoires standardisés sont privilégiés, comme l'utilisation des carrés latins pour une culture fourragère, la sélection de fruits sur la partie supérieure, médiane et inférieure des arbres dans des quadrants opposés, l'utilisation d'échantillonneurs à grains pour le prélèvement d'échantillons de produits agricoles en grande quantité, et la réduction de la taille des échantillons provenant d'un même champ en les divisant en quatre. Pour les procédures d'échantillonnage applicables à chaque culture, se reporter au paragraphe 76 et suivants ainsi qu'au tableau 1.

67. Bien que la collecte des échantillons doive se faire sans biais, il y a lieu d'éviter chaque fois que possible les bordures et l'extrémité des parcelles, où les concentrations peuvent être influencées par l'ouverture et la fermeture des (extrémités des) rampes de pulvérisation ou d'autres types de pulvérisateur, et où la conception particulière de la buse du pulvérisateur entraîne parfois la superposition des couches pulvérisées (effet de bordure). Dans les cas où plus d'un passage est réalisé, il sera également souhaitable d'éviter le centre de la parcelle, pour prévenir tout risque de concentration élevée de résidus du fait d'une superposition impropre des pulvérisations.

Sous-échantillonnage

68. Il est acceptable de sous-échantillonner les produits de grande taille (par exemple, chou pommé, melons, etc.) en recourant à des modes opératoires de terrain comme la division en quadrants et le prélèvement dans des quadrants opposés. Toutefois, si des analyses sont prévues sur des matrices telles que la pulpe et l'écorce (par exemple, pour affiner l'évaluation du risque alimentaire), l'ensemble du produit est transporté au laboratoire d'analyses afin d'éviter toute contamination croisée de la pulpe et de l'écorce. Il est acceptable de transporter en moins de 24 heures ces échantillons jusqu'à l'installation de préparation, en les plaçant dans un réfrigérant de type « blue ice », sous réserve qu'ils soient « pelés », « dénoyautés » ou préparés de toute autre manière pour les analyses et congelés sans délai à leur arrivée.

Décorticage et égrenage

69. Le décorticage, l'écossage, l'égrenage, etc. d'un produit dans le champ est acceptable dès lors que des précautions sont prises pour éviter tout risque de contamination, comme par exemple utiliser des outils propres et changer de gants entre les parcelles. Dans les cas où des produits comme

la pulpe et l'écorce, ou la pulpe et le noyau, sont séparés pour l'analyse, chaque produit est pesé séparément.

Récolte manuelle vs récolte mécanique

70. Sauf disposition contraire spécifique (par exemple, sous-produits d'une égreneuse à coton), il est permis d'analyser les résidus sur des échantillons prélevés à la main. La récolte mécanique n'est pas obligatoire pour les essais au champ de plantes cultivées. Toutefois, afin d'obtenir une définition de résidus réaliste lors de la récolte, il peut être utile de recueillir quelques échantillons récoltés mécaniquement.

Lavage, brossage

71. Exception faite d'un nettoyage superficiel, c'est-à-dire de l'enlèvement de tout corps étranger, il ne est procédé à aucun nettoyage intrusif. Dans le cas de racines recouvertes de terre, pour lesquelles un léger brossage ne suffit pas à retirer la terre, un rinçage doux minimal sous l'eau froide courante est autorisé. (Pour plus d'informations, voir les Procédures détaillées d'échantillonnage.)

Contamination

72. Pour éviter toute contamination, il est vivement recommandé de commencer par prélever les échantillons de la parcelle témoin avant de passer aux échantillons de la parcelle traitée. On veillera à s'assurer que les échantillons collectés sont réellement représentatifs et que tout risque de contamination ou de pourriture est écarté.

Entreposage, conditions et durée de transport

73. Les échantillons sont à congeler dès que possible après leur collecte afin d'éviter toute détérioration ou décomposition du ou des résidus. Il est déconseillé de laisser dégeler les échantillons une fois congelés ; en conséquence, le transport des échantillons congelés se fait soit par camion frigorifique, soit enveloppés dans de la neige carbonique. Il est toutefois acceptable d'expédier les échantillons en moins de 24 heures avec un réfrigérant de type « blue ice » immédiatement après la collecte à condition que ces derniers soient congelés dès leur arrivée au laboratoire ou à l'installation de traitement de la façon appropriée pour chaque matrice.

74. Un entreposage congelé normal peut ne pas convenir pour certains pesticides (par exemple les fumigants) et il peut être nécessaire de prendre des dispositions pour que les résidus soient analysés immédiatement.

Forme à entreposer (homogénat, PAB entier)

75. Le mode de stockage des échantillons avant leur analyse dépend de la façon dont a été menée l'étude de stabilité à l'entreposage ainsi que de la méthode d'analyse de l'ingrédient actif et des métabolites pertinents. Par exemple, certaines méthodes tendent à montrer que l'homogénéisation des échantillons est réalisée le jour même de l'extraction. Comme indiqué dans la ligne directrice de l'OCDE sur la « Stabilité des résidus de pesticides dans les produits entreposés », l'entreposage d'homogénats représentera vraisemblablement un scénario plus défavorable (c'est-à-dire entraînant une plus forte dégradation) que l'entreposage d'un produit entier.

Procédures détaillées d'échantillonnage

76. Le tableau 1 fournit des recommandations supplémentaires pour l'échantillonnage à la période de récolte normale de cultures parvenues à maturité, précise la taille des échantillons et indique quelles parties du produit sont à analyser.

Fruits et fruits à coque

77. Tourner autour de chaque arbre ou buisson et choisir un fruit au niveau de tous les segments de l'arbre ou de la plante, en haut et en bas, dans les zones exposées et dans celles protégées par le feuillage. Pour les petits fruits cultivés en rangs, sélectionner des fruits des deux côtés en évitant l'extrémité du rang. Adapter la quantité de fruits prélevée à leur densité sur l'arbre ou sur la plante, c'est-à-dire en prendre davantage au niveau des parties les plus chargées. S'il y a lieu, prélever aussi bien des fruits de grande taille que des fruits de petite taille, en veillant à ne choisir que des échantillons commercialisables (sauf en cas de prélèvement d'échantillons immatures pour une étude sur la dissipation des résidus).

Légumes-bulbes, légumes-racines, légumes-tubercules :

78. Prélever des échantillons sur toute la surface de la parcelle en évitant les bordures et l'extrémité des rangs, de manière à éviter l'effet de bordure. Le nombre de points d'échantillonnage est fonction de la taille des échantillons de la plante cultivée.

79. Pour que l'échantillon prélevé soit représentatif du produit brut, il peut s'avérer nécessaire de retirer de la terre adhérente. Les moyens autorisés sont le brossage et, si nécessaire, un rinçage doux sous l'eau courante froide.

80. Couper les fanes conformément aux pratiques agricoles et commerciales locales. Le cas échéant, l'opération est consignée. Si les fanes ne sont pas utilisées pour l'alimentation animale (carottes, pommes de terre) ou humaine, elles sont jetées ; dans le cas contraire (par exemple navets, betteraves), elles seront ensachées séparément.

Brassicacées, légumes-feuilles, légumes à tige, légumineuses potagères, légumes-fruits et champignons :

81. Prélever l'échantillon sur toute la surface de la parcelle en évitant les bordures et l'extrémité des rangs. Le nombre de points d'échantillonnage est fonction de la taille des échantillons de la plante cultivée.

82. Pour les cultures telles que les pois et les haricots, échantillonner aussi bien les produits abrités de la pulvérisation par le feuillage que ceux qui y ont été exposés.

83. Afin que l'échantillon du produit brut prélevé soit représentatif, il peut s'avérer nécessaire de retirer de la terre adhérente. Les moyens autorisés sont le brossage et, si nécessaire, un rinçage doux sous l'eau courante froide.

84. Ne pas tailler les brassicacées et les légumes-feuilles, mais se contenter s'il y a lieu de retirer les feuilles visiblement décomposées ou flétries. Le cas échéant, l'opération est consignée. Il convient de décrire précisément ce qu'il advient des feuilles extérieures (c'est-à-dire de préciser si elles sont incluses avec l'échantillon ou jetées sur le terrain).

Céréales

85. Si la parcelle est petite, prélever toute la récolte si nécessaire. Si la parcelle est grande mais que la récolte mécanique n'y est pas pratiquée, couper au minimum douze courtes sections de rang choisies sur toute la surface de la parcelle. Couper les tiges à 15 cm au-dessus du sol et retirer le grain de la paille.

86. Il convient de veiller à éviter toute contamination lorsque les différentes parties de la plante sont isolées par des méthodes mécaniques. L'idéal est d'effectuer cette opération en laboratoire.

87. Si une récolte mécanique est pratiquée sur les parcelles, prélever au minimum douze échantillons pris au hasard de grain et de paille sur la moissonneuse, à intervalles réguliers sur toute la parcelle, afin de constituer un échantillon en vrac de grain et un autre de paille.

Céréales/légumineuses/graminées/oléagineux/protéagineux - fourrage, foin, vignes, paille et autres aliments pour animaux

88. Couper et/ou collecter ces produits conformément aux usages commerciaux en vigueur. Si une récolte mécanique est pratiquée sur les parcelles, prélever au minimum douze échantillons pris au hasard sur la moissonneuse, à intervalles réguliers sur toute la parcelle. Il convient toutefois de veiller à éviter toute contamination (par exemple, la récolte sur la parcelle témoin précède celle sur les parcelles traitées). Pour les cultures andainées, les échantillons sont à prélever sur l'andain au moment où le produit est normalement distribué aux animaux. Dans le cas où du matériel végétal vert est coupé pour faire du foin, ce moment coïncide normalement avec celui où le degré d'humidité a été ramené au niveau normal d'humidité du foin selon les usages commerciaux. Dans le cas où le matériel végétal a séché avant que la plante ne soit coupée (par exemple, fourrage de tiges et de feuilles, paille), prélever l'échantillon après la coupe et non après l'andainage dans le champ.

Canne à sucre et têtes de canne à sucre

89. Choisir des cannes entières dans 12 zones de la parcelle et prélever de courtes sections (de 20 cm, par exemple) de toutes les parties de la longueur des cannes. Collecter environ 2 kg d'échantillons de têtes de cannes vertes dans chaque parcelle.

Protéagineux, oléagineux, café, cacao

90. Collecter des échantillons de semences à maturité en douze endroits de la parcelle au minimum. Lorsque l'échantillon a été récolté à la main, la semence est normalement expédiée au laboratoire à même la cosse (sauf dans le cas des fèves de café et de cacao). En cas de récolte mécanique, seule la semence est normalement fournie. Collecter des échantillons sur toute la parcelle, en évitant les bordures. Pour le café et le cacao, tourner autour de chaque arbre ou buisson et prélever des coques ou des fruits au niveau de tous les segments de l'arbre ou de la plante, en haut et en bas, dans les zones exposées et dans celles protégées par le feuillage. Adapter la quantité de coques ou de fruits prélevée à leur densité sur l'arbre ou sur la plante, c'est-à-dire en prélevant davantage au niveau des parties les plus chargées.

- Graines de coton, arachides, graines de sésame, graines de colza : prélever au stade normal de récolte.
- Graines de tournesol, graines de carthame : si l'échantillonnage est effectué à la main, prélever les têtes mûres entières. S'il est réalisé mécaniquement, remettre uniquement les graines au laboratoire.

- Fèves de café et de cacao : le prélèvement des échantillons se fait conformément à la pratique courante, c'est-à-dire que la fève est prélevée entière avec sa coque mais sans la cosse/cabosse ou la pulpe/chair qui l'entoure. Les produits fraîchement récoltés n'ont normalement pas à être remis.

Herbes et épices ; feuilles de thé ; houblon

91. Le prélèvement des échantillons se fait conformément à la pratique courante. N'utiliser que les parties des plantes qui sont normalement consommées.

92. Pour le houblon, choisir des cônes provenant de toutes les parties de la plante et des deux côtés des rangs, en haut et en bas, dans les zones exposées et dans celles protégées par le feuillage.

93. Prélever des échantillons sur toute la parcelle, en évitant les bordures. Les herbes telles que le persil et la ciboulette sont prélevées fraîches, de même que le houblon. Les cônes de houblon n'étant pas commercialisés frais, ils sont à sécher immédiatement.

Produits entreposés

94. Les essais rendant compte des traitements après récolte de produits entreposés sont menés sur une large gamme d'installations de stockage, et la technique d'échantillonnage est soigneusement choisie afin de garantir la validité des échantillons. Pour la plupart des produits entreposés, les procédures d'échantillonnage, pour être valides, reflètent les usages commerciaux ou les simuler. L'application de telles procédures sur les échantillons destinés à l'analyse des résidus de pesticides est acceptable et celles-ci peuvent être utilisées si des références adéquates sont fournies. Les procédures d'échantillonnage sont généralement conçues pour les trois types de conditions d'entreposage décrits ci-dessous.

Échantillonnage du produit en vrac

95. Il n'est pas aisé d'obtenir un échantillon représentatif d'un (grand) conteneur de vrac (par exemple graines céréalières ou pommes de terre) ; si possible, les échantillons seront prélevés à de fréquents intervalles dans le flux de produit pendant le transfert entre conteneurs. Un échantillon prélevé par sonde n'est pas représentatif mais peut être acceptable s'il est possible d'atteindre n'importe quel endroit du conteneur de stockage et si un plus grand nombre d'échantillons isolés sont prélevés avant d'être mélangés et réduits pour produire l'échantillon final. Toutefois, il est également important que la procédure d'échantillonnage donne lieu à des échantillons issus uniquement de la portion des produits entreposés présentant la valeur de résidu la plus élevée. Par exemple, les résidus de pesticides sont normalement présents en plus grande quantité à la surface d'une pile de pommes de terre ; il devra en être tenu compte lors de l'échantillonnage. Pour tenir compte de la variabilité des résidus dans ces situations, on prélèvera au moins trois échantillons pour en analyser la teneur en résidus.

Échantillonnage de produits ensachés

96. L'échantillonnage d'un produit ensaché est aléatoire. Il n'est possible d'obtenir un échantillon représentatif à partir d'une vaste pile de sacs que si tous les sacs sont accessibles. Cela n'étant pas toujours le cas en pratique, l'autre possibilité est de prélever l'échantillon au moyen d'une sonde à partir de plusieurs sacs pris au hasard. Les traitements aux pesticides étant souvent dirigés vers la surface des sacs, il peut s'avérer nécessaire de procéder à un échantillonnage sélectif afin de mettre

en évidence l'effet de la position du sac dans la pile et la pénétration du pesticide dans le sac. Comme pour les conteneurs de vrac, au moins trois échantillons devront être collectés et analysés.

Échantillonnage de fruits et légumes en station de conditionnement

97. Lorsque des traitements après récolte sont appliqués à des fruits et légumes en station de conditionnement, un nombre approprié d'échantillons est prélevé afin de déterminer la fourchette des concentrations de résidus résultant des variations dans le processus de traitement. Il peut s'avérer nécessaire de tenir compte des effets que les concentrations du bain ou de la pulvérisation, la température, la durée du traitement, le séchage (après les bains) et la manipulation ultérieure peuvent avoir sur la teneur en résidus.

98. Les fruits et légumes traités après récolte sont conservés ou emballés dans des conteneurs ou des fleins commerciaux et stockés à température ambiante ou en chambre froide conformément aux usages commerciaux courants. Le prélèvement des échantillons au jour 0 est réalisé une fois le produit sec. Les échantillons sont ensuite retirés des conteneurs commerciaux pour analyse à des intervalles adéquats représentant la durée attendue entre le traitement et la commercialisation du produit. Le taux de disparition ou de dégradation de certains résidus varie selon que le produit est conservé dans un conteneur scellé, partiellement scellé ou ouvert à l'air libre.

**Tableau 1. Produits agricoles bruts et aliments pour animaux dérivés de plantes cultivées
(compilé à partir du manuel FAO)**

| Culture | Produit agricole brut | Produit à analyser | Taille de l'échantillon |
|---|-----------------------|---|---|
| Agrumes | | | |
| Orange, citron, clémentine, mandarine, pamplemousse, tangélo, tangerine, etc. | Fruit entier | Produit entier. Analyser l'écorce et la pulpe séparément ; calculer et exprimer la quantité de résidu pour le produit entier. | 12 fruits prélevés en plusieurs endroits sur 4 arbres différents. Si l'échantillon obtenu pèse moins de 2 kg, prélever plus de fruits jusqu'à atteindre le poids nécessaire. |
| Fruits à pépins | | | |
| Pomme, poire, coing, pommette, etc. | Fruit | Produit entier après enlèvement des pédoncules. | 12 fruits prélevés en plusieurs endroits sur 4 arbres différents. Si l'échantillon obtenu pèse moins de 2 kg, prélever plus de fruits jusqu'à atteindre le poids nécessaire. |
| Fruits à noyau | | | |
| Abricot, nectarine, pêche, prune, cerise douce, griotte (cerise acide), mirabelle, etc. | Fruit | Produit entier après enlèvement du pédoncule et des noyaux, mais la quantité de résidu est calculée et exprimée pour tout le fruit. | 12 fruits prélevés en plusieurs endroits sur 4 arbres différents. Si l'échantillon obtenu pèse moins de 2 kg, prélever plus de fruits jusqu'à atteindre le poids nécessaire. Relever le rapport pondéral noyau/pulpe. |

| Culture | Produit agricole brut | Produit à analyser | Taille de l'échantillon |
|---|-----------------------|---|--|
| Baies | | | |
| Mûre, framboise (noire et rouge), mûre de Boysen, myrtille, groseille à maquereau, airelle, mûre sauvage, sureau, mûre de Logan | Baie | Produit entier après enlèvement des calices et des pédoncules. | 0.5 kg provenant de 12 zones ou 6 arbustes différents. |
| Fraise | Baie | Produit entier après enlèvement des calices et des pédoncules. | 1 kg provenant de 12 plantes différentes. |
| Canneberge | Baie | Produit entier après enlèvement des calices et des pédoncules. | 1 kg provenant de 12 zones ou arbustes différents. |
| Groseille | Fruit | Produit entier y compris les pédoncules. | 0.5 kg provenant de 12 zones ou 6 arbustes différents. |
| Raisin (raisin de table ; raisin de cuve) | Fruit | Produit entier après enlèvement des rafles et des pédoncules. | 12 grappes, ou parties de 12 grappes provenant d'au moins 4 vignes différentes pour un échantillon d'au moins 1 kg. |
| Fruits (sub)tropicaux à écorce comestible | | | |
| Datte, olive | Fruit frais | Produit entier après enlèvement des pédoncules et noyaux, mais la teneur en résidu est calculée et exprimée pour le fruit entier. | 1 kg provenant de plusieurs emplacements sur 4 arbres. Relever le rapport pondéral noyau/pulpe. |
| Figue | Fruit | Produit entier. | 1 kg provenant de plusieurs endroits sur 4 arbres différents. |
| Kumquat | Fruit | Produit entier. | 12 fruits prélevés en plusieurs endroits sur 4 arbres différents ou plus si nécessaire pour obtenir un échantillon de 2 kg |

| Culture | Produit agricole brut | Produit à analyser | Taille de l'échantillon |
|---|-----------------------|--|--|
| Fruits (sub)tropicaux à écorce non comestible | | | |
| Note : Pour tous les fruits tropicaux ou subtropicaux dont l'écorce n'est pas comestible, analyser l'écorce et la pulpe séparément ; calculer et exprimer le résidu (LMR) pour le produit entier | | | |
| Avocat, litchi (= letchi), mangue | Fruit | Produit entier après enlèvement du noyau mais la teneur en résidus est calculée pour le fruit entier. | 12 fruits prélevés en plusieurs endroits sur 4 arbres différents (si l'échantillon obtenu pèse moins de 2 kg, prélever plus de fruits jusqu'à atteindre le poids nécessaire). Relever le rapport pondéral noyau/pulpe. |
| Banane, banane plantain | Fruit entier | Produit entier, y compris la peau, après enlèvement des tissus de la couronne et des tiges. | 24 fruits. Prélever chaque fois deux doigts au sommet, au milieu et à la base sur quatre régimes récoltables. Des données de terrain sur les résidus sont fournies pour les bananes ensachées et les bananes non ensachées. |
| Kiwi, fruit de la passion, papaye, grenade, goyave | Fruit | Produit entier | 12 fruits prélevés en plusieurs endroits sur 4 arbres différents. Si l'échantillon obtenu pèse moins de 2 kg, prélever plus de fruits jusqu'à atteindre le poids nécessaire. |
| Ananas | Fruit | Produit entier après enlèvement de la couronne. | 12 fruits |
| Fruits à coque | | | |
| Amande | Amande | Produit entier après enlèvement de l'amandon et de la coque. | 1 kg prélevé sur toutes les parties de l'arbre, au sommet et à la base, dans les zones exposées et celles couvertes par le feuillage. |
| | Amandons | Produit entier après enlèvement de la coque et de l'amande. | 1 kg |
| Autres fruits à coque (noisette, noix, noix de pécan, châtaigne, pistache) | Amande | Produit entier après enlèvement de la coque, de l'enveloppe ou de la cosse. Les châtaignes sont analysées entières dans la peau. | 1 kg prélevé sur toutes les parties de l'arbre ou du buisson, au sommet et à la base, dans les zones exposées et celles couvertes par le feuillage. |

| Culture | Produit agricole brut | Produit à analyser | Taille de l'échantillon |
|---|---|--|--|
| Noix de coco | Noix de coco (amande et liquide ensemble) | Produit entier après enlèvement de la coque. Analyser séparément l'amande (= pulpe) et le liquide (= lait) ; calculer et exprimer la teneur en résidu sur toute la partie comestible (amande et liquide). | 12 noix |
| Racines et tubercule | | | |
| Les racines et les tubercules peuvent être légèrement rincés sous l'eau courante froide ; brosser doucement avec une brosse à poils souples pour retirer s'il y a lieu la terre meuble et les débris, puis sécher en tapotant doucement avec un morceau d'essuie-tout propre. | | | |
| Betterave fourragère, betterave sucrière | Racine Fanes (feuilles) | Les feuilles avec inflorescences sont séparées des racines. | 12 plantes |
| Betterave potagère, (= betterave rouge) | Racine Fanes (feuilles) | Produit entier après enlèvement des feuilles visiblement décomposées ou flétries. Les feuilles sont séparées des racines. | 12 plantes |
| Carotte | Racine | À l'aide d'un couteau, retirer avec soin les fanes au niveau de la base des collets, au point d'attache le plus bas des pétioles extérieurs. Si un anneau de tissu racinaire est sectionné par cette opération et séparé des racines coronales, le recombinaison avec les racines. | 12 racines (l'échantillon pèse au moins 2 kg – si besoin est, prélever plus de racines jusqu'à atteindre le poids nécessaire) |
| Manioc = tapioca | Racines | Produit entier après enlèvement des parties aériennes. | 12 à 24 racines provenant de 6 plantes au moins (l'échantillon pèse au moins 2 kg – si besoin est, prélever plus de racines jusqu'à atteindre le poids nécessaire) |
| Céleri-rave | Racine | Enlever la terre adhérente. | 12 plantes |

| Culture | Produit agricole brut | Produit à analyser | Taille de l'échantillon |
|--|--|---|---|
| Chicorée, Salsifis | Racine Parties aériennes (feuilles) | Produit entier après enlèvement des feuilles visiblement décomposées ou flétries. | 12 racines (l'échantillon pèse au moins 2 kg – si besoin est, prélever plus de racines jusqu'à atteindre le poids nécessaire) |
| Raifort | Racine | Produit entier après enlèvement de la terre. | 12 racines (l'échantillon pèse au moins 2 kg – si besoin est, prélever plus de racines jusqu'à atteindre le poids nécessaire) |
| Topinambour | Tubercule | Produit entier après enlèvement des fanes. | 12 tubercules (l'échantillon pèse au moins 2 kg – si besoin est, prélever plus de tubercules jusqu'à atteindre le poids nécessaire) |
| Panais, rutabaga (= chou-navet), | Racine | Produit entier après enlèvement du bouquet foliaire. | 12 racines (l'échantillon pèse au moins 2 kg – si besoin est, prélever plus de racines jusqu'à atteindre le poids nécessaire.) |
| Pomme de terre, patate douce, igname | Tubercule | Produit entier après enlèvement des fanes. | 12 grands tubercules ou 24 petits provenant de 6 plantes au moins (l'échantillon pèse au moins 2 kg – si besoin est, prélever plus de tubercules jusqu'à atteindre le poids nécessaire) |
| Radis, Navet | Racine Fanés (feuilles) | Produit entier après enlèvement des fanes. | 12 racines (l'échantillon pèse au moins 2 kg – si besoin est, prélever plus de racines jusqu'à atteindre le poids nécessaire.) |
| Taro | Corme feuillage | Produit entier après enlèvement des fanes | 12 cormes (l'échantillon pèse au moins 2 kg – si besoin est, prélever plus de cormes jusqu'à atteindre le poids nécessaire) |
| Légumes-bulbes | | | |
| Les légumes-bulbes peuvent être légèrement rincés sous l'eau courante froide ; brosser doucement avec une brosse à poils souples pour retirer s'il y a lieu la terre meuble et les débris, puis sécher en tapotant doucement avec un morceau d'essuie-tout propre. | | | |
| Oignon, ail, échalote | Bulbe | Produit entier après enlèvement des racines (et du feuillage) et de toute peau parcheminée pouvant être facilement ôtée. | 12 bulbes provenant de 12 plantes différentes (l'échantillon pèse au moins 2 kg – si besoin est, prélever plus de bulbes jusqu'à atteindre le poids nécessaire.) |

| Culture | Produit agricole brut | Produit à analyser | Taille de l'échantillon |
|--|----------------------------------|---|---|
| Oignon vert (= ciboules) | Plante entière, sans les racines | Légume entier après enlèvement des racines. | 24 plantes (l'échantillon pèse au moins 2 kg – si besoin est, prélever plus de plantes jusqu'à atteindre le poids nécessaire.) |
| Légumes-fruits | | | |
| Concombre | Fruit | Produit entier après enlèvement des pédoncules. | 12 fruits provenant de 12 plantes différentes |
| Aubergine | Fruit | Produit entier après enlèvement des pédoncules. | 12 fruits provenant de 12 plantes différentes pour un échantillon d'1 kg au minimum (dans le cas de variétés de petite taille). |
| Cornichon | Fruit | Produit entier après enlèvement des pédoncules. | 12 fruits provenant de 12 plantes différentes (l'échantillon pèse au moins 2 kg – si besoin est, prélever plus de fruits jusqu'à atteindre le poids nécessaire.) |
| Melon brodé (= melon ; inclut les melons cantaloup, Casaba, Crenshaw, etc., mais pas la pastèque), citrouille, pastèque, potiron | Fruit | Produit entier après enlèvement des pédoncules. Analyser l'écorce et la pulpe séparément ; calculer et exprimer la quantité de résidu pour le produit entier. | 12 fruits provenant de 12 plantes différentes |
| Courge d'été | Fruit | Produit entier après enlèvement des pédoncules. | 12 fruits provenant de 12 plantes différentes (l'échantillon pèse au moins 2 kg – si besoin est, prélever plus de fruits jusqu'à atteindre le poids nécessaire) |
| Tomate, Poivron (piment doux) et piment | Fruit | Produit entier après enlèvement des pédoncules. | 24 fruits pour les variétés à petits fruits, 12 pour les variétés à grands fruits, issus dans tous les cas de 12 plantes. (L'échantillon pèse au moins 2 kg ; si besoin est, prélever plus de fruits jusqu'à atteindre le poids nécessaire) |
| Gombo | Fruit (cosses) | Produit entier après enlèvement des pédoncules. | 1 kg |

| Culture | Produit agricole brut | Produit à analyser | Taille de l'échantillon |
|---|---|--|--|
| Brassicacées | | | |
| Brocoli | Inflorescence et pédoncule | Analyser les inflorescences et pédoncules, jeter les feuilles. | 1 kg provenant de 12 plantes |
| Choux de Bruxelles | Bourgeons | Analyser les bourgeons uniquement. | 1 kg provenant de 12 plantes. Les bourgeons sont prélevés à deux niveaux au moins sur chaque plante. |
| Chou pommé (chou blanc ; chou rouge ; chou de Savoie) | Têtes fraîches, avec les feuilles extérieures de la pomme | Produit entier après enlèvement des feuilles visiblement décomposées ou flétries. | 12 plantes |
| Chou-fleur | Inflorescence et pédoncule | Analyser la pomme et les pédoncules, jeter les feuilles. | 12 plantes |
| Chou cavalier (collard) | Légume vert | Produit entier après enlèvement des feuilles visiblement décomposées ou flétries. | 1 kg provenant de 12 plantes |
| Chou frisé | Feuilles | Produit entier après enlèvement des feuilles visiblement décomposées ou flétries. | 2 kg provenant de 12 plantes prélevés à au moins deux niveaux de chaque plante. |
| Chou-rave | Pomme sans les feuilles | Produit entier après enlèvement des fanes et des feuilles visiblement décomposées ou flétries. | 12 plantes |
| Légumes-feuilles | | | |
| Cresson | Feuilles et pédoncules | Produit entier | 1 kg |
| Laitue à couper, chicorée/escarole/scarole | Feuilles | Produit entier après enlèvement des feuilles visiblement décomposées ou flétries. | 12 plantes |
| Laitue pommée | Tête fraîche, avec les feuilles extérieures de la pomme | Produit entier après enlèvement des feuilles visiblement décomposées ou flétries. | 12 plantes |

| Culture | Produit agricole brut | Produit à analyser | Taille de l'échantillon |
|---|---|---|---|
| Feuilles de moutarde, épinard, bette | Légume vert (feuilles) | Produit entier après enlèvement des feuilles visiblement décomposées ou flétries. | 1 kg provenant de 12 plantes |
| Cresson de fontaine | Feuilles et pédoncules | Produit entier après enlèvement des feuilles visiblement décomposées ou flétries. | 0.5 kg provenant de 12 plantes au minimum |
| Mâche | Feuilles et pédoncules | Produit entier | 1 kg |
| Feuilles de colza | Légume vert (feuilles) | Produit entier | 1 kg |
| Fines herbes | | | |
| Persil | Feuilles fraîches | Produit entier après enlèvement des feuilles visiblement décomposées ou flétries. | 0.5 kg de produit frais, 0.2 kg de produit sec |
| Menthe (menthe verte et menthe poivrée) | Parties aériennes (feuilles et pédoncules) | Produit entier | 0.5 kg de produit frais, 0.2 kg de produit sec |
| Autres fines herbes | Feuilles fraîches | Produit entier | 0.5 kg provenant de 12 plantes au minimum |
| Légumes à tige | | | |
| Artichaut | Tête | Produit entier après enlèvement des feuilles visiblement décomposées ou flétries | 12 têtes (l'échantillon pèse au moins 2 kg – si besoin est, prélever plus de têtes jusqu'à atteindre le poids nécessaire) |
| Asperge, rhubarbe | Turions (tiges) Les asperges sont soigneusement nettoyées à l'eau froide | Tiges uniquement | 12 tiges provenant de 12 plantes différentes (L'échantillon pèse au moins 2 kg – si besoin est, prélever plus de tiges jusqu'à atteindre le poids nécessaire) |
| Céleri | Tige non taillée (pétiole) | Produit entier | 12 plantes |
| Poireau | Plante entière | Produit entier | 12 plantes, 2 kg au minimum |
| Champignons | | | |
| Champignon | Pied et chapeau | Produit entier après enlèvement de la terre adhérente. | 12 unités (l'échantillon pèse au moins 0.5 kg – si besoin est, prélever plus d'unités jusqu'à atteindre le poids nécessaire) |

| Culture | Produit agricole brut | Produit à analyser | Taille de l'échantillon |
|---|--|--|--|
| Légumineuses | | | |
| Haricots frais ¹ | Haricots (verts) avec la cosse ; Graines (vertes) immatures | Produit entier (le haricot entier avec ou sans la cosse selon la culture cible). | Haricots avec cosse : 24 unités ou 0.5 à 1 kg ; graines (vertes) immatures : 1 kg |
| | Fourrage et paille de haricots | Produit entier | 0.5 à 1 kg |
| Haricots secs ² | Graines sèches | Produit entier (sans les cosses) | 1 kg |
| | Paille | Produit entier | 0.5 à 1 kg de paille |
| Dolique à œil noir | Graine | Produit entier | 1 kg |
| | Paille | | 0.5 kg |
| | Fourrage | | 1.0 kg |
| Lentille sèche, lupin | Graine | Graine entière après enlèvement de la cosse | 1 kg |
| | Fourrage et paille | Produit entier | Entre 0.5 et 1 kg |
| Haricot mungo ³ | Haricot Germes de haricot | Produit entier | 1 kg |
| | Fourrage | Produit entier | Entre 0.5 et 1 kg |
| Pois frais | Pois (verts) avec la cosse | Produit entier (pois entier avec ou sans la cosse, selon la culture cible.) | 24 unités ou 0.5 kg minimum |
| | Graines (vertes) immatures | | 1 kg de graines (vertes) immatures |
| | Paille et fourrage de pois | Produit entier | 0.5 à 1 kg |
| Pois sec | Semences sèches | Produit entier (sans les cosses). | 1 kg de semences sèches |
| | Plante grimpante | Produit entier | 0.5 à 1 kg |
| Pois des champs (= pois fourrager) ⁴ | Graine | Produit entier | 1 kg |
| | Tiges | | 1 kg |
| | Paille | | 0.5 kg |
| Graines céréalières | | | |
| Orge | Grain | Produit entier (grain et cosse). | 1 kg |
| | Foin | Produit entier. | 0.5 kg |
| | Paille | Produit entier. | 0.5 kg |
| Sarrasin (= blé noir) | Graine | Produit entier – semence et cosse | 1 kg |

| Culture | Produit agricole brut | Produit à analyser | Taille de l'échantillon |
|---------------------------------|--|--|--|
| Maïs de plein champ (= maïs) | Grain | Produit entier (grain sans la spathe ni la rafle) | 1 kg |
| | Fractions de grains aspirées ⁵ | Exigences en Amérique du Nord – se reporter à OPPTS 860.1500 et à la directive 98-02 | |
| | Fourrage, tiges et feuilles ⁶ | Produit entier | 12 plantes. (Couper chaque tige en trois sections de longueur égale - conserver les feuilles - Prendre la partie supérieure des tiges 1 à 4, la partie médiane des tiges 5 à 8 et la partie inférieure des tiges 9 à 12, pour que l'échantillon contienne bien des morceaux de chacune des 12 tiges) |
| | Autre fourrage | | Fourrage (maïs vert ou maïs d'ensilage) : 12 plantes ou 1 kg au minimum. (Couper chaque tige et sous-échantillonner comme ci-dessus, en conservant les rafles présentes sur les parties correspondantes de la tige) |
| Maïs à éclater | Grain | Produit entier (grain sans la spathe ni la rafle) | 1 kg |
| | Fourrage de tiges et feuilles ⁶ | Produit entier | Voir Maïs de champ |
| Maïs doux | Maïs doux (grains et rafle, mais sans la spathe) | Grains et rafle, mais sans la spathe | 12 épis provenant de 12 plantes (l'échantillon pèse au moins 0.5 kg – si besoin est, prélever plus d'épis jusqu'à atteindre le poids nécessaire) |
| | Fourrage de tiges et feuilles ⁶ | Produit entier | Voir Maïs de champ |
| Avoine, seigle, millet | Fourrage | Produit entier | 1 kg |
| | Foin | | 0.5 kg |
| | Paille | | 0.5 kg |
| | Grain | | 1 kg |
| Riz | Paille | Produit entier | 0.5 kg |
| | Grain | | 1 kg |
| Sorgho | Grain | Produit entier | 1 kg |
| | Fourrage | | 1 kg |
| | Fourrage de tiges et feuilles ⁷ | | 1 kg |
| | Fractions de grains aspirées ⁵ | Exigences en Amérique du Nord – se reporter à OPPTS 860.1500 et à la directive 98-02 | |

| Culture | Produit agricole brut | Produit à analyser | Taille de l'échantillon |
|---|---|--|---|
| Sorgho sucrier | Tige | Produit entier | 0.5 kg |
| Sorgho fourrager, sorgho menu | (Voir Herbe) | Produit entier | 1 kg |
| Triticale | Grain | Produit entier. | 1 kg |
| | Fourrage | | 1 kg |
| | Foin | | 0.5 kg |
| | Paille | | 0.5 kg |
| Blé | Grain | Produit entier | 1 kg |
| | Fourrage | | 1 kg |
| | Foin | | 0.5 kg |
| | Paille | | 0.5 kg |
| | Fractions de grains aspirées ⁵ | Exigences en Amérique du Nord – se reporter à OPPTS 860.1500 et à la directive 98-02 | |
| Oléagineux | | | |
| Navette = graine de colza = colza = canola | Semence | Produit entier. | 0.5 kg |
| | Fourrage et paille | Produit entier | 0.5 à 1 kg |
| Coton | Semence non délintée | Produit entier | 1 kg, avec ou sans la fibre, provenant de 12 points de la parcelle. |
| | Sous-produits de l'égrenage ⁸ | | 0.5 kg |
| Lin = graines de lin | Semence | Produit entier | 0.5 kg provenant d'au moins 12 zones différentes de chaque parcelle |
| Cacahuète | Amande | Produit entier | 1 kg |
| | Foin | | 0.5 kg |
| Carthame | Semence | Produit entier | 0.5 kg |
| Sésame | Semence | Produit entier | Entre 1 et 2 kg provenant de 12 zones différentes de la parcelle. |
| Soja | Fourrage | Produit entier | 1 kg |
| | Foin | Produit entier | 0.5 kg |
| | Semence sèche | Produit entier | 0.5 kg |
| | Fractions de grains aspirées | Exigences en Amérique du Nord – se reporter à OPPTS 860.1500 et à la directive 98-02 | |
| Tournesol | Semence sèche | Produit entier | 0.5 kg |
| Plantes à boisson | | | |
| Cacao | Fève | Produit entier | 1 kg |
| Caroube | Fève verte | | 1 kg |
| Café | Grain | | 1 kg |

| Culture | Produit agricole brut | Produit à analyser | Taille de l'échantillon |
|--|---------------------------------------|---|---|
| Autres | | | |
| Ginseng | Racine séchée | Produit entier | 12 racines (l'échantillon pèse au moins 2 kg – si besoin est, prélever plus de racines jusqu'à atteindre le poids nécessaire) |
| Houblon | Cônes de houblon séchés | Produit entier | Prélever des échantillons de cônes verts sur au moins 4 plantes. Choisir des cônes de toutes les parties de la plante, au sommet et à la base, dans les zones exposées et celles couvertes par le feuillage. Le produit final comporte au moins 0.5 kg de cônes séchés. |
| Piment = piment de la Jamaïque | Fruit | Produit entier après enlèvement des pédoncules. | 24 fruits pour les variétés à petits fruits, 12 pour les variétés à grands fruits, issus dans tous les cas de 12 plantes. (L'échantillon pèse au moins 2 kg – si besoin est, prélever plus de fruits jusqu'à atteindre le poids nécessaire) |
| Épices ⁹ | Fraîches (telles que commercialisées) | Produit entier | 0.5 kg (0.2 kg poids sec) |
| Canne à sucre et têtes de canne à sucre | Canne | Produit entier | 2 kg au minimum. Choisir des cannes entières dans 12 zones de la parcelle et prélever de courtes sections (par exemple, 20 cm) de toutes les parties de la longueur des cannes. |
| Thé ¹⁰ (<i>Camellia sinensis</i>) | Feuilles cueillies et séchées | Produit entier | 0.2 kg de feuilles séchées |
| Fourrage pour alimentation animale | | | |
| Luzerne | Fourrage | Produit entier | 0.5 à 2 kg |
| | Foin | | 0.5 kg |
| Trèfle | Fourrage | Produit entier | 1 kg |
| | Foin | | 0.5 kg |
| Coronille | Fourrage | Produit entier | 1 kg |
| | Foin | | 0.5 kg |
| Herbe (pâturage et parcours) | Fourrage | Produit entier | 1 kg |
| | Foin | | 0.5 kg |

| Culture | Produit agricole brut | Produit à analyser | Taille de l'échantillon |
|-----------|-----------------------|--------------------|-------------------------|
| Lespedeza | Fourrage | Produit entier | 0.5 à 2 kg |
| | Foin | | 0.5 kg |
| Sainfoin | Foin | Produit entier | 1 kg |
| | Fourrage | | 0.5 kg |
| Lupuline | Fourrage | Produit entier | 1 kg |
| | Foin | | 0.5 kg |
| Vesce | Fourrage | Produit entier | 1 kg |
| | Foin | | 0.5 kg |

¹ Graine immature sans la cosse pour les haricots consommés écosés (par exemple les haricots de Lima) ; graine immature avec la cosse pour les haricots mange-tout.

² Haricots secs à écosser

³ Les informations sur le haricot Mungo s'appliquent aussi aux germes, sauf si le produit est appliqué sur les germes en tant que tels.

⁴ N'inclut pas les cultivars de pois des champs en conserve utilisés dans l'alimentation humaine. Inclut les cultivars destinés à l'alimentation du bétail uniquement. Tiges de pois : l'échantillon peut être prélevé à tout moment une fois que les cosses ont commencé à se former et contiennent environ 25 % de MS (matière sèche). Paille de pois des champs : couper la plante immature entre la pleine floraison et la formation de la cosse. Le foin est généralement séché au champ jusqu'à ce que son degré d'humidité se situe entre 10 et 20 %.

⁵ Fractions de grains aspirées (auparavant appelées poussière de grain). Poussière recueillie dans les silos à grains pour des raisons environnementales et de sécurité. Des données sur les résidus sont fournies pour toute utilisation après récolte sur du maïs, du sorgho, du soja ou du blé. Pour toute utilisation avant récolte après le début de l'étape de reproduction et la formation des infrutescences, il est utile de fournir des données, à moins que la quantité de résidus dans le grain ne soit inférieure à la limite de quantification de la méthode analytique. En cas d'utilisation avant récolte au cours de la période de végétation (avant le début de l'étape de reproduction), des données ne seront normalement pas nécessaires, à moins que l'étude du métabolisme de la plante ou de sa transformation ne mette en évidence une concentration de résidus préoccupante sur le plan réglementaire dans un tégument externe (par exemple, son de blé, soja, cosses de soja). Les données requises varient selon l'autorité réglementaire.

⁶ Fourrage de maïs : tiges mures séchées débarrassées des grains ou de tout l'épi (rafle + grains), renfermant 80 à 85 % de MS.

⁷ Fourrage de sorgho : tiges mures séchées débarrassées des grains, renfermant 80 à 85 % de MS.

⁸ Sous-produits de l'égrenage du coton. Résidus végétaux issus de l'égrenage du coton, et constitués d'enveloppes, de feuilles, de tiges, de peluches, de graines immatures, de sable et d'impuretés. Le coton est récolté mécaniquement (écapsuleuse) de façon à obtenir une représentation adéquate des résidus végétaux résultant de l'égrenage. Généralement, les essais au champ ne sont nécessaires que pour les récoltes avec écapsuleuse. Aucune donnée n'est requise pour les récoltes avec cueilleuse.

⁹ Les épices comprennent les graines, bourgeons, écorces, baies, cosses et racines aromatiques, consommés et commercialisés essentiellement sous forme séchée.

¹⁰ Des données sur les résidus sont requises pour les feuilles ramassées une à une (ou fraîchement cueillies) et le thé séché.

ANALYSE DES RÉSIDUS

99. Les analytes inclus dans la définition du résidu aux fins de l'évaluation des risques et de l'application de la réglementation, qui ont été préalablement identifiés lors des études sur le métabolisme des plantes puis définis dans le document d'orientation de l'OCDE sur la définition du résidu (*OECD Guidance Document on the Definition of Residue*), sont quantifiés au moyen de méthodes analytiques appropriées (voir le document d'orientation de l'OCDE sur les méthodes d'analyse des résidus de pesticides, *OECD Guidance Document on Pesticide Residue Analytical Methods*). Les études de validation de la méthode de récupération par ces procédés sont menées parallèlement aux analyses de résidu des échantillons de chaque essai au champ, ceci en vue de recueillir des informations sur les taux de récupération des composés testés dans les substrats d'essai pour différents niveaux de dopage et à l'aide des méthodes d'analyse définies, ainsi que d'établir une limite de quantification validée.

NOMBRE D'ESSAIS AU CHAMP DE PLANTES CULTIVÉES

Combinaison d'ensembles de données pour un produit donné

100. En général, les pays ou régions politiques de l'OCDE exigent que les essais au champ soient menés en un nombre prédéfini, suivant une certaine répartition géographique et dans le respect de la BPA critique, afin d'obtenir les données qui permettront d'estimer la médiane des résidus en essais contrôlés, la valeur de résidu la plus élevée et la LMR. Il en sera de même si l'on souhaite estimer ces trois éléments à partir d'essais menés suivant une même BPA dans plus d'un pays ou d'une région. Sous réserve que la BPA retenue soit équivalente, les résultats d'essais menés au sein d'au moins deux pays ou régions seraient pris en compte pour déterminer la médiane des résidus en essais contrôlés, la valeur de résidu la plus élevée et la LMR applicables à un produit donné.

101. Les lignes directrices actuellement en vigueur dans les pays et régions de l'OCDE précisent le nombre d'essais au champ nécessaires en fonction des facteurs suivants :

1. Régions de production de la plante cultivée, souvent définies ou identifiées par des pratiques (par exemple, irrigation : sous couvert végétal ou par aspersion ; densité de plantation des arbres fruitiers), des sols et des propriétés climatiques communes.
2. Importance de la culture au sein d'un pays ou d'une région de production, le plus souvent déterminée par la superficie en production (en acres ou en hectares) ou les quantités produites (en tonnes). Une culture peut être jugée d'importance mineure ou majeure sur la base de ces critères. Toutes les autorités réglementaires n'ont pas défini la superficie ou la quantité de production qui qualifient les cultures d'importance mineure.
3. Importance dans le régime alimentaire de la population.

102. Compte tenu de ces facteurs, les autorités réglementaires de différents pays de l'OCDE ont chacune déterminé le nombre minimum d'essais au champ de plantes cultivées requis pour homologuer une utilisation sur une culture donnée et pour fixer une LMR adéquate.

103. La répartition géographique des essais au champ dans une région ou un pays sert à garantir que des données seront disponibles pour les essais menés dans les zones de production clés, et qu'une diversité suffisante de pratiques horticoles sera représentée au sein de l'ensemble de données tiré de ces essais. Des analyses spécifiques concernant l'influence du climat et de l'écologie sur les concentrations de résidus ont été réalisées (FAO/OCDE) ou sont en cours aux États-Unis et au

Canada. Jusqu'à leur achèvement, l'importance de la situation géographique reste mal connue. Les premiers résultats indiquent toutefois que les méthodes de production influent sans doute davantage sur les teneurs en résidus que la situation géographique.

104. Bien que les essais menés dans les pays et régions sont effectués conformément aux BPAC de chaque zone, à ce jour aucune analyse définitive n'autorise des essais combinant des taux d'application ou des DAR très divergents. Toutefois, une variation de +/- 25 % pour le DAR, le taux d'application ou le nombre des applications est actuellement jugée acceptable (règle des 25 %).

Soumissions complètes

105. Dans le cas d'une soumission complète pour tous les pays de l'OCDE où la BPA souhaitée est uniforme (c'est-à-dire où il existe un écart maximal de 25 % pour l'un des paramètres clés), il est possible de diminuer de 40 % le nombre total d'essais par rapport à la somme de tous les essais requis dans les différents pays. L'idée est que le nombre d'essais spécifié pour chaque région de production d'une culture reflète l'importance économique (surface cultivée) et/ou l'importance alimentaire de cette culture dans cette région de production. De ce fait, il n'est pas utile de s'intéresser plus précisément à la superficie ou à l'apport alimentaire représentés par une culture/un produit ni de déterminer pour l'ensemble de la zone si une culture est majeure ou mineure du point de vue de la superficie, de l'apport alimentaire ou des échanges dans l'optique de déterminer le nombre minimum d'essais au champ requis pour une soumission complète.

106. La réduction du nombre total d'essais dans un pays ou une région de production quelconques de la zone OCDE est compensée par le nombre total d'essais au champ réalisés pour constituer un ensemble complet de données et par la distribution géographique plus large de ces données. Avec cette réduction de 40 %, les autorités réglementaires reçoivent certes les résultats d'un plus faible nombre d'essais menés dans leur région ou pays particulier, mais elles reçoivent au total ceux d'un plus grand nombre d'essais répartis sur une zone plus étendue. Il existe des précédents de cette approche dans les pays et régions de l'OCDE.

107. Pour pouvoir faire l'objet d'une soumission complète, tous les essais remplissent les critères suivants :

- (1) Les essais au champ sont menés conformément à la BPAC (avec un écart toléré de +/- 25 % sur le taux d'application, le nombre d'applications ou le DAR). Au moins 50 % des essais remplissent les critères de la BPAC ou les dépassent (dans la limite de 25 %). Dans ce but, les essais dont les taux d'application prévus correspondent à la BPAC mais dont les taux effectifs lui sont inférieurs de 10 % au plus (en raison, par exemple, de la variabilité normale lors de la préparation des solutions de vaporisation) sont jugés acceptables. De plus, certaines autorités exigent qu'au moins 50 % des essais soient des études de dissipation (voir paragraphes 49 à 52).
- (2) Les essais englobent un éventail de pratiques de production représentatives de chaque culture, y compris celles susceptibles de donner lieu à la valeur de résidu la plus élevée (par exemple, culture irriguée ou non irriguée, production en espalier ou non, plantation en automne ou au printemps, etc.).

108. Toute diminution du nombre des essais au champ devra être répartie de manière proportionnelle entre les différentes régions de production, comme le montre l'exemple de l'orge ci-après (réduction de 40 %). Le document d'orientation de l'OCDE sur les études consacrées à la chimie des résidus contient un tableau indiquant le nombre d'essais pour des plantes cultivées dans tous ses

pays de l'OCDE. Si le nombre d'essais requis devait changer dans une région donnée, le nombre total et le nombre réduit d'essais requis serait modifié en conséquence.

| Pays ou région | EU/CAN | UE | JP | AUS | NZ | Total |
|------------------------------------|--------|----|----|-----|----|-------|
| Nombre sans diminution | 24 | 16 | 2 | 8 | 4 | 54 |
| Nombre avec une diminution de 40 % | 14 | 10 | 2 | 5 | 2 | 33 |

En aucun cas le nombre d'essais pour une région particulière de production ne descendra au-dessous de deux. Ainsi, dans cet exemple les 40 % ne s'appliquent pas au Japon, aussi le nombre total d'essais est-il de 33 et non 32, chiffre qui correspondrait à une diminution effective de 40 % pour 54 essais.

109. Le nombre minimum d'essais pour une culture quelconque dans le cadre d'une soumission complète est de huit au total. En outre, le nombre total d'essais à mener ne peut être inférieur au chiffre requis pour une région donnée quelconque. Par exemple, certaines cultures comme les haricots de Lima secs comptent un nombre total d'essais (14) inférieur à celui requis dans la seule Union européenne (16). (Pour plus de détails, voir le document d'orientation de l'OCDE sur les études consacrées à la chimie des résidus).

110. Il importe de garder à l'esprit que cette stratégie globale ne vaut que pour les soumissions effectuées à l'échelle de la zone OCDE. Si, par exemple, la soumission LMR est à l'origine destinée aux États-Unis et au Canada, les lignes directrices à suivre en ce qui concerne le nombre des essais seront celles des pays concernés. Ainsi, si des LMR sont recherchées pour d'autres pays de l'OCDE, il faudra consulter les autorités réglementaires de ces pays pour déterminer quelles données sur les résidus y sont exigées. Par exemple, après l'établissement d'une LMR aux États-Unis et au Canada, si une autre LMR est recherchée dans l'UE pour la même utilisation, le demandeur peut s'informer auprès des autorités réglementaires communautaires sur la possibilité d'utiliser les données sur les résidus figurant dans la soumission destinée aux États-Unis et au Canada, et de réaliser moins d'essais au sein de l'Union.

111. Le tableau du nombre d'essais qui figure dans le document d'orientation de l'OCDE sur les études consacrées à la chimie des résidus ne concerne que les essais au champ de plantes cultivées et non les traitements en serre ou après récolte. Pour une soumission complète destinée à tous les pays de l'OCDE aux BPAc similaires, un minimum de 8 essais en serre est requis. Pour des essais de ce type, la question de la répartition géographique n'est généralement pas pertinente ; néanmoins, pour les ingrédients actifs sujets à la photodégradation, il faudra envisager de choisir des emplacements à différentes latitudes et durant des périodes hiver/été.

112. Le nombre d'essais après récolte pratiqués sur un produit est au minimum de quatre, compte tenu des techniques d'application, des installations d'entreposage et des matériaux de conditionnement utilisés. Comme il est spécifié aux paragraphes 96 et 97, au moins trois échantillons sont collectés et analysés dans les études portant sur des produits en vrac et ensachés.

INFORMATIONS GÉNÉRALES SUR LES GROUPES DE CULTURES ET L'EXTRAPOLATION

Extrapolation et principes des produits représentatifs

113. Les autorités de chaque pays utilisent des ensembles de données ciblées et des extrapolations pour évaluer l'exposition ou fixer des LMR à la fois pour les différents produits de cultures majeures et mineures et pour chaque groupe de produits agricoles végétaux. Ce mécanisme permet d'étendre l'utilisation des données des essais au champ de plusieurs (généralement deux ou trois) produits représentatifs aux autres produits du même groupe ou sous-groupe de cultures. Le regroupement des cultures et l'identification des produits représentatifs sont également essentiels pour maximiser l'applicabilité d'un ensemble de données ciblées établies pour des produits représentatifs à des utilisations mineures. Le produit représentatif (d'un groupe de produits) possède les caractéristiques suivantes : (1) il revêt une importance majeure en termes de production et de consommation et (2) il présente très probablement la valeur de résidu la plus élevée.

114. Les pays de l'OCDE ont mis en place un certain nombre de systèmes de regroupement des cultures et des produits afin d'établir quels produits sont susceptibles de présenter des teneurs en résidus similaires et dans quels cas il est possible d'envisager la définition de LMR pour le groupe ou le sous-groupe. Les caractéristiques des systèmes de regroupement des cultures et des produits sont les suivantes :

- La totalité ou la majorité des cultures d'un même groupe sont soumises à des exigences similaires en matière d'application de pesticides (BPA dans la limite de la règle des 25 %). Généralement, cela signifie que les utilisations homologuées (libellés d'étiquette) valent pour tout le groupe de cultures concerné ou pour un grand nombre des cultures de ce groupe.
- On attend des teneurs en résidus similaires dans tous les produits du groupe au moment de la récolte.

115. Il peut arriver qu'une culture majeure au sein d'un groupe de cultures ne présente pas la valeur de résidu la plus élevée. Du point de vue de l'exposition alimentaire, certaines autorités réglementaires admettent qu'une culture majeure puisse être considérée comme représentative du groupe dont elle fait partie en raison de la consommation plus faible des produits « mineurs ». Ce n'est néanmoins pas toujours le cas, la consommation de ces produits étant parfois très élevée dans certaines régions.

116. La formation des sous-groupes repose d'abord sur la forme et le port des plantes qui les constituent ; normalement, les données d'au moins un produit par sous-groupe sont nécessaires pour fixer une LMR pour tout un groupe. Par exemple, les agrumes sont parfois répartis dans les sous-groupes « grand diamètre » (orange, pamplemousse) et « petit diamètre » (citron, citron vert, mandarine). Un produit de chaque sous-groupe (par exemple, orange et mandarine) serait nécessaire pour établir une LMR commune à ce groupe. De même, les données de l'orange peuvent être extrapolées au pamplemousse (même sous-groupe).

117. La partie du produit qui est consommée peut également jouer sur la classification au sein d'un sous-groupe. Par exemple, les légumes-bulbes sont souvent regroupés comme suit : (1) ail, oignon, échalote et (2) ciboule ; la différence est que dans les produits du sous-groupe 1, seul le bulbe est consommé tandis que dans le sous-groupe 2, les parties aériennes sont également comestibles. Pour la plupart des applications de pesticides, on peut s'attendre à ce que les produits des deux sous-

groupes présentent des teneurs en résidus différentes. Il est, de ce fait, possible d'extrapoler les données de l'oignon à l'ail et à l'échalote, mais non à la ciboule.

118. Selon le principe du soutien mutuel, les essais portant sur deux produits apparentés et présentant des concentrations de résidus similaires peuvent être considérés ensemble pour la fixation des LMR de ces deux produits si le nombre d'essais menés pour l'un et/ou l'autre est insuffisant. Supposons, par exemple, que 8 essais ont été menés pour les pommes et 4 pour les poires, suivant la même BPA dans les deux cas et faisant état de concentrations de résidus comparables. Alors que quatre essais seraient jugés insuffisants pour fixer une LMR pour les poires, il serait possible d'estimer celle-ci sur la base des essais menés sur les deux fruits.

119. Il est conseillé aux demandeurs de contacter les différentes autorités réglementaires pour obtenir plus de précisions sur leurs politiques en matière de groupes de cultures et d'extrapolation des données.

Au-delà du groupe de cultures – extrapolation élargie

120. Il est aussi possible, dans certaines circonstances, d'extrapoler des données au-delà d'un groupe de cultures. En raison de son mode d'application – par exemple application foliaire en début de saison avant la formation de la partie comestible, traitement de semences ou application ciblée en tant qu'herbicide – ou bien en raison de ses propriétés – par exemple une dégradation rapide et non systémique, un pesticide peut systématiquement n'engendrer qu'une concentration faible ou nulle de résidus (< LQ ou à peine > LQ) pour un grand nombre de produits. Dans ce cas, il est possible de réaliser une extrapolation afin de fixer des LMR applicables à de nombreux produits ou groupes de produits agricoles au-delà de ceux étudiés pendant les essais au champ.

121. Des extrapolations au-delà des limites d'un groupe ou d'un sous-groupe de cultures sont également possibles au cas par cas pour des produits dont la forme, le volume et le poids sont très proches. En Australie, par exemple, les données obtenues pour les pommes, les poires et les nectarines peuvent être transposées au kaki, fruit subtropical.

122. La décision de fixer des LMR « étendues » sera prise au cas par cas sur la base des critères suivants :

- Mode d'application
- Systémique vs non systémique
- Stabilité (taux de dégradation)
- Teneurs en résidus mesurées sur plusieurs types de cultures et de produits

123. La détermination de l'équivalence de la BPA tient compte non seulement des instructions portées sur l'étiquette (taux, méthode d'application, calendrier, DAR) mais aussi des pratiques agronomiques locales susceptibles d'influer sur la teneur en résidus. Par exemple, les pratiques culturales appliquées au blé sont généralement semblables partout dans le monde, alors que celles utilisées pour la culture du raisin peuvent varier considérablement. Dans ce dernier cas, il convient de s'assurer que les BPA pertinentes sont effectivement les mêmes. Si des données appropriées sont disponibles, il sera utile de s'assurer de l'absence de différences entre les populations de données.

RAPPORT D'ÉTUDE

124. Les autorités réglementaires ont conscience que certaines sections de cette ligne directrice ne s'appliquent pas dans tous les cas. En conséquence, les demandeurs font appel à leur expertise scientifique pour décider quelles parties sont pertinentes pour une soumission de données spécifiques. En particulier, les utilisations telles que le traitement de semences et les applications après récolte présenteront des éléments non applicables à d'autres types de traitement ou devront être adaptées aux caractéristiques uniques de ces autres types d'utilisation. Par exemple, les caractéristiques d'une application au sol ne valent pas pour les applications après récolte.

(1) Sommaire/introduction

- (A) N° d'identification de l'étude, titre, auteur(s), date de publication, n° du rapport, dates de début et de fin de l'étude
- (B) Laboratoire d'essais
- (C) Ligne directrice pour l'essai, y compris écarts par rapport à celle-ci
- (D) Finalité de l'étude
- (E) Description et motifs légitimant le nombre total d'essais au champ et choix des sites (pays/régions)
- (F) Résultats – y compris explication des valeurs apparemment aberrantes ou atypiques, analyse de la représentation géographique (grandes régions agricoles), variations saisonnières (été/hiver, humide/sec, etc.) et représentativité des types et des variétés du produit agricole brut
- (G) Méthode employée au champ
- (H) Méthode d'analyse et instrumentation
- (I) Données de validation de la récupération assurée par la méthode analytique
- (J) Stabilité à l'entreposage. La période d'entreposage des échantillons est à comparer avec celles utilisées pour l'étude de stabilité à l'entreposage.
- (K) Analyse (portant notamment sur les mesures de contrôle de la qualité adoptées ; la conformité aux BPL ; le traitement statistique des données ; et les informations concernant les niveaux des composants de la définition de résidu présents dans ou sur le PAB (parties spécifiques de la plante) et résultant de l'application du produit pesticide formulé à une culture d'essai dans des conditions d'emploi particulières, ainsi que la stabilité à l'entreposage).
- (L) Conclusions

(2) Tableaux de données et autres représentations graphiques

- (A) Carte d'ensemble des sites d'essais au champ de plantes cultivées (par culture)
- (B) Tableaux récapitulatifs des résultats d'analyse des résidus pour chaque essai au champ
- (C) Représentations graphiques (par ex. dissipation des résidus, figures, diagrammes, etc.)
- (D) Tableaux récapitulatifs des données de récupération obtenues via la méthodologie analytique
- (E) Tableaux récapitulatifs des données de validation de la stabilité à l'entreposage
- (F) Chromatogrammes (le cas échéant)

(3) Informations/données brutes sur des essais individuels au champ (on fournira plus spécifiquement pour chacun des essais les informations suivantes) :

- (A) Substance d'essai (pesticide)
 - (i) Identification de l'ingrédient actif (i.a.) du pesticide d'essai, notamment nom chimique CAS et UICPA, nom usuel (par exemple, BSI, ISO) et nom donné par le fabricant à la substance expérimentale ou en développement

- (ii) Identification des formulations à usage pesticide utilisées dans l'essai au champ, notamment nom commercial, type (concentrés émulsionnables, poudres mouillables, granulés, etc.) et quantité d'ingrédient actif par gallon, livre, litre, kg, etc., ainsi que nom du fabricant
 - (iii) Informations sur d'autres paramètres pertinents (par exemple autres produits entrant dans le mélange en cuve, adjuvants de pulvérisation, véhicule tel que polymère encapsulé, etc.)
 - (iv) Autres. Toute information complémentaire que le demandeur estime pertinente et utile à une description complète et détaillée de la substance d'essai
- (B) Produit agricole d'essai (PAB)
- (i) Identification du PAB, notamment type et variété
 - (ii) Identification des parties spécifiques de la culture qui ont été prélevées ; ont servi à la validation des méthodes d'analyse des résidus ; et ont servi à l'analyse des résidus en vue de la détermination des composants de la définition du résidu
 - (iii) Stades de développement, état général (à maturité ou non, vert ou mûr, frais ou sec, etc.) et taille atteinte par le PAB au moment de l'application ou des applications du pesticide ainsi qu'au moment de la récolte
 - (iv) Autres. Toute information complémentaire que le demandeur estime pertinente et utile à une description complète et détaillée du PAB

(4) Procédures d'essai

(A) Description détaillée du plan et des procédures expérimentaux suivis pour la culture du PAB, les applications des formulations du pesticide et la récolte des échantillons. Les informations fournies, qui peuvent être présentées sur des fiches de terrain standardisées, incluront (outre une description de la substance et du produit d'essai) les éléments suivants :

- (i) Numéro d'identification de l'essai
- (ii) Collaborateur (nom, adresse), lieu de l'essai (par exemple, État, pays) et année
- (iii) Disposition des parcelles d'essai (par exemple taille et nombre des parcelles témoins et testées, nombre de plantes par parcelle/unité de surface, nombre de rangs par parcelle, longueur des rangs et distance les séparant)
- (iv) Traitements culturaux – pratique culturale (travail de la terre, irrigation, etc.) et système cultural
- (v) Caractéristiques du sol (nom/désignation du type de sol). Si le taux d'application du pesticide dépend de certaines propriétés du sol, comme le pourcentage de matières organiques, il y a lieu de les préciser aussi.
- (vi) Méthodes d'application (aérienne ou au sol) des formulations du pesticide, description du matériel utilisé, type d'application (en bandes/multidirectionnelle, sur le sol/foliaire/dirigée, UBV/concentré/dilution, autre) et étalonnage du matériel d'application du pesticide, y compris méthodes et dates
- (vii) Taux d'application (quantité d'ingrédient actif et de formulation appliquée par acre, rang, volume, etc.) et volumes de pulvérisation par acre ou par hectare
- (viii) Nombre et calendrier des applications (nombre total pendant la dormance, avant la plantation, avant la levée, avant la floraison, etc., délais entre deux applications et délais entre le traitement et l'échantillonnage [délais avant récolte = DAR])
- (ix) Autres pesticides appliqués (identification : nom et type des formulations, ingrédients actifs ; doses ; dates ; destination prévue ; indiquer s'ils sont appliqués isolément ou mélangés avec un autre ingrédient actif pertinent pour les essais)
- (x) Données climatologiques (relevés des températures et des précipitations pendant la saison de croissance, en provenance de la station météo la plus proche, et relevés de la vitesse du vent pendant les applications)

- (xi) Dates (plantation/semis/repiquage, le cas échéant, autres dates importantes dans le cycle de croissance de la culture – par exemple ouverture de la bractée pour les cultures arboricoles –, application du pesticide, récolte)
- (xii) Mode opératoire de la récolte (récolte mécanique/manuelle, sur la plante/au sol/par flottation, etc. ; type de matériel utilisé ; nombre et poids des échantillons prélevés par essai répété et nombre d'essais répétés par degré de traitement ; caractère statistique de l'échantillonnage – par exemple prélèvement des fruits dans la partie supérieure, intermédiaire ou inférieure de l'intérieur ou de l'extérieur de l'arbre –, codage des échantillons – permettant de retracer l'historique des échantillons, etc.).
- (xiii) Contrôle de qualité (mesures de précaution et de contrôle de la qualité adoptées pour assurer la conformité de l'essai)
- (xiv) Autre. Toute information complémentaire que le demandeur estime pertinente et utile à une description complète et détaillée du PAB, des applications des formulations du pesticide et de la collecte des échantillons

(B) Description détaillée des méthodes de manutention, d'entreposage avant transport et de transport des échantillons de PAB récoltés. Les informations fournies, qui peuvent être présentées sur un formulaire normalisé, incluront (outre une description de la substance et du produit d'essai) les éléments suivants :

- (i) Identification de l'échantillon (moyens d'étiquetage/de codage)
- (ii) Conditions (température, type/taille des conteneurs, taille des échantillons, forme – par exemple produit entier ou haché, etc. – et durée d'entreposage avant transport)
- (iii) Méthodes de conditionnement pour le transport (types/tailles des conteneurs, taille des échantillons, conservation à température ambiante/sur la glace, étiquetage/codage, etc.)
- (iv) Moyens de transport entre le champ et le laboratoire
- (v) Dates (de récolte, d'entreposage avant transport, de transport et de réception par le laboratoire)
- (vi) Contrôle de qualité (mesures de contrôle/précautions suivies pour garantir l'intégrité des échantillons au cours de la manutention, de l'entreposage avant transport et du transport)
- (vii) Autre. Toute information complémentaire que le demandeur estime pertinente et utile à une description complète et détaillée des procédures de manutention, d'entreposage avant transport et de transport des échantillons récoltés

(C) Description détaillée des conditions et de la durée d'entreposage des échantillons de PAB récoltés après leur réception par le laboratoire

(D) Description détaillée des analyses de résidus effectuées pour déterminer la composition de la définition des résidus du PAB de l'essai au champ et celle des échantillons destinés à l'étude de stabilité à l'entreposage. Si cette information figure ailleurs dans la soumission, il n'est pas nécessaire de l'indiquer de nouveau ici. Dans ce cas, il suffit de faire référence à la méthode d'analyse pertinente.

(E) Les études de validation de la récupération par ces procédés sont réalisées en même temps que les analyses de résidus dans les échantillons provenant de chacun des essais au champ, ceci afin de collecter des informations sur le degré de récupération des composés d'essai que contiennent les substrats d'essai pour différents niveaux de dopage et en appliquant les méthodes d'analyse définies, et de définir une limite de quantification validée. Les informations suivantes concernent spécifiquement la validation des méthodes et peuvent être présentées dans un formulaire standardisé :

- (i) Plan expérimental : désignation des substrats d'essai (parties spécifiques de la plante) et des composés d'essai (métabolites initiaux/spécifiques). Nombre et niveau des concentrations de dopage, nombre d'échantillons répétés par composé d'essai et par concentration, codage des échantillons, échantillons témoins, etc.

- (ii) Méthode de dopage : décrire de façon détaillée la préparation des composés et des substrats d'essai, ainsi que la manière dont les substrats ont été exposés aux composés d'essai
 - (iii) Dates : préparation des échantillons de l'essai (macération/extraction/etc.), préparation des composés de l'essai (solutions de référence de concentration connue), analyse des résidus
 - (iv) Résultats de l'analyse des résidus : données brutes, en ppm ou mg/kg, sans correction (les valeurs corrigées peuvent également être communiquées mais le mode de calcul devra alors être expliqué), méthodes de calcul du pourcentage de récupération, taux de récupération (plage de valeurs) et limites de quantification et de détection
 - (v) Autre. Toute information complémentaire que le demandeur estime pertinente et utile à une description complète des procédures de validation des méthodes d'analyse
- (5) Organisation des tableaux de données et des formulaires
- (A) Tableaux de données sur le dosage des résidus dans des parties précises des plantes. Les teneurs en résidus sont rapportées sans correction. Des valeurs corrigées peuvent également être présentées mais il faut alors expliquer la procédure utilisée et l'illustrer par des exemples de calcul.
 - (B) Tableaux donnant les taux de récupération des résidus
 - (C) Graphiques pertinents (par exemple dissipation des résidus)
 - (D) Formulaires contenant des informations sur l'historique des essais au champ
 - (E) Formulaires contenant des informations sur la récolte, le transport et l'entreposage
 - (F) Tableaux de données météorologiques si le demandeur soutient que des conditions inhabituelles sont à l'origine de résultats aberrants
- (6) Information sur les essais
- (A) Situation géographique (informations qui concernent spécifiquement les essais – tous les sites de l'essai sont mentionnés)
 - (i) Identification de l'essai (code d'identification spécifique à l'essai et non équivoque – par exemple code interne à l'entreprise)
 - (a) Écarts par rapport au mode opératoire de l'essai (répertoire toute déviation susceptible d'influer sur les résultats de l'essai ou sur les conclusions de l'étude)
 - (ii) Année (année où les premières données de BPL ont été collectées dans le cadre de l'essai)
 - (iii) Pays
 - (iv) Région (par exemple, UE – N, UE – S, ALÉNA 1...ALÉNA 14)
 - (v) État/province (par exemple Bavière/Allemagne)
 - (iii) Comté
 - (vii) Ville
 - (viii) Coordonnées GPS (facultatif)
 - (ix) Pratique agricole ou BPA (facultatif)
 - Décrire la pratique agricole pour l'obtention de cette culture dans cette région
 - (x) Regroupement des cultures (facultatif)
 - (xi) Plante cultivée
 - Désignation dérivée du thésaurus sur la protection des plantes de l'OEPP ; peut être mise à jour par les membres de l'OEPP. Dans le cas de l'application d'un traitement après récolte sur un produit, indiquer la culture dont le produit récolté est dérivé. On procédera de même pour le traitement des semences. Par exemple, le code OEPP pour l'orange douce est « CIDS1 ».
 - (a) Variété de la culture (par exemple orange sanguine)
 - (xii) Code de la plante cultivée

Les codes peuvent être obtenus sur www.eppo.org ; utiliser le niveau le plus bas (le plus détaillé)

(xiii) Caractérisation du sol (par exemple, limon sableux, sol limono-argileux, etc.)

(B) Parcelle (information à fournir pour toutes les parcelles)

(i) Identification de la parcelle (identification non équivoque de la parcelle ; par exemple, numéro d'ordre). Champ ou combinaison numérique

(ii) Parcelle témoin (oui ou non)

(iii) Description de la parcelle – Fournir des informations spécifiques à la parcelle : par exemple, taille ou superficie de la parcelle, écartement des rangs, écartement entre les plantes, plantes/superficie, hauteur des cultures, débit de semences, quantité de semences/unité de surface, doses exagérées, type de protection en cas de culture protégée ; en cas d'application phytosanitaire durant l'entreposage, indiquer le type, la taille et le volume de l'entrepôt ainsi que le type et la taille du conditionnement des produits entreposés (par exemple, vrac, papier, sac en plastique), etc.

(iv) Conditions environnementales

Décrire les conditions météorologiques anormales, s'il y a lieu, les propriétés du sol, tout autre effet environnemental susceptible d'influer sur les résultats observés pendant l'étude ; en cas de traitement phytosanitaire pendant l'entreposage ou d'application en serre, indiquer les températures/l'humidité de l'entrepôt/de la serre

(v) Décrire l'entretien de la culture sur la parcelle, par exemple toutes les procédures utilisées pour la plantation, l'entretien et la récolte, y compris irrigation, application d'engrais et autres substances chimiques d'entretien

(vi) Date de plantation/semis (pour les cultures permanentes, l'année de plantation suffit) ; en cas de traitement des semences, indiquer les dates du traitement, du début et de la fin de la floraison, et du début et de la fin de la récolte commerciale

(vii) Application

(a) Nombre d'applications (1, 2, ...)

Numéros d'ordre des applications, à savoir 1^{ère} application = 1, 2^e application = 2

En cas de traitement des semences, le semis est la première application

(b) Étape de croissance (BBCH) au moment de l'application, hauteur des plantes au moment de l'application en cas de « cultures hautes » (par exemple, vignes) et hauteur des arbres et de la couronne en cas de cultures arboricoles

(c) Date de l'application (jj/mm/aaaa)

En cas de traitement de semences, spécifier la date de semis ; en cas de bain après récolte, spécifier la date du bain. En cas de traitement durant l'entreposage, indiquer la date de début et de fin du traitement et la date de début et de fin d'aération

(d) Méthode d'application

(e) Débit de semences (utilisé en liaison avec le traitement de semences. Cette valeur, combinée avec le nombre de semences/unité, permet de calculer le PMG (poids de mille grains), etc.)

- Nombre de semences/unité (nombre de semences/kg, nombre de semences/lb)

(f) Élément d'essai [pesticide(s) testé(s) dans cette étude]

- Description de l'élément d'essai ; informations concernant le produit pesticide testé, le produit final, la formulation, les semences traitées/enrobées, etc. utilisés dans l'élément d'essai appliqué à la parcelle, à la culture et/ou au produit récolté soumis à l'étude

- Type de formulation

- Nom commercial

- Code/identifiant unique de l'ingrédient actif (par exemple, code interne à l'entreprise)

- Nom du ou des ingrédient(s) actif(s)
 - Teneur nominale en ingrédient actif (par exemple, grammes i.a./litre)
 - Quantité d'ingrédient actif effectivement appliquée (par exemple, grammes i.a./ha) ; pour des applications phytosanitaires durant l'entreposage : taux d'application (par exemple, kg i.a./m³), durée du traitement (h), durée d'aération (h)
 - Quantité réelle d'ingrédient actif/semence en cas de traitement de semences (par exemple, g i.a./100 kg semences)
 - Quantité cumulée de l'élément d'essai appliquée
 - Adjuvant ajouté
 - Type d'adjuvant
 - Nom de l'adjuvant
 - Quantité d'adjuvant en volume de pulvérisation (%)
 - Quantité d'eau utilisée en pulvérisation (valeur réelle)
- (viii) Échantillonnage
- (a) Nombre d'échantillonnages
- Numéros d'ordre des échantillonnages
- (b) Identification de l'échantillon – code d'identification unique de l'échantillon
- (c) Calendrier de l'échantillonnage : communiquer toute information concernant le calendrier d'échantillonnage, par exemple délais entre les applications et les échantillonnages, nombre de jours après la dernière application, etc.
- DAR – délai avant récolte
 - JADA - jours après la dernière application
 - Jours avant la récolte
- (d) Étape de croissance (BBCH) à l'échantillonnage
- (e) Date de l'échantillonnage (jj/mm/aaaa)
- (f) Informations sur l'échantillonnage (facultatif)
- Description de la méthode d'échantillonnage, remarques particulières (par exemple, les choux ont été récoltés conformément à la pratique agricole, la première série de feuilles extérieures a été ôtée), manipulation des échantillons (par exemple, les échantillons ont été congelés dans les 24 heures)
- (g) Matériau/produit échantillonné (échantillon de PAB prélevé au champ)
- Échantillon analytique (description de l'échantillon analytique)
- L'échantillon prélevé au champ peut être réparti en plusieurs échantillons analytiques, par exemple une orange entière peut être décomposée pour l'analyse en un échantillon d'écorce et un échantillon de pulpe (auquel cas, indiquer le poids respectif de l'écorce et de la pulpe), les fractions de grain aspirées sont séparées du grain.
- Identification de l'échantillon analytique
 - Description de l'échantillon analytique (facultatif)
 - Analyte mesuré
 - Identification de l'analyte
 - Date d'extraction (jj/mm/aaaa)
 - Date réelle de l'extraction
 - Date d'analyse (jj/mm/aaaa)
 - Date réelle de l'analyse
 - Identification de la méthode
 - Récupération
 - Teneur en résidus (par exemple, mg/kg). Certaines autorités réglementaires n'autorisent pas les corrections de valeur pour récupération et prennent pour base la valeur mesurée dans l'analyte. Indiquer en outre s'il y a lieu la valeur de résidus calculée (par exemple, résidus xy calculés/exprimés sous forme d'yz ou acide

calculé/exprimé sous forme d'ester carboxylique, somme des i.a. et des métabolites x et y, exprimés en tant qu'i.a., etc.).
 - Nombre de répétitions analytiques

(7) Méthodes d'analyse : décrire le principe de base de la ou des méthodes d'analyse, indiquer leur(s) LQ, l'identification de la méthode, ou un renvoi vers le modèle de méthode pertinent

(A) Informations sur la méthode d'analyse

(B) Niveau de dopage

(C) Récupération (%)

(8) Stabilité à l'entreposage : indiquer le délai d'entreposage le plus long entre l'échantillonnage au champ et l'analyse en laboratoire, et renvoyer le cas échéant à une étude de stabilité à l'entreposage.

DÉFINITIONS ESSENTIELLES

Adjuvant : Tout produit ajouté au réservoir de pulvérisation en vue d'améliorer la performance de la substance d'essai ou de l'ingrédient actif. Les adjuvants peuvent notamment prendre la forme d'agents mouillants, de mouillants adhésifs, d'agents de compatibilité, d'agents tampon, d'agents antimousse, d'agents tensioactifs non ioniques ou encore de concentrés d'huiles végétales.

Bonne pratique agricole (BPA) : En matière d'utilisation des pesticides, les BPA correspondent aux modalités d'emploi sans danger de pesticides nationalement autorisés dans les conditions actuelles, nécessaires pour lutter de manière efficace contre les ennemis des cultures. Elles englobent une gamme de niveaux d'application de pesticides qui ne doivent pas dépasser la dose maximale autorisée, appliqués de manière à laisser un résidu en quantité la plus faible possible.

Les utilisations sans danger autorisées sont établies à l'échelon des pays et comportent des utilisations homologuées ou recommandées au niveau national, qui tiennent compte de la santé publique et professionnelle ainsi que de la protection de l'environnement.

Les conditions actuelles englobent toutes les étapes de la production, de l'entreposage, du transport et de la distribution des produits destinés à la consommation animale et humaine. (CAC, 1995) (Manuel de la FAO)

Bonne pratique agricole critique (BPAC) : BPA choisie pour représenter le cas de figure le plus défavorable dans le contexte d'utilisations nationales, régionales ou mondiales, qui donnera lieu aux teneurs en résidus les plus élevées qui soient autorisées sur les produits agricoles. Elle inclut généralement la dose d'utilisation maximale, le nombre maximal d'applications et les délais minimaux entre deux traitements et avant récolte.

Bonnes pratiques d'expérimentation au champ : Processus formalisés pour concevoir et décrire les pratiques utilisées dans les études au champ de pesticides, et qui garantissent la fiabilité et l'intégrité des données. Voir Bonnes pratiques de laboratoire. (Projet UICPA de glossaire des termes liés aux pesticides)

Bonnes pratiques de laboratoire (BPL) : Processus formalisé et conditions dans lesquelles des études de laboratoire sur les pesticides sont planifiées, réalisées, suivies, consignées, rapportées et contrôlées. Les études réalisées conformément aux BPL s'appuient sur les réglementations nationales d'un pays et sont conçues pour garantir la fiabilité et l'intégrité des études et des données qui leur sont associées. La définition des BPL formulée par l'Agence pour la protection de l'environnement des

États-Unis couvre également les expérimentations au champ (voir Bonnes pratiques d'expérimentation au champ). (D'après OCDE, 1992) (Projet UICPA de glossaire des termes liés aux pesticides)

Demandeur : Personne et/ou entreprise qui dépose une demande d'homologation, de modification d'homologation, de nouvelle homologation ou de LMR.

Échantillon : Quantité représentative définie d'une ou de plusieurs unités isolées d'un produit agricole brut (par exemple un nombre spécifique de fruits ou de tubercules, un certain poids de grains, etc.) prélevée de façon arbitraire sur une parcelle et pouvant servir à une analyse de pesticides.

Essai au champ de plantes cultivées – voir « **Essai contrôlé en champ** » : Ces deux expressions sont considérées comme synonymes aux fins de la présente ligne directrice.

Essai contrôlé en champ : Essai relatif aux résidus mené au champ sur des plantes cultivées, en général conformément aux principes de Bonnes pratiques de laboratoire (BPL), afin d'évaluer la concentration de résidus dans les conditions de Bonne pratique agricole critique (BPAC).

Extrapolation : Projection de données d'un système à un autre. En ce sens, les données obtenues pour une formulation peuvent dans certaines circonstances être extrapolées à une autre formulation. Dans certains cas, l'extrapolation des données de l'essai au champ obtenues pour un produit sont utilisées pour prédire le comportement des résidus d'un autre produit similaire dans les circonstances décrites, ce qui permet de proposer les mêmes LMR pour les deux produits.

Produit de formulation : Tout(e) substance ou groupe de substances autre qu'un *ingrédient actif*, ajouté(e) intentionnellement à un produit phytosanitaire pour en améliorer des caractéristiques physiques telles que l'indice de pulvérisation, la solubilité, le pouvoir d'étalement et/ou la stabilité, par exemple.

Groupe de cultures : Groupe de cultures dont les produits sont susceptibles de présenter la même concentration de résidus (pour un traitement répondant à une BPA similaire) et pour lesquelles il peut être envisagé de définir des LMR communes à tout le groupe ou à des sous-groupes. Le regroupement de cultures repose sur des similitudes au niveau de l'apparence, du produit récoltable, des parties comestibles, du port, etc.

Groupe de produits : Les produits d'un groupe de produits sont choisis pour leurs caractéristiques supposées similaires en matière de résidus et pour la possibilité qu'ils offrent de définir des LMR de groupe. Les groupes de produits (par exemple fruits à pépins, graines céréalières) de la classification Codex des aliments destinés à la consommation humaine et animale se prêtent à l'établissement de LMR de groupe. Précisons qu'une culture donnée peut être incluse dans un ou plusieurs groupes. Par exemple, le blé est une culture dont les produits sont le grain (groupe de produits « céréales ») et la paille (groupe de produits « paille et fourrages de graines céréalières et de graminées »).

Ingrédient actif : Composant d'une formulation responsable de son activité biologique directe ou indirecte de lutte contre les maladies ou les ennemis des cultures, ou de régulation du métabolisme/de la croissance, etc. Un ingrédient actif unique peut être composé d'une ou de plusieurs substances chimiques ou entités biologiques dont l'activité relative peut différer. Une même formulation peut comprendre un ou plusieurs ingrédients actifs. (Spécifications de la FAO)

Délai avant récolte (DAR) : Intervalle de temps entre la dernière application d'un pesticide et la récolte normale suivante. (Projet UICPA de glossaire des termes liés aux pesticides)

Limite de détection : Concentration la plus faible d'un résidu de pesticide au sein d'une matrice définie dont l'identification positive peut être obtenue au moyen d'une méthode spécifique. (Projet UICPA de glossaire des termes liés aux pesticides)

Limite de quantification (LQ) : Concentration la plus faible d'un résidu de pesticide au sein d'une matrice définie dont l'identification positive et la mesure quantitative peuvent être obtenues au moyen d'une méthode spécifique. (Projet UICPA de glossaire des termes liés aux pesticides)

Limite maximale de résidus (LMR) : Concentration maximale de résidus légalement autorisée ou reconnue comme acceptable dans ou sur un aliment destiné à la consommation animale ou humaine ou un produit agricole, telle que définie par le Codex ou par l'autorité réglementaire nationale. Le terme de tolérance utilisé dans certains pays est, dans la plupart des cas, un synonyme de LMR. La LMR s'exprime normalement en mg/kg de poids frais. (D'après FAO, 1986) (Projet UICPA de glossaire des termes liés aux pesticides)

Médiane des résidus en essais contrôlés : Teneur en résidus attendue (exprimée en mg/kg) dans la partie comestible d'un produit alimentaire quand un pesticide a été appliqué conformément aux conditions maximales de BPA. La médiane des résidus en essais contrôlés correspondant à la médiane des valeurs de résidus (une valeur par essai) des essais supervisés menés dans le respect des conditions maximales de BPA. (Manuel de la FAO).

Niveau maximal de résidus : Concentration maximale de résidus (exprimée en mg/kg) pouvant apparaître dans un produit d'alimentation animale ou humaine obtenu conformément aux Bonnes pratiques agricoles. Les autorités réglementaires estiment que le niveau maximal de résidus se prête à la définition des LMR. (Manuel de la FAO, 2002)

Produit final : Produit contenant un ou plusieurs ingrédients actifs et généralement un ou plusieurs produits de formulation, dont l'étiquette porte des instructions concernant l'utilisation ou l'application directe de produits phytopharmaceutiques (voir aussi « Produit »).

Produit : Formulation contenant un ou plusieurs constituants actifs, et éventuellement un ou plusieurs constituants non actifs, prévue pour être appliquée ou administrée avec ou sans dilution, et dont le mode d'emploi figure sur l'étiquette. (Australie, Sec. 4, Data requirements)

Produit agricole brut (PAB) : Produit à l'état naturel ou quasi naturel destiné à être vendu ou consommé sans transformation supplémentaire, ou à être transformé pour être vendu comme aliment au consommateur. Inclut les produits alimentaires primaires irradiés et les produits dont ont été ôtées certaines parties (parties végétales ou tissus animaux). L'expression « produit agricole brut » (PAB) est synonyme de « produit alimentaire primaire ». (Manuel de la FAO)

Produits représentatifs : Produits désignés présentant des concentrations de résidus dont on a déduit des LMR et qu'il est possible d'extrapoler à un ou plusieurs produits liés ou à un groupe entier de produits (cultures).

Valeur de résidu la plus élevée : Teneur en résidus la plus élevée (exprimée en mg/kg) relevée dans un échantillon composite de la partie comestible d'un produit alimentaire quand un pesticide a été appliqué conformément aux conditions maximales de BPA. Elle correspond à la plus élevée des valeurs de résidus obtenues (généralement, une valeur par essai) lors d'essais contrôlés menés dans les conditions maximales de BPA, et englobe les composants de résidus définis par le JMPR pour estimer l'ingestion alimentaire. (Nouvelle définition) (Manuel de la FAO)

Site d'essai au champ de plantes cultivées : Adresse ou emplacement défini géographiquement au sein d'un pays, d'une région ou d'un État, correspondant à un champ, un espace, une serre ou toute autre zone dans laquelle un essai de pesticide est mené. Un site peut comporter plusieurs *parcelles* (aires aux limites définies utilisées pour une culture donnée), dont une parcelle témoin et une ou plusieurs parcelles traitées, qui font chacune l'objet d'un nombre déterminé d'applications du pesticide à l'étude. On entend par lieu de l'essai pour une application après récolte l'endroit où se déroule le traitement après récolte (par exemple la salle de traitement ou le lieu d'entreposage). En outre, on entend par lieu de l'essai, dans le cas d'un essai au champ de traitement de semences, le lieu où la semence est plantée ou ensemencée.

Traitement après récolte : Application d'un pesticide sur la culture récoltée, qui peut intervenir avant ou pendant l'entreposage.

Traitement de semences : Traitement appliqué aux semences de plantes cultivées avant la plantation ou le semis, soit dans une installation de traitement des semences, soit au champ juste avant la plantation ou le semis.

RÉFÉRENCES – CITATIONS – LIENS**États-Unis et Canada**

EPA – OPPTS 860.1000 Residue Chemistry Test Guidelines and 860.1500 Crop Field Trials
http://www.epa.gov/opptsfrs/publications/OPPTS_Harmonized/860_Residue_Chemistry_Test_Guidelines/Series/860-1000.pdf

http://www.epa.gov/opptsfrs/publications/OPPTS_Harmonized/860_Residue_Chemistry_Test_Guidelines/Series/860-1500.pdf

ARLA – Lignes directrices sur les résidus chimiques - Section 9, Essais au champ sur des cultures, Directive d'homologation 98-02
<http://dsp-psd.pwgsc.gc.ca/Collection/H113-3-38F-2.pdf>

UE

91/414, Appendix B, General Recommendations for the Design, Preparation and Realization of Residue Trials <http://ec.europa.eu/food/plant/protection/resources/app-b.pdf>

91/414, Appendix D, Guidelines on comparability, extrapolation, group tolerances and data requirements for setting MRLs <http://ec.europa.eu/food/plant/protection/resources/app-d.pdf> [maintenant à la révision 8]

Nouvelle-Zélande

Data Requirements for A Food of Feed Use Clearance Plant Compounds, 41 ACVM 06/03
<http://www.nzfsa.govt.nz/acvm/publications/standards-guidelines/pc-food-clearance.pdf>

Australie

Australia Residue Guideline No. 24 – Residue Trials to Obtain Permanent MRLs for Crops
 Décembre 2000

Brésil (pays non membre de l'OCDE inclus à titre informatif uniquement)

Sindicato Nacional da Industria de Produtos Para Defesa Agricola, Sao Paulo, 18 décembre 2006

Autres documents :

Minimum Data Requirements for Establishing Maximum Residue Limits (MRLs) including Import Tolerances; Recommendations from the Scientific Workshop held at the Pesticides Safety Directorate, York, UK on 6-8 September 1999; Doc. 2734/SANCO/99 (prepared for the European Commission by Caroline Harris and Jeff Pim, Pesticides Safety Directorate, Mallard House, Kings Pool, 3 Peasholme Green, York, YO1 7PX, UK, on 29 September 1999)
http://ec.europa.eu/food/plant/protection/resources/min_data_en.pdf

A Survey Report to Follow-up the Development of the Concept of Minimum Data Requirements for Establishing Maximum Residue Limits (MRLs) Including Import Tolerances for Pesticides (2004)
http://www.fao.org/ag/AGP/AGPP/Pesticid/JMPR/DOWNLOAD/survey_min_data_req_mrls.pdf

Report of the OECD/FAO Zoning Project (2004)
<http://www.fao.org/WAICENT/FAOINFO/AGRICULT/AGP/AGPP/Pesticid/Default.htm>

OECD Guidance Document on Overview of Residue Chemistry Studies [ENV/JM/MONO(2006)32]. Environment, Health and Safety Publication, series on Testing and Assessment, No. 64; series on Pesticides, No. 32; 2006 (en cours de révision).

Ligne directrice de l'OCDE pour les essais de produits chimiques, LD 506 : Stabilité des résidus de pesticides dans les produits entreposés. Organisation de coopération et de développement économiques, 16 octobre 2007.

OECD Guidance Document on Pesticide Residue Analytical Methods [ENV/JM/MONO(2007)17]. Environment, Health and Safety Publication, series on Testing and Assessment No. 72; 2007.

OECD Guidance Document on the Definition of Residue [ENV/JM/MONO(2006)31]. Environment, Health and Safety Publication, series on Testing and Assessment, No. 63; series on Pesticides, No. 31, 2006. (en cours de révision).

FAO Manual 2002. Submission and evaluation of pesticide residues data for the estimation of maximum residue levels in food and feed. Organisation des Nations unies pour l'alimentation et l'agriculture. Rome, 2002. Première édition

Growth stages of mono-and dicotyledonous plants - BBCH Monograph

<http://www.bba.de/veroeff/bbch/bbcheng.pdf>