

*GMP+ Feed Safety Assurance scheme*

## **Exigences minimales pour les échantillonnages et les analyses**

### **GMP+ BA4**

**BA**

**4**

**EN**

© GMP+ International B.V.

Tous droits réservés. Les informations contenues dans ce document peuvent être consultées sur un ordinateur, téléchargées et imprimées à condition d'être utilisées à des fins personnelles et non commerciales. Toute utilisation hors de ce cadre doit faire l'objet d'un accord écrit préalable de la part de GMP+ International B.V.

Stadhoudersplantsoen 12  
2517 JL The Hague  
The Netherlands

Tel: +31 (0)70 370 86 70  
Fax: +31 (0)70 370 86 71

[info@gmplus.org](mailto:info@gmplus.org)  
[www.gmplus.org](http://www.gmplus.org)

## Historique du document

Révision n°/ Date d'homologation	Modifications	Concerne	Date de finalisation
0.0 / 10-2009	Nouvelle fréquence minimum à respecter pour les échantillonnages et les analyses (tableau)	2.3 Tableau des matières premières destinées à l'alimentation animale	20-10-2010
0.1 / 09-2010	Transfert du document de PDV à GMP+ International	Intégralité du document	01-01-2011
	Instructions pour l'enregistrement des résultats des analyses dans la base de données FSD	Section 2.2.2	01-01-2011
		Différents paragraphes	01-01-2011
0.2 / 05-2011	Exigences complémentaires applicables aux différents types de corps gras	2.4 Différents tableaux	01-06-2011

## INDEX

<b>1</b>	<b>INTRODUCTION</b>	<b>6</b>
1.1	GENERAL	6
1.2	STRUCTURE DU PROGRAMME GMP+ FEED SAFETY ASSURANCE SCHEME (GMP + FSA)	<b>FOUT! BLADWIJZER NIET GEDEFINIEERD.</b>
<b>PARTIE A : ÉCHANTILLONNAGES ET ANALYSES EFFECTUÉS EN INTERNE</b>		
<b>9</b>		
<b>1</b>	<b>INTRODUCTION</b>	<b>9</b>
<b>2</b>	<b>ÉCHANTILLONNAGES ET ANALYSES EFFECTUES SUR LES ALIMENTS POUR ANIMAUX</b>	<b>10</b>
2.1	GENERAL	10
2.2	SUBSTANCES INDESIRABLES PRESENTES DANS LES ALIMENTS POUR ANIMAUX	10
2.3	TABLEAU DES MATIERES PREMIERES UTILISEES DANS L'ALIMENTATION ANIMALE	14
2.4	CONTROLE DES TAUX DE DIOXINE ET DES PCB DE TYPE DIOXINE DANS LES HUILES ET LES MATIERES GRASSES	<b>FOUT! BLADWIJZER NIET GEDEFINIEERD.</b>
<b>3</b>	<b>ÉCHANTILLONNAGES ET ANALYSES A EFFECTUER SUR LES ALIMENTS COMPOSES POUR ANIMAUX</b>	<b>45</b>
3.1	PROCEDURES A SUIVRE POUR LA DETECTION DES SALMONELLES	45
3.2	PROCEDURE 1 : ÉCHANTILLONNAGE ET ANALYSE DES SALMONELLES ET ENTEROBACTERIES DANS LES ALIMENTS POUR VOLAILLES	<b>FOUT! BLADWIJZER NIET GEDEFINIEERD.</b>
3.3	PROCEDURE 2 : ÉCHANTILLONNAGE ET ANALYSE POUR LA DETECTION DES SALMONELLES ET ENTEROBACTERIES DANS LES ALIMENTS COMPOSES DESTINES AUX PORCS, BOVINS ET AUTRES ESPECES ANIMALES (A L'EXCEPTION DES VOLAILLES)	55
3.4	PROCEDURE P4: ÉCHANTILLONNAGE ET ANALYSE SUR LES ALIMENTS POUR ANIMAUX PRESENTANT UN RISQUE ELEVE DE CONTAMINATION PAR LES SALMONELLES (MATIERES PREMIERES)	57
<b>4</b>	<b>AUTRES PROCEDURES D'ÉCHANTILLONNAGE ET D'ANALYSE</b>	<b>61</b>
4.1	PROCEDURE P6: ÉCHANTILLONNAGES ET ANALYSES POUR LA DETECTION DE L'AFLATOXINE B1	61
4.2	PROCEDURE P7 : ÉCHANTILLONNAGES ET ANALYSES POUR LA DETECTION DE PROTEINES ANIMALES	63

<b>ANNEXE 1 : PROCÉDURE POUR LE SÉROTYPAGE DES SALMONELLES</b>	<b>64</b>
<b>PARTIE B : PROCÉDURE POUR LA MESURE DU TAUX DE CONTAMINATION CROISÉE</b>	<b>65</b>
<b>1 INTRODUCTION</b>	<b>65</b>
<b>2 METHODES POUR LA MESURE DU TAUX DE CONTAMINATION CROISEE</b>	<b>66</b>
2.1 PRINCIPES DE BASE GENERAUX POUR LA MESURE DU TAUX DE CONTAMINATION CROISEE	66
2.2 UTILISATION DU COBALT DANS LE CADRE DE LA PROCEDURE DE CONTROLE DU PROCEDE DE FABRICATION (METHODE DE REFERENCE)	72
2.3 UTILISATION DE MELANGES A BASE DE COBALT POUR MESURER LE TAUX DE CONTAMINATION CROISEE DANS LE CADRE DE LA PROCEDURE DE CONTROLE	85
2.4 UTILISATION D'UN MELANGE A BASE DE MANGANESE ET D'UN MELANGE RICHE ET D'UN MELANGE PAUVRE EN PROTEINES POUR MESURER LE TAUX DE CONTAMINATION CROISEE DANS LE CADRE DE LA PREPARATION DES ALIMENTS COMPOSES POUR ANIMAUX	91
2.5 PROCEDURE TEST POUR LA MESURE DU TAUX DE CONTAMINATION CROISEE PAR LES PREMELANGES ET LES ADDITIFS AU NIVEAU DE L'INSTALLATION	100
2.6 UTILISATION DE MICROTRACEURS POUR CONTROLER LE PROCESSUS DE FABRICATION DES ALIMENTS COMPOSES	101
2.7 PESAGE ET UTILISATION DE MICROTRACEURS POUR MESURER LE TAUX DE CONTAMINATION CROISEE DANS LE CADRE DE LA PROCEDURE DE CONTROLE	114
2.8 UTILISATION DU VIOLET DE METHYLE POUR MESURER LE TAUX DE CONTAMINATION CROISEE DANS LE CADRE DE LA PROCEDURE DE CONTROLE	116



## 1 Introduction

### 1.1 Général

Le programme GMP+ Feed Safety Assurance scheme (GMP + FSA) a été mis en œuvre dès 1992. De 1992 à 2009, il a été administré par le *Product Board Animal Feed* à La Haye aux Pays-Bas. Depuis 2010, le programme est géré par GMP+ International.

Le programme GMP+ Feed Safety Assurance scheme (GMP + FSA) vise à garantir la sécurité sanitaire des matières premières destinées à l'alimentation animale, l'alimentation humaine et la production de biocarburants, à toutes les étapes de la chaîne de production. Il s'agit d'un programme international, applicable dans tous les pays du monde.

Ce programme a été mis au point et développé pour garantir un meilleur contrôle de la sécurité sanitaire des matières premières destinées à l'alimentation animale en réponse à la demande des acteurs en aval de la chaîne de production animale. Plusieurs cas de contamination plus ou moins sérieux ont notamment contribué à renforcer cette demande.

Au départ, la démarche consistait à mieux différencier la qualité des produits pour animaux dans un marché européen de plus en plus saturé. Depuis 1999, à la suite d'incidents graves directement liés à l'alimentation animale, la sécurité sanitaire des aliments destinés aux consommateurs et aux animaux est devenue une question prioritaire au niveau mondial, tant sur le plan politique que commercial. Aujourd'hui, proposer des matières premières destinées à l'alimentation animale bénéficiant d'une assurance qualité est devenu un véritable argument de vente.

Le programme GMP+ Feed Safety Assurance scheme (GMP + FSA) considère que la chaîne de production matières premières destinées à l'alimentation animale fait partie intégrante de la chaîne de production des aliments destinés aux consommateurs. Garantir la sécurité sanitaire des matières premières destinées à l'alimentation animale au niveau mondial est une priorité. Les entreprises doivent prendre leurs responsabilités et répondre de manière convaincante aux exigences de la chaîne de production alimentaire. Le programme GMP+ FSA scheme vise à faciliter cette démarche.

### 1.2 Structure du programme GMP+ Feed Safety Assurance scheme (GMP + FSA)

Les documents du programme GMP+ FSA scheme sont classés en plusieurs catégories. Description de ces catégories :

**A**  
Documentation générale

Ces documents contiennent les exigences du programme de certification destiné aux entreprises et aux organismes certificateurs (cadre réglementaire, conditions d'utilisation des logos, etc.) Ces documents comprennent également une liste de définitions et d'abréviations.

**B**  
Cahier des charges

Ces documents contiennent les normes internationales et les exigences nationales applicables aux matières premières destinées à l'alimentation animale et aux différentes étapes de leur production : production agricole et industrielle, traitement et transformation, collecte, négoce, moyens de transport, stockage et transbordement.

Ces documents sont groupés en sous-catégories, avec un code et un nom

<b>Document</b>	<b>Code</b>	<b>Nom</b>
⇒ Standard	GMP+ Bxx	
⇒ Annexe	GMP+ BAxx– Annexes	e.g. GMP+ BA4 <i>Exigences minimales pour les échantillonnages et les analyses</i>
⇒ Exigences nationales	GMP+ BCNxx – Positions techniques	

**C**  
Procédure de certification

Ces documents contiennent les Règles relatives à la procédure de certification, ainsi que la procédure d'homologation applicable aux organismes certificateurs et auditeurs agréés, la fréquence des audits, la durée minimum des audits, les critères d'évaluation, les listes de vérification, etc. Ces documents expliquent également comment les organismes certificateurs mettent en œuvre les procédures de contrôle et comment GMP+ International supervise la procédure de certification.

**D**  
Interprétation et documents d'accompagnement

Pour compléter le cahier des charges mentionné plus haut, la catégorie D comprend des documents d'accompagnement complétés par une liste des questions les plus fréquentes ainsi que différents guides contenant des informations complémentaires.

Tous ces documents sont disponibles sur le site internet GMP+ International ([www.gmpplus.org](http://www.gmpplus.org)).

Ce document est référencé en tant qu'Annexe GMP+ BA4 *Exigences minimales pour les échantillonnages et les analyses* et a une structure propre. Il fait partie du programme GMP+ FSA.

Les autres Annexes GMP+ (GMP+ BAxx) auxquelles il est fait référence dans le présent document, sont des documents distincts classés dans la catégorie B du programme GMP+ FSA. Lorsqu'il est fait référence à une annexe GMP+BAxx dans le présent document, cela signifie que cette annexe s'applique dans le cadre de cette norme. Les annexes GMP+ BAxx sont toujours désignées sous le terme GMP+ BAxx.

Dans certains cas, il peut être fait référence à d'autres annexes désignées sous le simple terme d'annexe. Ces annexes en question font partie du document, et sont jointes à ce dernier.

# PARTIE A : ÉCHANTILLONNAGES ET ANALYSES EFFEC- TUÉS EN INTERNE

## 1 Introduction

Dans les normes GMP+, il est indiqué que l'adhérent GMP+ FSA doit mettre en oeuvre un plan d'échantillonnage et d'analyse.

La nature et le champ d'application du plan d'échantillonnage et d'analyse à mettre en oeuvre sont en grande partie déterminés par les résultats des analyses de risque effectuées par l'adhérent GMP+ FSA. Les analyses en question doivent être effectuées à toutes les étapes de la chaîne de production sur des échantillons prélevés sur les produits et/ou matières premières de base, sur les produits en cours de transformation et les produits finis.

L'un des points les plus importants du plan d'échantillonnage et d'analyse consiste en l'analyse chimique des échantillons. Le plan d'échantillonnage et d'analyse peut également inclure le plan de surveillance établi en conformité avec les directives HACCP. Pour plus d'informations, veuillez vous référer au guide HACCP.

Le Chapitre 2 de la Partie A de ce document GMP+ BA4 *Exigences Minimales pour les Échantillonnages et les Analyses* indique les exigences à respecter pour les échantillonnages et les analyses destinés à détecter la présence de substances (indésirables) dans les aliments pour animaux. Les exigences à respecter pour les échantillonnages et les analyses à effectuer pour les aliments composés sont indiquées dans le Chapitre 3. Ces exigences concernent notamment les procédures à suivre pour les analyses chimiques.

L'adhérent doit tenir compte des points suivants pour l'élaboration et la mise en oeuvre de son plan d'échantillonnage et d'analyse. Les échantillonnages et les analyses doivent respecter une procédure claire et transparente destinée à garantir la sécurité sanitaire des aliments pour animaux dans le cadre du plan d'échantillonnage et d'analyse établi par l'entreprise. Les échantillonnages et les analyses ne sont pas obligatoires pour toutes les substances indésirables visées par une LMR dans le cadre de la réglementation. Néanmoins, toutes les entreprises doivent se conformer aux exigences statutaires.

Si aucune exigence minimale n'a été définie pour les échantillonnages et les analyses, alors l'entreprise peut elle-même déterminer la fréquence des analyses à mettre en oeuvre afin de démontrer que la sécurité sanitaire des aliments pour animaux est maîtrisée et respecte les normes réglementaires.

## 2 Échantillonnages et analyses effectués sur les aliments pour animaux

### 2.1 Général

L'adhérent qui fabrique ou transforme des aliments pour animaux, ou qui travaille en tant que négociant en aliments pour animaux, doit obligatoirement inclure et effectuer les analyses et les échantillonnages suivants dans le cadre de son plan d'échantillonnage et d'analyse.

### 2.2 Substances indésirables présentes dans les aliments pour animaux

La section 2.3 comporte un tableau indiquant les différentes matières premières utilisées dans l'alimentation animale. Ce tableau contient des informations issues de la base de données Feed Safety Database (FSD). Si l'adhérent fabrique ou transforme des aliments pour animaux, ou travaille en tant que négociant en aliments pour animaux, alors il doit effectuer les analyses nécessaires à la détection des substances indésirables indiquées.

#### 2.2.1 Fréquence

La fréquence annuelle des analyses est calculée à partir de la formule suivante :

$$\text{Fréquence} = \frac{\sqrt{\text{Volume}}}{100} * \text{'risque'} * \text{'nocivité'}$$

Variable	Définition
Fréquence	Nombre d'échantillons à analyser (par an) afin de détecter d'éventuelles substances indésirables
Volume	<p>Volume exprimé en tonnes annuelles d'aliments pour animaux. En principe, le nombre d'échantillons à analyser est basé sur la quantité d'aliments pour animaux produits, transformés ou vendus. Plus le volume d'aliments pour animaux est important, plus le nombre des échantillonnages par tonne diminue.</p> <p>Ce volume peut être exprimé en kg pour les matières premières produites, transformées ou vendues en petites quantités sur une année. Cette précision est indiquée pour les aliments pour animaux concernées.</p>
Risque	<p>Le seuil de base est 1. L'adhérent GMP+ FSA peut, s'il est en mesure de justifier cette décision, augmenter ou réduire ce seuil, notamment sur la base des éléments suivants :</p> <ol style="list-style-type: none"><li>Historique des produits: voir ci-dessous</li><li>Risques saisonniers</li><li>Risque de nouvelle contamination. Ceci s'applique en particulier aux paramètres microbiologiques.</li><li>Nouvelle source d'approvisionnement / nouveau fournisseur</li></ol>

Variable	Définition
----------	------------

e. Incidents récents.

L'adhérent GMP+ FSA peut sélectionner un seuil de risque inférieur à 1 sur la base de l'analyse des données relatives à l'historique du produit, à condition de respecter les points suivants:

a. Les données historiques doivent être représentatives, c'est-à-dire qu'elles doivent se rapporter de manière objective aux aliments pour animaux fabriqués, transformés ou produits. Les données historiques considérées comme représentatives peuvent varier en fonction des substances indésirables.

Par exemple, pour une substance indésirable donnée, telle information relative à tel aspect du produit sera considérée comme représentative alors que pour une autre substance indésirable, seules les données relatives à la région de production seront considérées comme représentatives.

b. Si l'adhérent GMP+FSA est en mesure de démontrer, qu'en plus de respecter les deux exigences ci-dessus, il participe à l'élaboration de la base de données des substances indésirables, alors il peut utiliser les données enregistrées dans la base de données GMP+ International Feed Safety Database pour déterminer la fréquence des échantillonnages et des analyses.

C'est à l'adhérent GMP+ FSA de démontrer que le seuil de risque peut être fixé à un niveau inférieur. Si les données historiques sont positives sur les 12 derniers mois, le seuil de risque peut être fixé à 0,5. Si elles sont positives sur les 24 derniers mois, le seuil peut être fixé à 0,25.

nocivité

Ce facteur exprime le degré de nocivité d'une substance indésirable. Les facteurs suivants sont utilisés par la base de données Feed Safety Database :

Nocivité élevée	facteur 5
Nocivité modérée	facteur 3
Nocivité faible	facteur 1

Les facteurs suivants sont donc applicables :

Substance indésirable	Facteur
Métaux lourds	5
Pesticides	5
Insecticides	5
Substances médicamenteuses	5
Mycotoxines	5
Salmonelles	5
Moisissures	3
Composés d'origine animale	5
Dioxine	5
Nitrites	5

Ces facteurs sont tous élevés, ce qui est parfaitement normal puisque les substances indésirables en question sont toutes no-

Variable	Définition
	cives.

### 2.2.2 Exigences complémentaires

- a. L'adhérent GMP+ FSA est autorisé à utiliser les analyses effectuées par le fabricant ou le fournisseur des aliments pour animaux. Notamment, si ces analyses concernent des substances indésirables dont les taux restent théoriquement fixes, telles que les métaux lourds, les aflatoxines, les pesticides et la dioxine. A l'inverse, s'il s'agit d'analyses microbiologiques, l'adhérent GMP+ FSA ne peut pas utiliser les analyses effectuées par le fabricant ou le fournisseur car une contamination ultérieure est possible.
- b. Le résultat obtenu après application de la formule de calcul pour la fréquence des échantillonnages doit être arrondi au chiffre supérieur. La fréquence minimum est de 1.
- c. S'il s'agit de produits saisonniers ou occasionnels, alors un échantillon de contrôle doit être prélevé sur le premier lot au moment de la mise en production. Les échantillonnages et les analyses sont ensuite effectués suivant la fréquence calculée.
- d. Si la présence de salmonelles est détectée dans les aliments pour animaux, les salmonelles en question doivent être analysées et classées (sérotypage, type phage). La procédure à respecter est indiquée dans l'annexe I.
- e. L'adhérent GMP+ FSA doit se conformer aux exigences fixées par les normes GMP+ pour les échantillonnages et les analyses, les méthodes d'analyse, les actions correctives et la communication des résultats, etc... Les analyses obligatoires indiquées dans la section 2 du document GMP+ BA4 *Exigences Minimales pour les Échantillonnages et les Analyses* doivent être effectuées par un laboratoire certifié ISO 17025, pour le test en question, sauf impossibilité majeure.
- f. Si un aliment n'est pas inclus dans le tableau ci-dessous § 2.3, alors l'adhérent GMP+ FSA doit lui-même déterminer et mettre en oeuvre les échantillonnages et les analyses à effectuer pour détecter d'éventuelles substances indésirables.
- g. Les adhérents GMP+ FSA sont autorisés à effectuer les échantillonnages et les analyses dans le cadre d'un plan collectif, à condition de soumettre ce plan pour agrément. Dans ce cas, ils doivent respecter les points suivants :
  1. Définir le champ d'application du plan collectif d'échantillonnage et d'analyse (aliments concernés) et les entreprises adhérentes.
  2. Le plan collectif d'échantillonnage et d'analyse doit être adapté aux aliments pour animaux produits, transformés et vendus par le fabricant. L'adhérent GMP+ FSA doit pouvoir démontrer que le plan en question est effectivement adapté.
  3. Le plan collectif d'échantillonnage et d'analyse doit se conformer aux exigences GMP+ indiquées ci-dessus et autres exigences complémentaires.
  4. Les résultats des échantillonnages et des analyses doivent être communiqués à l'ensemble des entreprises adhérent à ce plan.
  5. En théorie, si le plan est validé (par GMP+ International), les entreprises adhérent à ce plan ne seront pas soumises à un audit pour les échantillonnages et les analyses effectués dans le cadre dudit plan. L'auditeur demeure bien entendu seul juge lorsqu'il s'agit de vérifier si une entreprise respecte les règles d'échantillonnage et d'analyse applicables aux aliments pour animaux non compris dans le plan collectif (tels que les ali-

ments composés pour animaux) ou lorsqu'il s'agit de vérifier les résultats de ces analyses.

- h. Dans certains cas, les adhérents GMP+ FSA sont autorisés à ne pas respecter à la lettre les exigences minimales d'échantillonnage et d'analyse. Cependant, ce choix doit être justifié pour chaque paramètre et chaque produit.
- i. Les résultats des analyses doivent être communiqués au moins une fois par mois à GMP+ International par l'intermédiaire de la base de données Feed Safety Database.

### 2.3 Tableau des matières premières utilisées dans l'alimentation animale

Produits figurant dans la base de données Feed Safety Database	Métaux lourds	Pesticides		Produits vétérinaires	Mycotoxines				Microbiologie	Composés d'origine animale	Autres	
		Insect.	Pestic		CAP	Afla-tox.B	Deoxyn.	Ochrat.			Zéa	Salmonelles
Canne à sucre bagasse												
Canne à sucre mélasse	X <sup>1)</sup>											
Chlorure d'ammonium												
Matières grasses d'origine animale			X								Voir 2.4	
Fruits frais (provenant du cadran)												
Légumes frais (provenant du cadran)												
Levure de boulangerie									X			
Orge		X							X			
Flocons d'orge		X							X			
Flocons d'orge décortiqués									X			
Remoulage d'orge		X							X			
Orge, résidus de minoterie		X							X			
Orge broyé		X							X			
Orge broyé et nettoyé		X							X			
Orge, traitement thermique		X							X			
Orge, décortiqué		X							X			
Protéine de pois												
Protéine de pois soluble												
Pulpe de pois												
Mélasse de betterave à sucre												
Graine de betterave à sucre												
Collets de betteraves à sucre			X									
Racines de betteraves à sucre												

Produits figurant dans la base de données Feed Safety Database	Métaux lourds	Pesticides		Produits vétérinaires	Mycotoxines				Microbiologie	Composés d'origine animale	Autres	
		Insect.	Pestic		CAP	Aflatox.B	Deoxyn.	Ochrat.			Zéa	Salmonelles
Graines de pavot												
Farine de boulangerie												
Restes de pain									X	X	X	
Drêches de brasserie									X			
Drêches de distillerie séchées									X			
Drêches humides de distillerie									X			
Sarrasin		X	X		X	X	X	X				
Farine de sarrasin		X	X		X	X	X	X	X		X	
Coques de cacao			X		X		X		X			
Algues marines calcaires	X											
Carbonate de calcium	X											
Chlorure de calcium												
Chlorure de calcium brut												
Carbonate de calcium et de magnésium	X											
Phosphate de calcium et de magnésium	X											
Phosphate de calcium	X											
Phosphate de calcium et de sodium	X											
Graines des canaries												
Graines de caroubes séchées	X											
Farine de graines de caroubes séchées	X											
Flocons de carotte												
Épluchures de carotte cuite												
Déchets de carottes												
Carottes	X											
Catégorie : Beurre et produits du beurre, Babeurre / Babeurre concentré				X					X			

Produits figurant dans la base de données Feed Safety Database	Métaux lourds	Pesticides		Produits vétérinaires	Mycotoxines				Microbiologie	Composés d'origine animale	Autres	
		Insect.	Pestic		CAP	Aflatox.B	Deoxyn.	Ochrat.			Zéa	Salmonelles
Catégorie : Caséine et Caséinate				X					X			
Catégorie : Fromage et produits fromagers									X			
Catégorie : Lait concentré et évaporé et produits condensés				X					X			
Catégorie : Lait de consommation courante (et produits dérivés)				X					X			
Catégorie : Lait en poudre (et produits dérivés)				X					X			
Catégorie : Lactosérum et produits dérivés				X					X			
Centrifuge shot												
Chicorée, sirop de fructose												
Inuline de chicorée												
Pulpe de chicorée séchée												
Pulpe de chicorée pressée												
Racines de chicorée à café												
Racines de chicorée endive brute	X											
Racines de chicorée endive forcée	X											
Levure de cidre												
Pulpe humide d'agrumes	X <sup>2)3)</sup>				X	X	X	X				
Pulpe sèche d'agrumes	X <sup>2)3)</sup>	X	X		X	X	X	X			X	
Tourteau de cacao			X		X		X		X			
Tourteau de cacao extrudé			X		X		X		X			
Acides gras de beurre de cacao			X		X		X				Voir 2.4	
Noix de coco distillée			X		X						Voir 2.4	
Tourteau de pression de « noix de coco »			X		X				X			
Acides gras de noix de coco			X		X						Voir 2.4	

Produits figurant dans la base de données Feed Safety Database	Métaux lourds	Pesticides		Produits vétérinaires	Mycotoxines				Microbiologie	Composés d'origine animale	Autres	
		Insect.	Pestic		CAP	Afla-tox.B	Deoxyn.	Ochrat.			Zéa	Salmonelles
Acides gras distillés de noix de coco			X		X						Voir 2.4	
Huile de noix de coco brute			X		X						Voir 2.4	
Huile de noix de coco raffinée					X						Voir 2.4	
Tourteau d'extraction de coprah			X		X				X		Voir 2.4	
Parches issues de café	X				X	X	X	X				
Produits de confiserie												
Sous-produits de sucrerie et de confiserie												
Sirop de confiserie												
Biscuits/pâtisseries									X	X	X	
Sous-produits végétaux issus de la fabrication de spiritueux												
Graine de coton		X	X		X	X		X				
Tourteau de pression (de graines) de coton		X	X		X	X		X	X			
Cristobalite	X <sup>2)3)</sup>										X	
Farine de Cristobalite	X <sup>2)3)</sup>										X	
Sirop d'eau de trempage de céréales		X				X	X	X	X			
Dextrose												
Phosphate bicalcique	X											
Restes de pâtisseries												
Pois protéagineux + xx traité à la vapeur												
Ovoproduits									X			
Poudre d'oeufs									X			
Poudre d'œufs dégraissée									X			
Coquilles d'œufs séchées									X	X	X	
Acides gras issus du raffinage chimique des											Voir 2.4	

Produits figurant dans la base de données Feed Safety Database	Métaux lourds	Pesticides		Produits vétérinaires	Mycotoxines				Microbiologie	Composés d'origine animale	Autres	
		Insect.	Pestic		CAP	Afla-tox.B	Deoxyn.	Ochrat.			Zéa	Salmonelles
huiles végétales												
Pois protéagineux		X	X						X			
Pois protéagineux traités à la vapeur												
Drêches de brasserie									X			
Purée de pommes de terre	X										X	
Farine de poisson	X <sup>2) 3)</sup>								X		X	
Huile de poisson	X <sup>2) 3)</sup>		X								Voir 2.4	
Huile de poisson, saumon	X <sup>2) 3)</sup>		X								Voir 2.4	
Protéine de poisson hydrolysée, saumon												
Paillettes de lin			X						X			
Farine de pain		X				X	X		X			
Denrées alimentaires destinées à la consommation humaine												
Fruits et légumes frais	X <sup>3)</sup>	X	X						X		X	
Jus de fruit concentré									X			
Jus de fruit frais									X			
Pulpe de fruit									X			
Extrait de jus de fruit									X			
Gélatine concentrée												
Gélatine												
Poudre de globine									X			
Glucose												
Glycérine, brute												
Drêches ( fraîches) de distillerie		X				X	X	X	X			
Fourrage						X						
Farine de fourrage	X				X				X		X	

Produits figurant dans la base de données Feed Safety Database	Métaux lourds	Pesticides		Produits vétérinaires	Mycotoxines				Microbiologie	Composés d'origine animale	Autres	
		Insect.	Pestic		CAP	Aflatox.B	Deoxyn.	Ochrat.			Zéa	Salmonelles
Paille de foin	X		X						X		X	
Graines de foin	X 1)2)3)		X						X			
Foin ensilé	X				X	X					X	
Poussière issue de nettoyage												
Tourteau de pression d'arachide			X		X	X	X	X	X			
Acides gras distillés d'arachide			X		X	X	X	X			Voir 2.4	
Acides gras d'arachide			X		X	X	X	X			Voir 2.4	
Coques d'arachide			X		X	X	X	X	X		X	
Huile d'arachide brute			X		X	X	X	X			Voir 2.4	
Huile d'arachide raffinée											Voir 2.4	
Criblures d'arachide			X		X	X	X	X	X			
Tourteau d'extraction d'arachide			X		X	X	X	X	X			
Arachide			X		X	X	X	X				
Poudre d'hémoglobine												
Graine de chanvre		X	X								X	
Féveroles		X	X						X			
Produits de glacerie				X					X			
Lactitol												
Lactose				X					X			
Saindoux			X								X	
Lentilles		X	X						X			
Lignocellulose												
Graine de lin			X									
Tourteau de pression (de graines) de lin			X						X			
Huile de lin brute			X								Voir 2.4	

Produits figurant dans la base de données Feed Safety Database	Métaux lourds	Pesticides		Produits vétérinaires	Mycotoxines				Microbiologie	Composés d'origine animale	Autres	
		Insect.	Pestic		CAP	Afla-tox.B	Deoxyn.	Ochrat.			Zéa	Salmonelles
Huile de lin raffinée											Voir 2.4	
Tourteau d'extraction (de graines) de lin			X						X			
Luzerne déshydraté	X				X				X		X	
Foin de luzerne	X								X		X	
Granulés de foin de luzerne									X		X	
Luzerne granulée déshydratée					X				X		X	
Lupins		X	X						X		X	
Magnésite	X											
Magnésite caustique calcinée	X											
Acétate de magnésium	X											
Calcite de magnésium	X											
Chlorure de magnésium												
Hydroxyde de magnésium	X											
Oxyde de magnésium	X											
Oxyde de magnésium caustique calciné	X											
Phosphate de magnésium;	X											
Sulfate de magnésium 0H2O	X											
Sulfate de magnésium 7H2O	X											
Maïs		X	X		X	X	X	X	X		X	
Son de maïs			X		X	X	X	X	X		X	
Rafles de maïs			X		X	X	X	X			X	
Acides gras distillés de maïs			X		X		X				Voir 2.4	
Acides gras de maïs			X		X		X				Voir 2.4	
Maïs fourrager		X	X		X	X	X	X	X		X	
Flocons de maïs		X	X		X	X	X	X	X		X	
Farine de maïs			X		X	X	X	X	X		X	

Produits figurant dans la base de données Feed Safety Database	Métaux lourds	Pesticides		Produits vétérinaires	Mycotoxines				Microbiologie	Composés d'origine animale	Autres	
		Insect.	Pestic		CAP	Afla-tox.B	Deoxyn.	Ochrat.			Zéa	Salmonelles
Son de germe de maïs			X		X	X	X	X	X		X	
Tourteau d'extraction de germe de maïs			X		X	X	X	X	X		X	
Germe de maïs			X		X	X	X	X	X		X	
Tourteau de pression de germe de maïs			X		X	X	X	X	X		X	
Gluten de maïs			X		X	X	X	X	X		X	
Poussière issue de maïs		X	X		X	X	X	X	X		X	
Maïs transformé			X		X	X	X	X	X		X	
Remoulage de maïs		X	X		X	X	X	X	X		X	
Huile de maïs brute		X	X		X	X	X	X			Voir 2.4	
Huile de maïs raffinée			X		X	X	X	X			Voir 2.4	
Criblures de grains de maïs		X	X		X	X	X	X	X		X	
Solubles de maïs			X		X	X	X	X			X	
Amidon de maïs			X		X		X	X			X	
Brisures de maïs			X			X	X	X	X		X	
Maïs broyé			X		X	X	X	X			X	
Maïs, traitement thermique			X		X	X	X	X			X	
Épis de maïs			X		X	X	X	X			X	
Gluten de maïs			X		X	X	X	X	X		X	
Malt		X				X	X	X	X			
Radicelles de malt		X				X	X	X	X			
Malt granulé		X				x	X	X	X			
Protéine de lait en poudre				X					X			
Condensé de lait				X					X			
Millet												
Phosphate mono-ammonique		X				X			X		X	
Phosphate monocalcique	X											

Produits figurant dans la base de données Feed Safety Database	Métaux lourds	Pesticides		Produits vétérinaires	Mycotoxines				Microbiologie	Composés d'origine animale	Autres	
		Insect.	Pestic		CAP	Afla-tox.B	Deoxyn.	Ochrat.			Zéa	Salmonelles
Phosphate monobicalcique	X											
Phosphate de sodium mono-dicalcique	X											
Phosphate monosodique	X											
Champignons séchés et réduits en farine	X <sup>3)</sup>	X	X						X			
Graines de niger			X									
Farine d'avoine		X						X	X			
Avoine		X						X	X		X	
Avoine aplatie		X						X	X			
Avoine broyé		X						X	X			
Avoine transformée											X	
Avoine décortiqué		X						X	X			
Avoine décortiquée et aplatie		X						X	X			
Okara			X									
Morceaux d'oignon frit												
Jus d'oignon												
Pulpe d'oignon												
Oignon frit												
Mélasse de palatinose												
Huile de palme hydrogénée raffinée												Voir 2.4
Huile de palme transestérifiée			X									Voir 2.4
Acides gras distillés d'huile de palme			X									Voir 2.4
Acides gras d'huile de palme			X									Voir 2.4
Acides gras purs d'huile de palme			X									Voir 2.4
Huile de palmiste hydrogénée raffinée												Voir 2.4
Huile de palmiste transestérifiée			X									Voir 2.4
Acides gras d'huile de palmiste			X									Voir 2.4

Produits figurant dans la base de données Feed Safety Database	Métaux lourds	Pesticides		Produits vétérinaires	Mycotoxines				Microbiologie	Composés d'origine animale	Autres	
		Insect.	Pestic		CAP	Aflatox.B	Deoxyn.	Ochrat.			Zéa	Salmonelles
Acides gras distillés d'huile de palmiste			X								Voir 2.4	
Acides gras purs d'huile de palmiste			X								Voir 2.4	
Huile de palmiste, fraction oléique			X								Voir 2.4	
Huile de palmiste raffinée par un procédé chimique											Voir 2.4	
Huile de palmiste brute			X								Voir 2.4	
Huile de palmiste raffinée par un procédé mécanique											Voir 2.4	
Tourteau de pression de palmiste			X		X				X			
Tourteau d'extraction de palmiste			X		X				X			
Acide gras d'huile de palme, calcium saponifié			X								Voir 2.4	
Huile de palme, fraction oléique			X								Voir 2.4	
Huile de palme, fraction stéarique			X								Voir 2.4	
Huile de palme raffinée par un procédé chimique											Voir 2.4	
Huile de palme brute			X								Voir 2.4	
Huile de palme raffinée par un procédé mécanique											Voir 2.4	
Tiges de persil												
Produits ou sous-produits issus de la fabrication de pâtisseries												
Produits ou sous-produits issus de la fabrication de pâtisseries avec enrobage à base de crème ou de lait									X			
Flocons de pois fourrager, soufflés	X											
Protéine de pois fourrager	X											

Produits figurant dans la base de données Feed Safety Database	Métaux lourds	Pesticides		Produits vétérinaires	Mycotoxines				Microbiologie	Composés d'origine animale	Autres	
		Insect.	Pestic		CAP	Aflatox.B	Deoxyn.	Ochrat.			Zéa	Salmonelles
Solution de protéine de pois	X											
Pulpe de pois fourrager	X											
Amidon de pois fourrager	X											
Beurre de cacahuète					X							
Orge perlé		X					X		X			
Pois fourrager	X	X	X						X			
Flocons d'orge perlé		X					X		X			
Condensé de lactosérum				X					X			X
Condensé de lactosérum dé lactosé				X					X			X
Poudre de plasma									X			
Graines de pavot			X									
Carbonate de potassium	X											
Chlorure de potassium												
Chips de pommes de terre												
Rognures de pomme de terre crue												
Morceaux de pommes de terre frites												
Amidon alimentaire de pomme de terre												
Amidon alimentaire de pomme de terre, traitement thermique											X	
Flocons de pomme de terre												
Jus concentré de pomme de terre												
Épluchures de pomme de terre	X										X	
Épluchures de pommes de terre cuites à la vapeur												
Ensilage d'épluchures de pommes de terre cuites à la vapeur												

Produits figurant dans la base de données Feed Safety Database	Métaux lourds	Pesticides		Produits vétérinaires	Mycotoxines				Microbiologie	Composés d'origine animale	Autres	
		Insect.	Pestic		CAP	Aflatox.B	Deoxyn.	Ochrat.			Zéa	Salmonelles
Produits à base de pommes de terre pré-frites												
Protéines de pomme de terre												
Protéines de pomme de terre fermentée												
Pulpe de pomme de terre séchée											X	
Pulpe de pomme de terre pressée												
Chutes de pomme de terre	X										X	
Amidon de pomme de terre												
Amidon de pomme de terre, traitement thermique											X	
Purée de pomme de terre												
Pomme de terre crue	X										X	
Pommes de terre épluchées cuites à la vapeur												
Farine de sang de volaille									X			
Poudre de cellulose												
Hydrolysate de protéine sèche de porc												
Hydrolysate de protéine liquide de porc									X			
Hydrolysate de protéine de porc, atomisé												
Concentré d'hydrolysate de protéines												
Acides gras de colza			X									Voir 2.4
Acides gras distillés de colza			X									Voir 2.4
Huile de colza brute partiellement dégom-mée			X									Voir 2.4
Huile de colza brute non dégom-mée			X									Voir 2.4
Huile de colza brute obtenue par extraction			X									Voir 2.4
Huile de colza brute obtenue par pression			X									Voir 2.4

Produits figurant dans la base de données Feed Safety Database	Métaux lourds	Pesticides		Produits vétérinaires	Mycotoxines				Microbiologie	Composés d'origine animale	Autres	
		Insect.	Pestic		CAP	Afla-tox.B	Deoxyn.	Ochrat.			Zéa	Salmonelles
Huile de colza raffinée											Voir 2.4	
Tourteau de pression de (graines de) colza			X						X			
Extrait de graines de colza stabilisé à l'eau carboné			X						X			
Extrait de graines de colza stabilisé avec des sucres réducteurs												
Colza			X									
Graines de colza nettoyées			X									
Lécithine de colza			X								Voir 2.4	
Colza, fraction oléique											Voir 2.4	
Criblures de graines de colza			X									
Colza, fraction stéarique											Voir 2.4	
Tourteau d'extraction de (graines de) colza			X						X			
Produits de confiserie												
Résidus de levure												
Riz fourrager		X			X		X		X			
Flocons de riz, traitement thermique		X			X		X		X			
Concentré de protéines de riz					X		X		X			
Solubles de riz					X		X		X			
Amidon de riz					X		X		X			
Eau de riz		X			X		X		X			
Brisures de riz												
Riz brut		X			X		X		X		X	
Riz décortiqué et poli		X			X		X		X			
Riz, traitement thermique		X			X		X		X		X	
Sel de roche (Chlorure de sodium )	X											

Produits figurant dans la base de données Feed Safety Database	Métaux lourds	Pesticides		Produits vétérinaires	Mycotoxines				Microbiologie	Composés d'origine animale	Autres	
		Insect.	Pestic		CAP	Afla-tox.B	Deoxyn.	Ochrat.			Zéa	Salmonelles
Son de seigle concassé		X					X		X			
Son de seigle		X					X		X			
Seigle		X					X		X			
Poudre de seigle		X					X		X			
Seigle fourrager		X					X		X			
Flocons de seigle		X					X		X			
Seigle		X					X		X		X	
Seigle, traitement thermique		X					X		X		X	
Acides gras purs de carthame			X						X		Voir 2.4	
Acides gras de carthame non distillés contenus dans de l'huile végétale raffinée											Voir 2.4	
Huile de carthame raffinée											Voir 2.4	
Graine de carthame			X									
Tourteau d'extraction de (graines de) carthame			X						X			
Tourteau de pression de (graines de) carthame			X						X			
Produits et sous-produits issus de la fabrication d'amuse-gueule salés												
Produits et sous-produits issus de la fabrication de sauces												
Concentré de sauces												
Farine d'algues obtenue par séchage et broyage	X <sup>3)</sup>		X						X		X	
Graine de sésame			X						X			
Tourteau de pression (de graines) de sésame			X						X			

Produits figurant dans la base de données Feed Safety Database	Métaux lourds	Pesticides		Produits vétérinaires	Mycotoxines				Microbiologie	Composés d'origine animale	Autres	
		Insect.	Pestic		CAP	Afla-tox.B	Deoxyn.	Ochrat.			Zéa	Salmonelles
Tourteau d'extraction (de graines) de sésame			X						X			
Noix de karité			X		X				X			
Noix de karité, fraction oléique	X		X		X				X		Voir 2.4	
Noix de karité, fraction stéarique			X		X						Voir 2.4	
Beurre de karité brut	X		X		X						Voir 2.4	
Beurre de karité raffiné					X						Voir 2.4	
Farine de crevette	X <sup>2) 3)</sup>										X	
Bicarbonate de sodium	X											
Phosphate de sodium, de calcium et de magnésium	X											
Carbonate de sodium	X											
Chlorure de sodium	X											
Sorgho		X				X			X		X	
Sorgho, traitement thermique		X				X			X		X	
Flocons de sorgho, traitement thermique		X				X			X			
Huile de soja hydrogénée brute faible en nickel			X								Voir 2.4	
Huile de soja hydrogénée raffinée											Voir 2.4	
Coques de soja			X					X	X			
Coques de soja, traitement thermique			X					X				
Mélange d'huile de lécithine et d'eau provenant de graines de soja			X								Voir 2.4	
Lécithine de soja			X								Voir 2.4	
Précipité d'huile de graines de soja			X								Voir 2.4	
Huile de soja raffinée par un procédé chimique											Voir 2.4	

Produits figurant dans la base de données Feed Safety Database	Métaux lourds	Pesticides		Produits vétérinaires	Mycotoxines				Microbiologie	Composés d'origine animale	Autres	
		Insect.	Pestic		CAP	Aflatox.B	Deoxyn.	Ochrat.			Zéa	Salmonelles
Huile de soja brute dégommée			X								Voir 2.4	
Huile de soja brute non dégommée			X								Voir 2.4	
Huile de soja brute partiellement dégommée			X								Voir 2.4	
Huile de soja raffinée par un procédé mécanique											Voir 2.4	
Graine de soja, traitement chimique			X						X			
Graine de soja décortiquée, traitement chimique			X						X			
Flocons de graines de soja décortiquées, traitement chimique			X						X			
Graine de soja crue			X						X			
Soja fermenté / Tofu			X						X			
Tourteau de pression de (graines de) soja			X						X			
Acides gras distillés de soja			X								Voir 2.4	
Acide gras de distillé et de distillat de soja en mélange non séparable			X								Voir 2.4	
Acides gras de soja			X								Voir 2.4	
Fibre de soja			X						X			
Filtrat de soja			X						X		X	
Flocons de soja extrudés			X						X			
Pâte de soja			X						X			
Solubles de soja			X									
Soy velasses			X						X			
Tourteau d'extraction de (graines de) soja			X						X			
Extrait de soja, stabilisé à l'eau carboné			X						X			
Extrait de soja stabilisé avec des sucres réducteurs												

Produits figurant dans la base de données Feed Safety Database	Métaux lourds	Pesticides		Produits vétérinaires	Mycotoxines				Microbiologie	Composés d'origine animale	Autres	
		Insect.	Pestic		CAP	Aflatox.B	Deoxyn.	Ochrat.			Zéa	Salmonelles
Concentré de protéines de soja provenant d'un traitement enzymatique			X						X			
Concentré de protéines de soja provenant d'une extraction à l'éthanol			X						X			
Épeautre		X				X	X		X		X	
Balles d'épeautre		X				X	X		X			
Coquilles d'huîtres												
Paille en balles	X <sup>3)</sup>		X			X			X			
Sucre												
Pulpe de betterave déshydratée											X	
Pulpe de betterave surpressée												
Eau de sucre												
Acides gras distillés de tournesol			X									Voir 2.4
Acides gras de tournesol			X									Voir 2.4
Lécithine de tournesol			X									Voir 2.4
Huile de tournesol brute non dégommée			X									Voir 2.4
Huile de tournesol neutralisée et décolorée			X									Voir 2.4
Huile de tournesol partiellement dégommée			X									Voir 2.4
Huile de tournesol raffinée												Voir 2.4
Tournesol, fraction oléique												Voir 2.4
Graine de tournesol			X						X			
Graines de tournesol nettoyées			X									
Tourteau de pression de (graines de) tournesol			X						X			
Criblures de graines de tournesol			X						X			
Tourteau d'extraction de (graines de) tournesol			X						X			

Produits figurant dans la base de données Feed Safety Database	Métaux lourds	Pesticides		Produits vétérinaires	Mycotoxines				Microbiologie	Composés d'origine animale	Autres	
		Insect.	Pestic		CAP	Afla-tox.B	Deoxyn.	Ochrat.			Zéa	Salmonelles
Tournesol, fraction stéarique									X			
Tanalbin												
Tapioca												
Amidon de tapioca												
Phosphate tricalcique									X			
Triticale		X				X	X		X		X	
Bulbes forcés de tulipes issus de l'hydroculture	X	X	X		X	X	X	X	X			
Sel sous vide (Chlorure de sodium)	X											
Épluchures de légumes et de fruits cuits à la vapeur	X <sup>3)</sup>	X	X									
Sous-produits de fruits et de légumes provenant de la transformation de fruits et de légumes frais	X <sup>3)</sup>	X	X						X			
Jus de fruits et de légumes issu de la transformation de fruits et de légumes frais à la vapeur	X <sup>3)</sup>	X	X								X	
Vesce		X	X						X			
Vinasse (betterave à sucre, canne à sucre), fabrication d'alcools												
Vinasse (betterave à sucre, canne à sucre), production d'acides aminés et d'acides organiques												
Vinasse (betterave à sucre, canne à sucre), fabrication de levures												
Eau de source												
Eau de pluie												

Produits figurant dans la base de données Feed Safety Database	Métaux lourds	Pesticides		Produits vétérinaires	Mycotoxines				Microbiologie	Composés d'origine animale	Autres	
		Insect.	Pestic		CAP	Aflatox.B	Deoxyn.	Ochrat.			Zéa	Salmonelles
Eau du robinet												
Mauvaises herbes	X <sup>3)</sup>								X		X	
Blé		X	X			X	X		X			
Blé et son de blé, malté et fermenté												
Son de blé		X	X			X	X		X			
Poussière de son de blé		X	X			X	X		X			
Farine de blé fourrager			X			X	X		X			
Blé fourrager			X			X	X		X			
Flocons de blé		X	X			X	X		X			
Farine de blé			X			X	X		X			
Tourteau de pression de germe de blé												
Tourteau d'extraction de germe de blé		X	X			X	X		X			
Germe de blé			X			X	X		X			
Gluten de blé			X			X	X		X			
Gluten de blé fourrager			X			X	X		X			
Gluten liquide de blé fourrager												
Poussière de blé		X	X			X	X		X			
Protéines de blé hydrolysées			X			X	X					
Criblures de blé												
Amidon de blé avec addition de CaCl <sub>2</sub> , traitement thermique			X				X					
Amidon de blé séché		X	X			X	X		X			
Amidon de blé liquide			X			X	X					
Sirop de glucose de blé												
Concentré de levure de blé			X			X	X		X			
Blé broyé		X	X			X	X		X			

Produits figurant dans la base de données Feed Safety Database	Métaux lourds	Pesticides		Produits vétérinaires	Mycotoxines				Microbiologie	Composés d'origine animale	Autres	
		Insect.	Pestic		CAP	Aflatox.B	Deoxyn.	Ochrat.			Zéa	Salmonelles
Blé, traitement thermique		X	X			X	X	X				
Huile de germe de blé brute			X			X	X					
Lactosérum				X					X			X
Lactosérum concentré				X					X			X
Sirop de petit lait				X					X			X
Minéraux de lactosérum												
Lactosérum en poudre				X					X			X
Lactosérum (partiellement) délactosé déminéralisé				X					X			X
Concentré de protéines de lactosérum				X					X			X
Isolat de protéines de lactosérum												
Issus de levure de boulangerie												
Levures sèches inactives												

Notes:

---

**Métaux lourds**

Sauf indication contraire (note en pied de page), les métaux lourds suivants sont concernés :  
Arsenic et Cadmium

Si des indications sont fournies (note en pied de page), alors cela signifie que d'autres métaux lourds sont également concernés :

- 1) Fluor
- 2) Mercure
- 3) Plomb

**Produits vétérinaires**

Chloramphénicol, seulement pour les produits à base de lait en poudre provenant de pays où le Chloramphénicol est autorisé dans l'alimentation animale.

**Mycotoxines :**

Contrôle du taux d'aflatoxines dans le maïs et les produits dérivés du maïs importés de pays hors CEE et USA  
Contrôle du taux d'aflatoxines dans le palmiste et les produits dérivés du palmiste importés, sauf Indonésie et Malaisie

**Microbiologie :**

Recherche d'une contamination par les salmonelles dans les aliments présentant un pH > 5, si les aliments en question sont traités pour obtenir un pH acide, sont séchés ou transformés en granules, les échantillonnages et les analyses pour la recherche de Salmonelles ne sont pas obligatoires.

Recherche de Clostridium sulfito-réducteurs

**Autres substances indésirables :**

La dioxine, si les produits sont séchés dans un séchoir avec un combustible autre que le gaz (naturel).

6) ergot

## Matières premières issues d'animaux terrestres

Les matières premières suivantes ne sont pas toutes incluses dans la base de données Feed Safety Database, mais peuvent être fabriquées, négociées ou transformées par des sociétés certifiées GMP+.

No.	Matières premières issues d'animaux terrestres	Pesticides (liposolubles)	Dioxine*	Salmonelles	Entérobactéries
1	Farine d'os			X	X
2	Farine de sang			X	X
3	Farine animale			X	X
4	Farine de canard			X	X
5	Gélatine (dans la base de données FSD)				
6	Farine de cheveux			X	X
7	Farine de cretons			X	X
8	Farine de poulet			X	X
9	Farine de lapin			X	X
10	Farine de mouton			X	X
11	Farine de sang de poulet (dans la base de données FSD)			X	X
12	Farine de viande de poulet			X	X
13	Farine de plume			X	X
14	Graisse animale (organes) (dans la base de données FSD)	X	Voir 2.4		
15	Graisse animale (os) (dans la base de données FSD)		Voir 2.4		
16	Farine d'os à viande			X	X
17	Farine de viande			X	X

## 2.4 Contrôle des taux de dioxine et des PCB de type dioxine dans les huiles et les matières grasses

### Champ d'application

Les tableaux ci-dessous indiquent les exigences minimales à respecter pour le contrôle des huiles et matières grasses issues de la transformation des oléagineux, le processus de raffinage, la transformation des corps gras d'origine animale, les mélanges de matières grasses utilisés dans l'alimentation animale, et les exigences minimales à respecter pour les huiles et matières grasses importées et vendues pour être utilisées dans l'alimentation animale.

### Échantillonnage

L'échantillonnage doit respecter les exigences GMP+. Les échantillonnages peuvent être effectués suivant différentes techniques et procédures. Les échantillons doivent être prélevés sur des lots homogènes et clairement identifiés, et doivent être représentatifs de ces lots.

### Analyses

L'analyse des taux de dioxine et des PCB de type dioxine doit être effectuée par un laboratoire certifié ISO17025 ou GMP+ B10 pour ce type d'analyse, appliqué aux corps gras et aux acides gras/distillés.

Le laboratoire doit utiliser une méthode d'analyse reconnue<sup>1</sup>. Le certificat d'analyse doit clairement indiquer les résultats pour la dioxine et les PCB de type dioxine. Le taux de ces deux substances ne doit pas excéder les limites maximales de résidus autorisées (voir GMP+ BA1 *Normes Produits*).

Les résultats de ces analyses doivent être enregistrés dans un délai d'un mois dans la base de données GMP+ International Feed Safety Database conformément aux instructions fournies par GMP+ International. <http://dos.gmpplus.org/>.

---

<sup>1</sup> Pour les pays Européens se référer à la Directive 2002/70/CE (telle qu'amendée par la Directive 2005/7/CE) définissant les exigences à respecter pour la détermination des teneurs en dioxines et en PCB de type dioxine dans les aliments pour animaux en conformité avec la Directive 2009/152 sur le dépistage de la Dioxine.

## Fréquence des contrôles

La fréquence minimum à respecter pour les contrôles dépend du type de matière grasse/d'huile contrôlé. Elle est indiquée dans les tableaux de la façon suivante :

Catégorie	1	2	3	4
	<p>Non-autorisé dans l'alimentation animale</p> <p>Voir également GMP+ BA3 «Exigences Minimales liste négative»</p>	Produit devant subir un procédé de transformation ultérieur avant de pouvoir être introduit dans la chaîne alimentaire	Produit autorisé dans l'alimentation animale	Produit autorisé dans l'alimentation animale
Fréquence des contrôles		<p>Présence possible de Dioxine :</p> <p>Contrôlés à 100% avec libération positive</p>	<p>Présence possible de dioxine:</p> <p>Contrôlés à 100% mais sans obligation de libération positive</p>	<p>Présence de Dioxine hautement improbable :</p> <p>Une fois tous les trois mois</p>

### Remarques :

- Libération positive : Le produit doit être livré avec un certificat d'analyse
- Libération positive non obligatoire : Le produit peut être livré. Cependant les résultats des analyses doivent être communiqués au client dès qu'ils sont disponibles.
- Le numéro de lot doit être indiqué sur le certificat d'analyse.
- Par procédé de transformation ultérieur, on entend un processus de raffinage ou de fragmentation. Le simple fait de mélanger des huiles ou des matières grasses n'est pas considéré comme un procédé de transformation acceptable.
- Tout procédé de transformation visant à éliminer les dioxines, doit être validé, contrôlé et certifié en conformité avec les exigences GMP+, et doit aussi respecter la réglementation en vigueur. Tout procédé de transformation visant à éliminer une substance indésirable est considéré comme constituant une étape de la production et doit, en conséquence, être certifié en tant que tel («production de matières premières destinées à l'alimentation animale»).
- L'entreprise qui décide de mettre en oeuvre un procédé visant à éliminer une substance indésirable (procédé effectué par l'entreprise ou par un tiers) est responsable de veiller à ce que ce procédé soit exécuté dans les règles et que la substance indésirable soit effectivement éliminée. L'entreprise doit en informer son client afin de dissiper tout malentendu sur la nature et la qualité du produit.
- Certains produits figurant dans les tableaux sont non-autorisés. En principe, ces produits ne devraient pas être mentionnés, s'ils le sont c'est uniquement dans un but de transparence. Ces produits figurent également dans le document GMP+ BA3 «Exigences Minimales liste négative».

- Le tableau 1 « Extraction et raffinage d'huile obtenue à partir de graines d'oléagineux et autres matières premières importées », établit une différence dans la fréquence des contrôles pour les corps gras raffinés par un procédé mécanique et ceux raffinés par un procédé chimique. Le fournisseur doit donc informer son client sur la nature du procédé de raffinage utilisé afin de l'informer sur la fréquence des contrôles à respecter.
- Ces contrôles s'appliquent de la même façon pour les huiles et matières grasses importées.
- L'annexe 6 du document GMP+ BA10 *Exigences Minimales d'Achat* contient des exigences complémentaires à respecter pour l'huile de palme et ses dérivés. Si ces exigences s'appliquent, l'adhérent est tenu de les respecter.

1 Extraction et raffinage d'huile obtenue à partir de graines d'oléagineux et autres matières premières importées																	
Procédés de transformation et produits <sup>a</sup>	Description	Palme	Palmiste	Colza	Soja	Tournesol	Coprah <sup>b</sup>	Arachide	Lin	Maïs	Karité	Carthame	Sésame	Noix	Coton	Ricin	Autres
<b>Pression et extraction</b>																	
Huile/matière grasse brute	Huiles et matières grasses obtenues par extraction	4	4	4	4	4	2	4	4	4	4	4	4	4	4	4	2
<b>Dégommage</b>																	
Huile/matière grasse brute (partiellement) dégommée	Huile traitée pour la débarrasser de la présence de gommes/lécithine			4	4	4		4	4			4	4	4	4	4	4
Lécithine				4	4	4		4	4			4	4	4	4	4	4
<b>Stockage</b>																	
Résidus de fond de cuve	Résidus visqueux et solides qui se déposent au fond de la cuve de stockage	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
<b>Raffinage mécanique</b>																	
Huile/matière grasse raffinée et autres produits destinés à la chaîne alimentaire	Huiles/matières grasses décolorées et désodorisées	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4
Acides gras distillés	Distillats de désodorisation après raffinage de l'huile	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2
<b>Raffinage chimique</b>																	
Huile/matière grasse raffinée et autres produits destinés à la chaîne alimentaire	Huiles/matières grasses décolorées et désodorisées	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4	4
Soapstock et acides gras/huiles acides	Neutralisation avec de la soude caustique (afin de séparer les acides gras pour la fabrication de savon)	4	4	4	4	4	2	4	4	4	4	4	4	4	4	4	2
Distillats	Distillats de désodorisation après raffinage de l'huile par un procédé chimique	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2	2

- a Pour un mélange donné, la fréquence des contrôles à respecter est déterminée sur la base du composé ayant la fréquence de contrôle la plus contraignante.*
- b Les résultats actuels constatent parfois la présence de dioxine en petites quantités dans l'huile de coprah brute. La source de cette contamination est sans doute liée à la pollution. Une autre explication pourrait être la méthode utilisée pour sécher la noix de coco (à partir de laquelle on obtient l'huile de coprah). Voir GMP+ BA3 « Exigences Minimales Liste Négative ».*

2 Matières grasses animales et autres matières premières importées	Matières grasses provenant d'animaux terrestres						Huile de poisson
	Suif	Saindoux	Graisse de porc	Graisse de ruminant	Graisse de volaille	Matières grasses animales (toutes espèces)	Huile de poisson
<b>Procédés de transformation et produits</b>							
<b>Transformation de la matière grasse</b>							
Transformation des huiles et matières grasses destinées à la chaîne alimentaire (Règlement (CE) 853/2004)	4	4			4		
Matières grasses animales et produits-dérivés (Règlement (CE) 1069/2009)			4	4	4	4	
<b>Raffinage chimique</b>							
Acides gras & soapstock	4	4	4	4	4	4	
Distillats de désodorisation après raffinage de l'huile par un procédé chimique	3	3	3	3	3	3	
<b>Raffinage mécanique</b>							
Acides gras distillés	3	3	3	3	3	3	
<b>Production de gélatine</b>							
Matière grasse issue de la production de gélatine	4	4	4	4	4	4	3
<b>Transformation de l'huile de poisson</b>							
Huile de poisson brute							2
Huile de poisson raffinée <sup>a</sup>							2

Soapstock et acides gras d'huile de poisson <sup>b</sup>								2
--	--	--	--	--	--	--	--	---

- a *Si l'huile brute de poisson est soumise à des tests pour vérifier que les taux de dioxine respectent les limites maximales autorisées, il n'est pas obligatoire de réitérer ces tests pour l'huile raffinée obtenue à partir de cette huile brute, étant donné que le processus de raffinage ne provoque pas une concentration de la dioxine.*
- b *Si l'huile brute est soumise à des tests pour vérifier que les taux de dioxine respectent les limites maximales autorisées, il n'est pas obligatoire de réitérer ces tests pour le soapstock et les acides gras obtenus à partir de cette huile brute, étant donné que le processus d'obtention du soapstock et des acides gras ne provoque pas une concentration de la dioxine.*

3 Oléochimie & production de biodiesel et autres matières premières importées	Corps gras d'origine végétale et animale utilisés en tant que matières premières dans l'oléochimie et la production de biodiesel						
Procédés de transformation et produits	Huile de friture usagée	Huile de palme	Huile de colza	Huile de soja	Corps gras d'origine animale autorisés dans l'alimentation humaine et animale	Catégorie 1 de 2 Corps gras d'origine animale	Autres corps gras
<b>Oléochimie</b>							
Produits dérivés	1	2	2	2	2	1	2
<b>Production de Biodiesel</b>							
Acides gras sous forme d'ester de méthyle (matière grasse) <sup>a</sup>	1	1	1	1	1	1	2
Glycérol <sup>b,c</sup>	1	4	4	4	4	1	2

a Acides gras sous forme d'ester de méthyle (matière grasse) issus de la récupération du méthanol (fabrication de biodiesel) sont interdits dans l'alimentation animale car les additifs lipophiles utilisés pour la fabrication du biodiesel se retrouvent concentrés dans les acides gras.

b Le glycérol issu de la fabrication du biodiesel est autorisé dans l'alimentation animale, s'il provient de matières premières autorisées dans l'alimentation animale.

c Le glycérol issu de la fabrication du biodiesel est interdit dans l'alimentation animale, s'il provient de matières premières (huile de friture usagée) non autorisées dans l'alimentation animale.

4 Mélanges de corps gras	Mélanges d'huiles/matières grasses et/ou produits dérivés		
Procédés de transformation et produits	Mélanges d'huiles végétales	Mélanges d'huiles animales	Mélanges d'huiles végétales et animales
Mélanges de lots			
Mélanges de lots disposant d'une analyse de Dioxine avec une séparation total feed/food et produits techniques. Une installation dédiée composée de tuyaux et de silos est utilisée sur site.	4	4	4
Mélange de corps gras avec au moins un lot sans analyse de Dioxine.	2	2	2

### **3 Échantillonnages et analyses à effectuer sur les aliments composés pour animaux**

#### **3.1 Procédures à suivre pour la détection des Salmonelles**

Les procédures ci-dessous indiquent les règles à respecter pour la détection et l'analyse des Salmonelles et Entérobactéries dans les aliments composés pour volailles, porcs, bovins et autres animaux.

Toutes ces informations sont enregistrées dans la base de données Feed Safety Database et sont à la disposition de toutes les personnes concernées, entre autres les fournisseurs et fabricants d'aliments composés pour animaux.

##### Classification des échantillons positifs aux salmonelles

Si la présence de salmonelles est détectée, les salmonelles en question doivent être analysées et classées (sérotypage, phage). La procédure à respecter est indiquée dans l'Annexe I. Les aliments concernés doivent être clairement identifiés (aliments pour volailles, bovins ou porcs).

### **3.2 Procédure 1 : Échantillonnage et analyse des Salmonelles et Entérobactéries dans les aliments pour volailles**

#### **1. Groupe cible**

Fabricants d'aliments composés destinés aux aviculteurs.

#### **2. Produits**

Aliments composés pour volailles.

#### **3. Exigences générales complémentaires**

Si les échantillons analysés sont positifs aux salmonelles, les salmonelles en question doivent être isolées et classées conformément à l'Annexe 1.

#### **4. Fréquence des analyses**

S'agissant d'aliments pour animaux destinés aux aviculteurs, on distingue les situations suivantes :

4.1 Aliments composés destinés aux volailles et transformés par des procédés techniques

A) Livrés seuls

B) Livrés avec d'autres aliments pour animaux

4.2 Aliments composés destinés aux volailles et non transformés par des procédés techniques

4.3 Contrôle des produits finis

Les exigences relatives au contrôle des produits entrants, des procédés de fabrication et du transport sont établies en fonction de ces critères. La fréquence des contrôles dépend des résultats antérieurs obtenus à la suite de ces contrôles.

#### 4.1 Aliments composés transformés par des procédés techniques

Les aliments destinés aux volailles doivent être exempts de salmonelles.

- 4.1.A. Les exigences suivantes doivent être respectées par les producteurs d'aliments destinés aux volailles et transformés par des procédés techniques (par exemple, agglomération, acidification, etc.)
1. Le fabricant d'aliments composés, doit démontrer qu'il réalise bien le test de réduction du taux d'entérobactéries par son processus de traitement thermique avec au moins un facteur de 1000. Ce seuil doit servir de paramètre de base dans le cadre de la production d'aliments destinés aux volailles et transformés par des procédés techniques. Ce test de réduction d'entérobactéries doit être effectué au moins deux fois par an. Le fabricant d'aliments composés doit pouvoir démontrer qu'il respecte ces paramètres à toutes les étapes de la ligne de production.
  2. Chaque entreprise définit les points critiques de contrôle en fonction de ses besoins spécifiques et détermine un plan minimum d'échantillonnage et d'analyse. Ce plan doit inclure un diagramme du procédé d'échantillonnage indiquant les points critiques de contrôle.

Le fabricant doit mettre en œuvre les contrôles nécessaires au niveau des points critiques afin de maîtriser les risques de contamination par les Salmonelles, notamment au niveau :

- a. Des refroidisseurs, générant de la condensation
- b. La sortie d'air provenant du refroidisseur aux endroits où l'air aspiré
- c. Des lignes de production, en aval de la presse, aux endroits où il existe un risque de contamination (poussière, enzymes, etc.)
- d. Du sommet du silo contenant les produits finis
- e. Des étapes en post-production où il existe un risque de contamination, endroits à découvert, chargement.
- f. Du transport et de la livraison des produits finis chez le client.

Un nombre représentatif d'échantillons (min.10 échantillons par ligne de production) doit être prélevé et analysé au niveau des points critiques de contrôle mentionnés ci-dessus.

- 3 Dans des conditions normales, les échantillonnages doivent être effectués en conformité avec les règles établies dans le paragraphe § 6 de la présente procédure P1. Si pour des raisons pratiques, il n'est pas possible d'appliquer cette procédure (poussière, moyen de transport), alors un prélèvement peut être effectué à l'aide d'une éponge. Une surface (et non un volume) minimum de 200 cm<sup>2</sup> doit être prélevée.
- 4 La présence de Salmonelles doit être recherchée au niveau des points critiques. Ces analyses doivent être effectuées une fois par mois. Si les résultats sont négatifs pendant 6 mois consécutifs alors la fréquence de ces analyses peut être réduite à une fois tous les deux mois. En cas de résultat positif, les analyses devront à nouveau être effectuées tous les mois pendant au moins 6 mois consécutifs. Les échantillons positifs doivent être analysés et classés en fonction du sérotype de Salmonella.
5. En cas de contamination, des mesures correctives adaptées doivent immé-

diatement être mises en œuvre jusqu'à ce que les normes soient à nouveau respectées.

6. A la demande de l'aviculteur, les résultats des analyses ci-dessus doivent lui être communiqués.
- 4.1.B. Pour les producteurs d'aliments pour volaille avec broyage séparé des matières premières, des exigences complémentaires s'appliquent à ces matières premières (voit 4.1.A).
1. Seules les matières premières qui ne sont pas sensibles aux Salmonelles, peuvent être broyées séparément. Pour plus d'informations sur les aliments pour animaux présentant un risque élevé de contamination par les salmonelles, voir GMP+ BA4 *Exigences Minimales pour les Échantillonnages et les Analyses (Annexe 3.5 Procédure 4)*
  2. Durant la réception, le transport et le stockage, toutes les mesures doivent être mises en œuvre pour éviter la contamination (par les salmonelles) des aliments pour animaux ne présentant pas un risque élevé de contamination par les salmonelles. Des contrôles doivent être effectués tous les mois<sup>2</sup> au niveau des points critiques où il existe un risque de contamination par les Salmonelles. Ces points critiques de contrôle doivent être indiqués dans le diagramme du procédé d'échantillonnage (voir section A2). Ils doivent obligatoirement inclure les étapes de réception, de transport interne et de stockage des produits (= logistique).
  3. Un nombre représentatif d'échantillons (min. 3 échantillons) doit être prélevé et analysé au niveau des points critiques de contrôle mentionnés ci-dessus.
  4. La présence de Salmonelles doit être recherchée au niveau des points critiques. Ces analyses doivent être effectuées une fois par mois. Si les résultats sont négatifs pendant 6 mois consécutifs alors la fréquence de ces analyses peut être limitée à une fois tous les deux mois. En cas de résultat positif, les analyses doivent à nouveau être effectuées tous les mois pendant au moins 6 mois consécutifs. Les échantillons positifs doivent être analysés et classés en fonction du sérotype de Salmonella.
  5. En cas de contamination, des mesures correctives adaptées doivent immédiatement être mises en œuvre jusqu'à ce que les normes soient à nouveau respectées.
  6. A la demande de l'aviculteur, les résultats des analyses ci-dessus doivent lui être communiqués.
- 4.1.C. Entreprises dont la production annuelle d'aliments pour volailles est égale ou inférieure à 7500 tonnes .

---

<sup>2</sup> Ces contrôles concernent aussi bien les points critiques au niveau du système logistique que les points critiques au niveau du système de production, tel qu'indiqué dans la section A2.

Une entreprise dont la production annuelle d'aliments pour volailles est égale ou inférieure à 7500 tonnes peut choisir de se conformer aux exigences indiquées dans cette section C plutôt que celles indiquées dans les sections 4.2A et 4.2B.

Une entreprise dont la production annuelle d'aliments pour volailles est égale ou inférieure à 7500 tonnes doit procéder à un contrôle 4 x par an (ou par lot de production) et des échantillons doivent être prélevés au niveau de 5 points critiques de contrôle. Un échantillon mixte obtenu à partir de ces 5 échantillons est ensuite analysé. A noter que la procédure d'échantillonnage doit respecter les normes ISO. 4 contrôles par an doivent être réalisés.

En cas de résultat positif, les 5 échantillons doivent être analysés séparément afin d'identifier la source de contamination.

Si l'échantillon mixte est négatif, alors il peut servir d'échantillon pour le produit fini.

#### 4.2 Aliments composés pour animaux non transformés par des procédés techniques

Les aliments pour volailles doivent être exempts de Salmonelles.

Les exigences suivantes doivent être respectées dans le cadre du contrôle des produits entrants (aliments pour animaux) :

1. Le fabricant d'aliments composés pour animaux doit établir une distinction entre deux catégories de matières premières destinées à la production d'aliments pour volailles non transformés par des procédés techniques :
  - les matières premières présentant un risque élevé de contamination par les salmonelles, et
  - les matières premières ne présentant pas un risque élevé de contamination par les salmonellesUn lot de matières premières ne présentant pas un risque élevé de contamination par les salmonelles peut être transformé sans analyses préalables. En revanche, avant de pouvoir transformer des matières premières présentant un risque élevé de contamination par les salmonelles, le fabricant doit effectuer des échantillonnages et des analyses afin de vérifier que le lot en question est exempt de salmonelles. Ces analyses sont de la responsabilité du fabricant d'aliments composés pour animaux.
  - a. Une exception à cette règle prévoit que le fabricant est autorisé à utiliser un lot de matières premières présentant un risque élevé de contamination par les salmonelles sans analyses préalables, s'il est en mesure d'identifier son fournisseur (=origine) et/ou de démontrer que le lot en question a été traité de façon à réduire le risque de contamination par les salmonelles (pour atteindre un seuil de risque égal aux matières premières ne présentant pas un risque élevé de contamination par les salmonelles). Cette disposition n'est applicable qu'après 10 livraisons consécutives de lots de matières premières négatives aux Salmonelles.
  - b. Une fois cette condition vérifiée, seul 1 lot sur 5 est soumis à des échantillonnages et des analyses. En cas de résultat positif, tous les lots seront à nouveau soumis à des échantillonnages et des analyses jusqu'à 10 livraisons consécutives de lots négatifs aux Salmonelles.
2. Procédure à appliquer pour l'échantillonnage :
  - a. Les échantillonnages de matières premières présentant ou ne présen-

tant pas un risque élevé de contamination par les salmonelles doivent être effectués en conformité avec la procédure décrite dans le paragraphe § 6 de la présente procédure P1.

- b. Ces échantillonnages sont de la responsabilité du fabricant d'aliments composés pour animaux. (N.B. les échantillonnages peuvent être effectués ailleurs que chez le fabricant, par exemple, pendant le chargement chez le fournisseur)
- c. Pour les lots jusqu'à 100 tonnes, au moins 1 échantillonnage doit être réalisé, pour les lots de plus de 100 tonnes, au moins 5 échantillonnages doivent être réalisés. Dans ce dernier cas, un échantillon mixte peut être utilisé pour les analyses.

Les exigences suivantes sont à respecter dans le cadre de la procédure de contrôle applicable à la production d'aliments pour volailles:

3. Chaque entreprise définit ses points critiques de contrôle (représentatifs) en fonction de ses besoins spécifiques et détermine un plan minimum d'échantillonnage et d'analyse. Ce plan doit inclure un diagramme du procédé d'échantillonnage indiquant les points critiques de contrôle.

Les points critiques de contrôle pour la prévention des salmonelles peuvent par exemple inclure:

- a. le transport interne à partir du point de réception des marchandises
- b. les lignes de production, en aval du broyeur/mélangeur, aux endroits où il existe un risque de contamination (poussière, enzymes, etc)
- c. au sommet du silo contenant les produits finis
- d. les étapes en post-production où il existe un risque de contamination, endroits à découvert, chargement.
- e. le transport et la livraison des produits finis chez le client.

Un nombre représentatif d'échantillons (min. 5 échantillons par ligne de production) doit être prélevé au niveau des points de contrôle de la ligne de production et analysé afin de détecter une éventuelle contamination aux salmonelles.

4. Dans des conditions normales, les échantillonnages doivent être effectués en conformité avec les règles établies dans le paragraphe § 6 de la présente procédure P1. Si pour des raisons pratiques, il n'est pas possible d'appliquer cette procédure (poussière, moyen de transport), alors les échantillonnages peuvent être effectués à l'aide d'une éponge. Une surface (et non pas un volume) minimum de 200 cm<sup>2</sup> doit être prélevée.
5. La présence de Salmonelles doit être recherchée au niveau des points critiques. Ces analyses doivent être effectuées une fois par mois. Si les résultats sont négatifs pendant 6 mois consécutifs alors la fréquence de ces analyses peut être réduite à une fois tous les deux mois. En cas de résultat positif, les analyses devront à nouveau être effectuées tous les mois pendant au moins 6 mois consécutifs. Les échantillons positifs doivent être analysés et classés en fonction du sérotype de Salmonella.
6. En cas de contamination, des mesures correctives adaptées doivent immédiatement être mises en œuvre jusqu'à ce que les normes soient à nouveau respectées.
7. A la demande de l'aviculteur, les résultats des analyses ci-dessus doivent lui être communiqués.
8. Une entreprise dont la production annuelle d'aliments pour volailles est inférieure à 7500 tonnes peut choisir de se conformer aux exigences indiquées dans la section 4.2 C plutôt que celles indiquées dans la présente section 3.



#### 4.3 Aliments composés pour volailles (produits finis)

Le tableau ci-dessous indique la fréquence (unité de production de l'entreprise) des échantillonnages et des analyses à effectuer pour les différentes catégories de produits finis.

Catégories d'aliments composés pour animaux	Nombre minimum d'échantillonnages et d'analyses, calculé pour 24 tonnes livrées
Elevage poulets de chair de sélection <sup>3</sup>	1 lot sur 2 (50%)
Elevage poules reproductrices <sup>4</sup>	1 lot sur 5 (20%)
Elevage <sup>3</sup>	1 lot sur 10 (10%)
Poulets de chair	1 lot sur 20 (5%)
Poules pondeuses et poules reproductrices	1 lot sur 20 (5%)
Elevage dindes reproductrices	1 lot sur 5 (20%)
Elevage dindes	1 lot sur 10 (10%)
Dindes de chair	1 lot sur 30 (3 1/3%)

#### 5. Mesures correctives complémentaires en cas de résultat positif aux salmonelles

-

#### 6. Méthode d'échantillonnage

Les échantillons à utiliser pour la détection des Entérobactéries doivent être prélevés juste avant le point de remplissage du contenant ou des sacs utilisés pour le transport. Des échantillons d'au moins 60g doivent être prélevés, soit une quantité suffisante pour composer un échantillon et un échantillon doublon de 25 g chacun. Les échantillons d'aliments composés pour animaux doivent être prélevés dans le flux juste avant le point de remplissage du contenant ou des sacs utilisés pour le transport, ou s'il s'agit d'échantillonnages effectués sur la ligne de production, aussi près que possible des points critiques de contrôle.

#### 7. Méthode d'analyse

~~Respecter la méthode d'analyse indiquée dans le pack documentaire « Méthodes d'Analyse » publié par le Product Board Animal Feed ([www.pdv.nl](http://www.pdv.nl)).~~

Les analyses doivent être effectuées par un laboratoire certifié ou agréé GMP+ FSA pour la détection et l'analyse des salmonelles. Voir GMP+ BA10 *Exigences Minimales d'Achat*

<sup>3</sup> Producteurs de poulets de chair et producteurs d'œufs, respectivement

<sup>4</sup> Si sur une période ininterrompue de deux ans, les contrôles ne révèlent aucun échantillon positif aux Salmonelles, alors la fréquence des échantillonnages peut être limitée à 1 échantillon pour 30 lots (31/3%).

## **8. Communication des résultats des analyses**

### **8.1 Base de données Feed Safety Database**

Les résultats des analyses doivent être enregistrés au moins une fois par mois dans la base de données GMP+ International Feed Safety Database conformément aux instructions fournies par GMP+ International. <http://dos.gmpplus.org/>.

### **8.2 Organisme de certification**

A chaque fois qu'une contamination par *Salmonella enteritidis* (S.e.) et *Salmonella typhimurium* (S.t.) est constatée, l'adhérent doit immédiatement s'adresser à son organisme de certification afin d'évaluer l'efficacité des mesures déjà mises en place.

### 3.3 Procédure 2 : Échantillonnage et analyse pour la détection des Salmonelles et Entérobactéries dans les aliments composés destinés aux porcs, bovins et autres espèces animales (à l'exception des volailles)

#### 1. Groupe Cible

Fabricants d'aliments composés et de mélanges de coproduits humides, à l'exception des aliments destinés aux volailles.

#### 2. Produits

Autres aliments composés à l'exception des aliments composés destinés aux volailles (incluant le mélange d'autres coproduits humides).

#### 3. Exigences générales complémentaires

Si les analyses donnent un résultat positif aux salmonelles, les salmonelles doivent être analysées et classées conformément à l'Annexe 1.

#### 4. Fréquence des analyses

La fréquence minimum (par unité de production de l'entreprise) à respecter pour les analyses des différents produits finis est indiquée ci-dessous. Elle dépend notamment des mesures mises en oeuvre pour réduire le risque de contamination aux Salmonelles

##### 4.1 Situation où des mesures ont été mises en oeuvre pour réduire le risque de contamination par les Salmonelles

Même si des mesures ont été mises en oeuvre pour réduire le risque de contamination par les Salmonelles, des analyses doivent tout de même être réalisées pour détecter la présence d'Entérobactéries et de Salmonelles.

##### 4.1.1 Salmonelles

Afin de réaliser les analyses pour la détection des salmonelles, des échantillonnages doivent être effectués sur les aliments composés

Le tableau ci-dessous indique le nombre d'échantillons à prélever.

<b>Production annuelle d'aliments composés pour animaux autres que les volailles par unité de production (pour les mélanges humides, les quantités de matière sèche)</b>	<b>Nombre d'échantillons par trimestre</b>
jusqu'à 2000 tonnes	2
jusqu'à 4000 tonnes	2
jusqu'à 6000 tonnes	3
jusqu'à 8000 tonnes	4
jusqu'à 10 000 tonnes	5
jusqu'à 20 000 tonnes	10
jusqu'à 30 000 tonnes	15
jusqu'à 40 000 tonnes	20
plus de 40 000 tonnes	25

##### 4.1.2 Entérobactéries

Si des analyses sont réalisées pour détecter la présence d'Entérobactéries, elles doivent être effectuées pour chacune des lignes de production sur lesquelles des

mesures ont été mises en oeuvre pour réduire le risque de contamination par les Salmonelles.

- a. Des échantillonnages et des analyses doivent être réalisés deux fois par an, au niveau des points critiques de contrôle de la ligne de production, afin de déterminer l'évolution du niveau d'entérobactéries pour tester le processus de production (traitement thermique),
- b. 5 échantillons doivent être prélevés sur les produits finis pour chaque ligne de production (par trimestre) et analysés.

En plus des analyses pour la détection des entérobactéries, des échantillonnages et des analyses doivent être réalisés, au moins deux fois par an, au niveau des points critiques de contrôle de la ligne de production pour détecter la présence de Salmonelles.

#### 4.2 Situation où aucune mesure n'a été mise en oeuvre pour réduire le risque de contamination par les Salmonelles

Si aucune mesure particulière n'a été mise en oeuvre pour réduire le risque de contamination par les Salmonelles, alors des échantillonnages et des analyses doivent être effectués conformément aux indications dans le paragraphe § 4.1.1.

#### 4.3 Aliments composés humides

A la place des analyses pour la détection des Salmonelles, l'adhérent GMP+FSA peut réaliser des tests pour évaluer le pH ou la température. Dans ce cas, l'adhérent doit prélever et analyser au moins un échantillon par produit, par trimestre.

Si le pH mesuré respecte le pH maximum indiqué dans la norme GMP+ BA01 Normes Produits, alors les échantillonnages et les analyses pour la détection des Salmonelles ne sont pas obligatoires.

### **5. Mesures correctives complémentaires en cas de résultat positif aux salmonelles**

Si un échantillon prélevé sur un produit fini se révèle positif aux Salmonelles, alors des échantillonnages et des analyses pour la détection des Salmonelles doivent être effectués au niveau des points critiques de contrôle de la ligne de production.

### **6. Méthode d'échantillonnage**

Les échantillons d'aliments composés pour animaux doivent être prélevés dans le flux juste avant le point de remplissage du contenant ou des sacs utilisés pour le transport, ou s'il s'agit d'échantillonnages effectués sur la ligne de production, aussi près que possible des points critiques de contrôle. Pour la détection des Entérobactéries, les échantillons de produits finis doivent être prélevés au niveau de la ligne de production juste avant le point de remplissage du contenant ou des sacs utilisés pour le transport. Des échantillons de 60g doivent être prélevés, soit une quantité suffisante pour composer un échantillon et un échantillon doublon de 25 g chacun.

### **7. Méthode d'analyse**

~~Respecter la méthode d'analyse indiquée dans le pack documentaire « Méthodes d'Analyse » publié par le Product Board Animal Feed ([www.pdv.nl](http://www.pdv.nl)).~~

Les analyses doivent être effectuées par un laboratoire certifié ou agréé GMP+ FSA pour la détection et l'analyse des salmonelles. Voir GMP+ BA10 *Exigences Minimales d'Achat*

### **8. Communication des résultats des analyses**

Les résultats des analyses doivent être enregistrés au moins une fois par mois dans la base de données GMP+ International Feed Safety Database conformément aux instructions fournies par GMP+ International. <http://dos.gmpplus.org/>

### **3.4 Procédure P4: Échantillonnage et analyse sur les aliments pour animaux présentant un risque élevé de contamination par les salmonelles (matières premières)**

#### **Introduction**

A la base de l'échantillonnage et des résultats d'analyse au niveau des contrôles à l'expédition par les producteurs/importateurs/transporteurs de matières premières destinées à l'alimentation animale et des contrôles à la réception chez les fabricants d'aliments composés certifiés GMP+ International, il a été défini la liste suivante d'aliments pour animaux présentant un risque élevé de contamination par les salmonelles.

#### **Aliments pour animaux présentant un risque élevé de contamination par les salmonelles**

A l'heure actuelle, aucune matière première n'est considérée comme présentant un risque élevé de contamination par les salmonelles.

##### **3.4.1 Procédure 4A: Échantillonnage et analyse sur les aliments pour animaux présentant un risque élevé de contamination par les salmonelles**

#### **1. Groupe cible**

Producteurs de matières premières destinées à l'alimentation animale présentant un risque élevé de contamination par les salmonelles

#### **2. Produits**

Matières premières présentant un risque élevé de contamination par les salmonelles

Tous les ans, une liste des matières premières destinées à l'alimentation animale présentant un risque élevé de contamination par les salmonelles est établie sur la base du rapport « de surveillance et de contrôle des salmonelles ».

#### **3. Exigences générales complémentaires**

Les informations suivantes doivent être renseignées au niveau du site de production.

- a. nombre de véhicules utilisés pour le transport
- b. quantité livrée par bateau
- c. identification des véhicules de transport sur lesquels les échantillonnages ont été effectués
- d. nombre d'échantillonnages par bateau
- e. date d'envoi des échantillons au laboratoire
- f. résultats (en cas de résultat positif, les salmonelles doivent être analysées et classées).

Ces informations doivent être enregistrées et mises à la disposition des inspecteurs appartenant à l'organisme de certification.

Si les échantillons analysés sont positifs aux salmonelles, les salmonelles doivent être analysées et classées conformément à l'Annexe 1.

#### **4. Fréquence des analyses**

Pour chaque site de production, au moins un échantillon doit être prélevé au moment du chargement (par l'entreprise) et analysé.

## 5. Mesures correctives complémentaires en cas de résultat positif aux salmonelles

-

## 6. Méthode d'échantillonnage

Pour chaque site de production, un échantillon d'au moins 25 g doit être prélevé au moment du chargement du premier véhicule (première livraison de la journée), puis tous les quatre véhicules. Si le transport est effectué par bateau, alors un échantillon par 500 tonnes doit être prélevé ou une partie de ces 500 tonnes.

Les échantillonnages doivent être effectués à l'aide d'une louche d'échantillonnage dans le flux pendant le chargement, et les échantillons prélevés doivent être conservés dans des flacons stériles. Le fabricant doit envoyer ces échantillons au laboratoire sous 2 jours ouvrables et demander à ce qu'un échantillon mixte soit composé et analysé.

## 7. Méthode d'analyse

~~Respecter la méthode d'analyse indiquée dans le pack documentaire « Méthodes d'Analyse » publié par le Product Board Animal Feed ([www.pdv.nl](http://www.pdv.nl)).~~

Les analyses doivent être effectuées par un laboratoire certifié ou agréé GMP+ FSA pour la détection et l'analyse des salmonelles. Voir GMP+ BA10 *Exigences Minimales d'Achat*

## 8. Communication des résultats des analyses

Les résultats des analyses doivent être enregistrés au moins une fois par mois dans la base de données GMP+ International Feed Safety Database conformément aux instructions fournies par GMP+ International. <http://dos.gmpplus.org/>

### 3.4.2 « Bonus/malus » sur les exigences pour les prélèvements et les analyses de matières premières destinées à l'alimentation animale présentant un risque élevé de contamination par les salmonelles

Les producteurs de matières premières destinées à l'alimentation animale présentant un risque élevé de contamination par les salmonelles doivent effectuer les échantillonnages et les analyses obligatoires prévus dans le cadre de la procédure. En cas de résultats favorables pour les échantillonnages et les analyses, le producteur peut sous certaines conditions en réduire la fréquence. Les conditions à respecter sont les suivantes :

- a. Au cours de l'année écoulée, le producteur doit avoir scrupuleusement effectué les échantillonnages et les analyses obligatoires prévus par la Procédure P4 inscrite dans la norme GMP+ BA04 *Exigences Minimales pour les Échantillonnages et les Analyses*. Ce qui signifie qu'il doit avoir respecté la fréquence d'exécution des échantillonnages et des analyses et enregistré les résultats dans la Base de Données Feed Safety Database en conformité avec les instructions fournies par GMP+.

- b. Le taux de Salmonelles détecté dans les matières premières destinées à l'alimentation animale au cours des 4 trimestres précédents doit être inférieur à 3% par trimestre sur la base des échantillonnages et des analyses effectués et évalués comme suit :
  1. Le seuil de 3% de Salmonelles se rapporte aux produits analysés avant expédition,
  2. Le seuil de 3% de Salmonelles se rapporte aux Salmonelles (toutes souches confondues)
  3. Le taux de Salmonelles est calculé en fonction de la fréquence des échantillonnages prévus dans le cadre de la Procédure P4 inscrite dans la norme GMP+ BA04 *Exigences Minimales pour les Échantillonnages et les Analyses*.
- c. Au cours de l'année écoulée, le producteur doit avoir procédé à un contrôle de la ligne de production, identifié de façon claire et précise les points critiques de contrôle et mis en œuvre les mesures de contrôle nécessaires (en conformité avec le système HACCP).

Si le fabricant répond à l'ensemble de ces exigences (points a à c), alors il peut réduire la fréquence des analyses et des échantillonnages obligatoires à condition de respecter les points suivants :

Le fabricant doit effectuer des échantillonnages et des analyses pour détecter la présence de Salmonelles en conformité avec les normes HACCP s'appliquant aux contrôles internes.

Il doit respecter la fréquence minimum d'échantillonnage et d'analyse indiquée dans le Chapitre 2 de la norme GMP+ BA4 *Exigences Minimales pour les Échantillonnages et les Analyses* en appliquant la formule suivante :

$$\text{Freq.} = \frac{\sqrt{\text{Volume de production}}}{100} * 1 * 5 * 5.$$

Pour plus d'explications concernant cette formule, veuillez consulter l'Annexe 2 de ce document GMP+ BA4 *Exigences Minimales pour les Échantillonnages et les Analyses*. Dans l'exemple ci-dessus, la formule se base sur un facteur 1 pour l'historique et un facteur 5 pour la nocivité.

Cette formule a été développée à partir d'une formule de base qui tient compte du volume de production annuel et applique un facteur de correction en fonction de l'historique des produits, des risques de nouvelles contaminations et leur gravité potentielle.

- a. Si un incident au cours du trimestre est lié à un seuil de salmonelles plus élevé que 3% (dans le produit fini), alors le producteur peut ré-appliquer sa méthode de surveillance comme spécifiée au point a. Il s'agit d'un incident, si le seuil de Salmonelles du produit fini après constat de l'incident :
  1. Excède 3% au cours d'une période maximum de 1 mois (30 jours),
  2. Et qu'un résultat positif aux Salmonelles soit constaté au cours d'une période de 14 jours.
- b. Pas plus d'un résultat positif aux Salmonelles sur 2 trimestres successifs.
- c. Si le seuil de Salmonelles des produits finis excède 3% au cours de 2 trimestres successifs (et n'est pas le résultat d'un incident), alors le producteur doit informer son organisme de certification des mesures qu'il a mis en œuvre.

- d. Si le fabricant ne répond pas à l'ensemble des exigences a. à d., alors il doit se conformer aux exigences d'échantillonnage et d'analyse prévues par la norme GMP+ BA04 *Exigences Minimales pour les Échantillonnages et les Analyses* pour les matières premières destinées à l'alimentation animale présentant un risque élevé de contamination par les salmonelles.

## 4 Autres procédures d'échantillonnage et d'analyse

### 4.1 Procédure P6: Échantillonnages et analyses pour la détection de l'Aflatoxine B1

#### 1. Groupe cible

Fabricants d'aliments composés pour animaux et fournisseurs de matières premières destinées à l'alimentation des bovins.

#### 2. Produits

Matières premières destinées à l'alimentation des bovins ou à la fabrication d'aliments composés pour les bovins laitiers.

#### 3. Exigences générales complémentaires

-

#### 4. Fréquence des analyses

Les exigences suivantes doivent être observées dans le cadre des échantillonnages et des analyses pour la détection de l'Aflatoxine B1 dans les matières premières destinées à l'alimentation des bovins laitiers ou à la fabrication d'aliments composés pour les bovins laitiers. Il n'y a pas de fréquence minimale établie pour les tests applicables aux producteurs non inclus dans le tableau ci-dessous et les origines exemptées spécifiées ci-dessous.

L'adhérent GMP+FSA qui fournit des matières premières brutes figurant dans la liste ci-dessous à des éleveurs laitiers, doit fournir à ces éleveurs un certificat d'analyse portant sur des échantillons prélevés sur le lot d'origine ou le lot concerné.

L'adhérent GMP+FSA qui fournit des aliments composés fabriqués à partir des matières premières brutes figurant dans la liste ci-dessous à des éleveurs laitiers, doit fournir à ces éleveurs un certificat d'analyse portant sur des échantillons prélevés sur le lot d'origine ou le lot concerné.

Matières premières destinées à l'alimentation animale catégorie 1	Tous les lots doivent être analysés. Les lots en question ne doivent pas excéder 500 tonnes.
	Produits classés dans cette catégorie: 1. Tourteaux et flocons d'arachides, toutes origines 2. Flocons de graines de kapok, toutes origines 3. Tourteaux et flocons de graines de coton, toutes origines 4. Produits dérivés de la noix de coco, toutes origines Maïs et produits dérivés du maïs, toutes origines sauf USA et CEE 5. Palmiste et produits dérivés du palmiste, origine indéfinie 6. Tourteaux de graines de carthame, toutes origines

Matières premières destinées à l'alimentation animale catégorie 2	Tous les lots doivent être analysés. Les lots en question ne doivent pas excéder 3000 tonnes.
	Produits classés dans cette catégorie: 1. Palmiste, et produits dérivés du palmiste, toutes origines sauf Indonésie et Malaisie 2. Produits dérivés du riz, toutes origines

#### 5. Mesures correctives complémentaires en cas de déviation

-

#### 6. Méthode d'échantillonnage

-

#### 7. Méthode d'analyse

~~Respecter la méthode d'analyse indiquée dans le pack documentaire « Méthodes d'Analyse » publié par le Product Board Animal Feed ([www.pdv.nl](http://www.pdv.nl)).~~

Les analyses doivent être effectuées par un laboratoire certifié ou agréé GMP+ FSA pour la détection et l'analyse des salmonelles. Voir GMP+ BA10 *Exigences Minimales d'Achat*

#### 8. Communication des résultats des analyses

Les résultats des analyses doivent être enregistrés au moins une fois par mois dans la base de données GMP+ International Feed Safety Database conformément aux instructions fournies par GMP+ International. <http://dos.gmpplus.org/>

## 4.2 Procédure P7 : Échantillonnages et Analyses pour la détection de protéines animales

### 1. Groupe cible

Fabricants d'aliments composés incluant des mélanges humides pour ruminants.

### 2. Produits

Aliments composés incluant des mélanges humides pour ruminants.

### 3. Exigences générales complémentaires

-

### 4. Fréquence des analyses

Le nombre des échantillonnages à effectuer pour les aliments destinés aux ruminants est indiqué dans le tableau ci-dessous. Ces échantillons doivent être analysés en laboratoire afin de détecter la présence éventuelle de protéines animales dérivées de mammifères.

Nombre des échantillonnages à effectuer par site de production dans le cadre du contrôle de l'encéphalopathie spongiforme bovine.

Production en tonnes par an	Échantillons / Trimestre
< 5,000	1
5,000 < < 10,000	1
10,000 < < 20,000	2
20,000 < < 30,000	2
30,000 < < 40,000	2
>40,000	3

### 5. Mesures correctives complémentaires en cas de dépassement des seuils

En conformité avec la réglementation applicable à l'alimentation animale

### 6. Méthode d'échantillonnage

-

### 7. Méthode d'analyse

~~Respecter la méthode d'analyse indiquée dans le pack documentaire « Méthodes d'Analyse » publié par le Product Board Animal Feed ([www.pdv.nl](http://www.pdv.nl)).~~

Les analyses doivent être effectuées par un laboratoire certifié ou agréé GMP+ FSA pour la détection et l'analyse des salmonelles. Voir GMP+ BA10 *Exigences Minimales d'Achat*

### 8. Communication des résultats des analyses

Les résultats des analyses doivent être enregistrés au moins une fois par mois dans la base de données GMP+ International Feed Safety Database conformément aux instructions fournies par GMP+ International. <http://dos.gmpplus.org/>

## ANNEXE 1 : PROCÉDURE POUR LE SÉROTYPAGE DES SALMONELLES

En cas de résultat positif aux salmonelles, les adhérents GMP+ FSA doivent obligatoirement faire analyser les échantillons positifs afin d'identifier le sérotype exact des salmonelles.

Le sérotype des Salmonelles présentes dans les matières premières destinées à l'alimentation des volailles, des bovins et des porcs doit être parfaitement connu. Il convient notamment de déterminer si les Salmonelles appartiennent à l'un ou l'autre des sérotypes suivants : Enteritidis, Typhimurium, Infantis, Virchow, Hadar, Java ou Agona. Le sérotypage doit être effectué par un laboratoire certifié ou agréé RIVM (Institut National Hollandais pour la Santé), GMP+ B10 *Analyses en Laboratoire* ou ISO 17025 pour le sérotypage des Salmonelles. Le coût de ces analyses est à la charge du fabricant d'aliments pour animaux.

Le sérotypage des Salmonelles sert à déterminer avec précision le lien entre les différents sérotypes Salmonella et les matières premières contaminées, les aliments composés fabriqués à partir de ces matières premières, les animaux qui les consomment et les produits finis contaminés. Ces données permettent de détecter et d'identifier d'éventuelles sources de contamination en aval de la ligne de production.

Procédure d'envoi à respecter :

- a. Les nouveaux adhérents doivent tout d'abord contacter le RIVM par téléphone au numéro suivant : 030-2742126.
- b. Le RIVM leur fera parvenir un colis accompagné du matériel nécessaire pour l'envoi des échantillons. Soit un matériel d'échantillonnage standard RIVM accompagné d'un formulaire blanc/rose. Ces formulaires doivent être remplacés par des formulaires verts pour les échantillons d'aliments pour animaux. Ces formulaires verts sont envoyés séparément aux nouveaux adhérents.
- c. A chaque fois que les adhérents envoient des échantillons à faire analyser, ils reçoivent par retour du nouveau matériel d'échantillonnage ainsi qu'un nouveau colis. Pour obtenir les formulaires verts, les nouveaux adhérents doivent téléphoner au numéro suivant : 030-2742126. Désormais, les autres adhérents doivent également téléphoner à ce numéro pour obtenir des formulaires verts.
- d. Le formulaire vert doit être dûment complété et renvoyé au RIVM avec les cultures de Salmonelles. Les informations suivantes doivent figurer sur le formulaire :
  1. Nom et adresse de l'expéditeur,
  2. Nom de l'entreprise sollicitant le sérotypage (si possible sous forme de code),
  3. Identification des matières premières sur lesquelles les Salmonelles ont été prélevées.
  4. Pays d'origine des matières premières.

Lors du premier envoi, préciser la procédure utilisée pour isoler les Salmonelles et pour les envois ultérieurs, les éventuelles modifications apportées à la procédure.

## **PARTIE B : PROCÉDURE POUR LA MESURE DU TAUX DE CONTAMINATION CROISÉE**

### **1 Introduction**

La section 6.7.1.5 de la norme GMP+ B1 *Production, Trade and Services* indique qu'un adhérent GMP+FSA qui fabrique des additifs de type E<sup>5</sup> ou des produits vétérinaires doit mesurer le taux de contamination croisée au niveau de ses installations. Ces mesures permettent de contrôler les limites maximales de résidus autorisées pour les additifs et les produits vétérinaires en conformité avec la norme GMP+ BA1 *Normes Produits* (voir section 7.7 de la norme GMP+ B1 *Production, Trade and Services*).

Afin de mesurer le taux de contamination croisée, l'adhérent doit respecter la procédure indiquée dans cette annexe.

Le rapport d'inspection du taux de contamination croisée doit se conformer aux conditions jointes. Voir description de la méthode ci-dessous (voir paragraphe 2, section : rapport d'inspection).

Note : Dans l'attente d'une révision de la méthode de mesure de la contamination croisée, les adhérents GMP+FSA sont autorisés à dévier de la méthode préconisée à condition de respecter les principes de base et d'être en mesure de garantir des résultats équivalents.

---

<sup>5</sup> Par additifs de type E, on entend les additifs référencés sous le terme E 000 (Règlement (CE) n°1831/2003, Article 6, section 1).

## 2 Méthodes pour la mesure du taux de contamination croisée

### 2.1 Principes de base généraux pour la mesure du taux de contamination croisée

Avant de mesurer le taux de contamination croisée au niveau des installations, il est important d'étudier le diagramme de fabrication et l'agencement du site afin d'identifier les points critiques.

L'un des principes de base pour la mesure du taux de contamination croisée repose sur la connaissance et la maîtrise des flux de retour tant internes qu'externes.

#### Points critiques de contamination croisée

Sur un site de production (d'aliments composés pour animaux) les risques de contamination croisée concernent en particulier les points suivants de la ligne de production :

#### 1. Le remplissage des silos de prémélanges

Le remplissage des silos de prémélanges constitue un point critique de contamination croisée. L'étude du diagramme permet d'évaluer les risques. Les convoyeurs, les écluses, les systèmes de séparation et les filtres constituent tous des points critiques de contrôle.

Les convoyeurs mécaniques, comme les redlers, les élévateurs et les convoyeurs à vis, présentent un risque important de contamination croisée. Il est donc important de mesurer les taux de contamination croisée sur ce type d'installation. Prendre en considération des durées de tours à vide suffisamment longues (10 minutes).

Si un système de remplissage pneumatique est utilisé avec des filtres individuels pour chaque silo, il n'est pas nécessaire de mesurer le taux de contamination croisée. Si un filtre unique est utilisé pour tous les silos, celui-ci doit être agité pendant au moins 10 minutes au-dessus du silo qui vient d'être rempli.

L'ordre de remplissage des silos doit être pré-défini afin d'éviter les mélanges indésirables.

L'ensemble de ces mesures doit permettre de garantir que les produits respectent les limites maximales de résidus autorisées (voir GMP+ BA01 *Norme Produits*, partie B).

#### 2. Dosage, mouture et mélange

Le risque de contamination croisée par les additifs et les produits vétérinaires (médicamenteux) est majoré au cours des opérations de dosage (ajout d'additifs et de produits vétérinaires) / (de mouture) / de mélange / de transport et de stockage des produits sous forme de farine dans un silo.

L'endroit au niveau de la ligne de production où sont ajoutés les prémélanges doit se situer le plus près possible de la mélangeuse. Il est important que le traceur soit ajouté en même temps et au même endroit que les additifs et les produits médicamenteux.

### 3. Presses

Le risque de contamination croisée est également élevé au niveau des presses. Plus les filières sont grandes, plus les risques, plus les risques de contamination croisée sont accrus. En outre, les silos tampons contenant des stocks constituent également un point possible de contamination croisée.

Les flux de retour doivent également être surveillés lorsque la farine est transformée en granulés et réinjectée directement dans le silo.

### 4. Chargement et transport

Durant le stockage, le chargement et le transport des produits finis, le risque de contamination croisée concerne principalement les additifs et les produits vétérinaires critiques (par exemple : la nicarbazine et les médicaments vétérinaires sulfamidés). Pour ces produits, les opérations de chargement et de transport doivent obligatoirement respecter une procédure pré-établie.

Des précautions particulières doivent être observées pour le traitement des résidus du chargement vrac. Les traitements possibles de ces résidus doivent être conformes à la législation en vigueur s'appliquant à l'alimentation animale et doivent être recyclés et analysés en accord avec les normes établies. Tous les résidus provenant d'aliments médicamenteux ne peuvent pas être recyclés.

En cas de risque avéré de contamination croisée par des additifs ou des produits vétérinaires critiques, une entreprise peut décider d'appliquer les mesures suivantes :

1. la mise en œuvre d'une procédure obligatoire pour le chargement et le transport
2. La mise en œuvre de mesures complémentaires en cas de changement de produits
3. la mise en œuvre de lignes de production spécialement dédiée à la fabrication des additifs et des produits vétérinaires critiques
4. l'utilisation d'autres additifs ou produits vétérinaires présentant moins de risques.

#### Points de mesure du taux de contamination croisée

Les risques de contamination croisée sont particulièrement élevés au niveau des lignes de dosage / de mouture / et de mélange, ainsi qu'au niveau des presses. Il est notamment important de mesurer le taux de contamination croisée au niveau des lignes où sont fabriqués les aliments contenant des additifs et des produits vétérinaires critiques, et les aliments présentant un risque élevé de contamination croisée. Afin de garantir la fiabilité des résultats, les précautions suivantes doivent être observées :

Le taux de contamination croisée au niveau des mélangeurs doit être mesuré à la sortie des mélangeurs :

- a. le taux de contamination croisée au niveau des lignes de dosage / de mouture / et de mélange doit être mesuré à l'entrée des presses, pour les grains, et au niveau des silos de stockage des produits finis, pour les farines.
- b. pour la production de grains, le taux de contamination croisée au niveau des presses doit être mesuré à l'entrée des silos de stockage des produits finis.

Le taux de contamination croisée mesuré dans le cadre de cette procédure correspond au taux de contamination croisée des installations.

#### Substances utilisables pour la mesure du taux de contamination croisée

Afin de garantir la fiabilité des résultats, les substances de mesure doivent pouvoir être détectées et analysées même à des doses très faibles. Les substances de mesure figurant dans le tableau ci-dessous sont autorisées. Ce tableau indique également le seuil de précision qu'il est possible d'atteindre grâce à ces différentes substances, lorsqu'elles sont utilisées pour mesurer le taux de contamination croisée d'une installation.

Méthode	Chapitre	Limite inférieure du seuil de précision <sup>6</sup> pour la mesure du taux de contamination croisée en % <sup>1)</sup>
Chlorure de cobalt 100 ppm	2.2	1
Sulphate de cobalt		
- 100 ppm	2.3.1	1
- 50 ppm	2.3.2	3
- 25 ppm	2.3.3	5
Protéine/Manganèse	2.4	Voir tableau dans la section 2.4
FSS-Lake 100ppm	2.6	1
F-Lake 100 ppm	2.6	1
FSS-Lake 10 ppm	2.6	1
RF microtraceur (par pesage)	2.7	1
Violet de méthyle	2.8	1

<sup>1)</sup> Le chapitre 2.5 comprend une méthode pour la mesure du taux de contamination croisée au niveau des lignes de production dédiées aux prémélanges et aux additifs alimentaires

#### Rapport de contrôle

Il est essentiel d'établir un rapport détaillé à partir des contrôles, afin de pouvoir utiliser les résultats de manière fiable pour corroborer les mesures et les contrôles ultérieurs et vérifier le respect des procédures. Cette démarche doit être basée sur une procédure pré-établie en accord avec les personnes responsables. Les règles indiquées dans cette procédure doivent être strictement respectées. Les éléments suivants doivent obligatoirement être intégrés dans cette procédure.

1. date
2. personne responsable du contrôle du taux de contamination croisée
3. description de la méthode utilisée
4. plan des installations indiquant
  - a. les lignes de production (mouture/mélange et presses) contrôlées

<sup>6</sup> Par limite inférieure du seuil de précision on entend le taux minimum de contamination croisée (exprimé en pourcentage) qu'il est possible de déterminer grâce à la méthode utilisée. Si le taux de contamination croisée est inférieur, les taux de contamination croisée indiqués dans le tableau ci-dessus doivent être utilisés.

- b. le point au niveau de la ligne de production où les substances ont été ajoutées pour mesurer le taux de contamination croisée
  - c. le point au niveau de la ligne de production où les échantillons ont été prélevés
5. le nombre et la taille des échantillons
  6. l'intervalle entre les différents échantillonnages
  7. les résultats des analyses
  8. le calcul exact du taux de contamination croisée
  9. la préparation éventuelle des échantillons avant analyse : mouture, homogénéisation, segmentation et/ou mélange

### Nouvelles substances de mesure

Les nouvelles substances de mesure sont autorisées sur la base d'une évaluation validée par la méthode de référence (Cobalt). Les éléments ci-dessous doivent obligatoirement être indiqués dans le rapport de validation :

- a. Nom et adresse du demandeur et de l'agence d'inspection
- b. Motivation/description du problème
- c. Informations concernant
  1. L'installation visée (mélangeurs/presses/refroidisseurs)
  2. Les substances de mesure de référence et les substances de mesure à évaluer
  3. Procédure d'échantillonnage pour les lots de rinçage
  4. Préparation des échantillons en laboratoire
  5. Méthode d'analyse à respecter
  6. Méthode statistique à respecter
- d. Résultats des analyses
- e. Traitement statistique des résultats obtenus
- f. Conclusions
- g. Références

Ce rapport peut être présenté par un panel d'experts pour évaluation par GMP+ International.

## **2.2 Utilisation du cobalt dans le cadre de la procédure de contrôle du procédé de fabrication (méthode de référence)**

### **1. CHAMP D'APPLICATION**

Cette procédure ou méthode de contrôle est utilisée pour évaluer la qualité et l'homogénéité des grains et farines utilisés pour la fabrication des prémélanges et des aliments composés.

Cette méthode peut également être utilisée pour mesurer le taux de contamination croisée des matières premières utilisées pour la fabrication des aliments composés.

### **2. DÉFINITIONS**

- Unité de production : Une unité de production est une installation aux normes pour la fabrication d'aliments composés pour animaux.
- Mélange à base de cobalt : Le mélange à base de cobalt est un mélange de se moule de blé et de chlorure de cobalt hexahydraté avec un taux de cobalt se situant entre 5% min. et 6% max. et préparé suivant les règles indiquées dans le § 17 de la procédure de contrôle.

### **3. PRINCIPE**

La procédure de contrôle utilisée pour déterminer l'homogénéité des mélanges de farines utilisées pour la préparation des aliments composés pour animaux, utilise un mélange à base de cobalt qui de par ses propriétés est capable de remplacer les additifs alimentaires conventionnels.

La procédure de contrôle doit être effectuée sur trois lots provenant d'un même mélange d'aliments. Le premier lot sert de lot de rinçage pour l'installation et permet de déterminer le taux « naturel » de cobalt dans les aliments en question. Le mélange à base de cobalt (voir section 2) est ajouté au deuxième lot. Le taux de cobalt des échantillons de farines et de grains prélevés sur le deuxième lot est ensuite analysé. Le troisième lot est constitué de l'aliment tel quel, sans ajout de mélange à base de cobalt. Le taux de cobalt des échantillons de farines et de grains prélevés sur le troisième lot est ensuite analysé. Ce taux permet d'évaluer le taux de contamination croisée au niveau des installations de la ligne de production.

Le taux de cobalt contenu dans les échantillons est déterminé par spectrométrie d'absorption atomique (AAS) après destruction à chaud des échantillons d'analyse à 550 degrés Celsius.

### **4. MATÉRIEL ET OUTILS**

Le matériel suivant est indispensable pour la procédure de contrôle :

- a. 110 pots en plastique de 500ml équipés d'un couvercle pour conserver les échantillons de farine et de grains
- b. une louche d'échantillonnage en plastique

Le nombre de pots indiqué est indispensable si les échantillons de farine et de grains sont prélevés à des niveaux/points différents de la ligne de production. Prévoir 48 pots de 500 ml supplémentaires par point de contrôle additionnel.

Les échantillons prélevés doivent être analysés par un laboratoire en mesure de déterminer le taux de cobalt par spectrométrie d'absorption atomique. Les échantillons doivent être remis au laboratoire d'analyse aussi rapidement que possible après l'échantillonnage.

## **5. INFORMATIONS A FOURNIR PAR L'ENTREPRISE**

Les informations suivantes doivent être fournies par l'entreprise fabriquant les aliments composés concernés par la procédure de contrôle :

- a. un diagramme des installations de la ligne de production indiquant les points au niveau de la ligne où le mélange de cobalt a été ajouté et où les échantillons ont été prélevés.

Les éléments suivants sont requis pour la mise en œuvre de la procédure de contrôle :

- b. l'impression des données fournies par l'ordinateur, comprenant :
    1. la composition du mélange d'aliments pour animaux
    2. le poids du lot demandé par l'automate et
    3. le poids réel du lot
- ou si la ligne de production n'est pas informatisée :
1. la composition du mélange d'aliments pour animaux
  2. le poids total du lot calculé à partir de la somme des différents composés
  3. le poids réel relevé pour le lot en question.

Les éléments suivants doivent être connus afin de calculer le poids du lot pour la mélangeuse et la presse.

- c. le point au niveau de la ligne de production où la mélasse, la vinasse et les autres ingrédients liquides sont ajoutés au flux de production ainsi que la quantité ajoutée,
- d. le point au niveau de la ligne de production où les corps gras sont ajoutés au flux de production ainsi que la quantité ajoutée. Ces points précis doivent figurer sur le diagramme de la ligne de production.

## **6. AJOUT DU MÉLANGE A BASE DE COBALT**

Le mélange à base de cobalt (voir section 2) doit être ajouté au deuxième lot d'aliments composés à un taux nominal se situant entre 5% min. et 6% max.

Le point au niveau de la ligne de production où le mélange à base de cobalt doit être ajouté dépend du trajet qui doit être mesuré (voir section 7.1). Les points sélectionnés au niveau de la ligne de production, où le mélange à base de cobalt est ajouté et où les échantillons sont prélevés, doivent être indiqués sur le diagramme de la ligne de production.

Ajouter une quantité de mélange à base de cobalt égale à 2,0 kg par tonne d'aliments composés. Le poids du lot exigé par l'automate peut être utilisé.

## 7. ÉCHANTILLONNAGE ET MANIPULATION DES ÉCHANTILLONS

### 7.1 Échantillons prélevés

#### 7.1.1 Échantillonnage

Lorsque la procédure de contrôle est mise en œuvre dans une entreprise fabriquant des aliments composés pour animaux, les échantillons doivent être prélevés en des points pré-définis de la ligne de production :

- a. à la sortie des mélangeurs (voir 13.1)
- b. pour les farines, à l'entrée des silos contenant les produits finis ou les farines
- c. pour les grains, à l'entrée des silos contenant les produits finis
- d. en d'autres points en fin de ligne afin de déterminer le trajet de contamination croisée

Si le flux de farine ou de grains n'est pas accessible au niveau des points sélectionnés, alors des ouvertures doivent être réalisées au niveau des installations en accord avec l'entreprise.

#### **Production de farines**

Pour le premier lot, les échantillons de farine doivent être prélevés à la sortie des mélangeurs. Notamment 10 échantillons pour déterminer le taux de cobalt et encore 4 échantillons pour déterminer le taux d'humidité.

Pour le deuxième lot : 20 échantillons de farine doivent être prélevés à la sortie des mélangeurs, 20 échantillons de 500ml de farine à l'entrée des silos contenant les produits finis, et 4 échantillons de farine à l'entrée du silo de stockage des produits finis afin de déterminer le taux d'humidité.

Pour le troisième lot : 20 échantillons de farine doivent être prélevés à la sortie des mélangeurs, 20 échantillons de 500ml de grains à l'entrée du silo de stockage des produits finis afin de déterminer le taux de cobalt. Afin de déterminer le taux d'humidité : 4 échantillons de farine doivent être prélevés à la sortie des mélangeurs et 4 échantillons de grains à l'entrée du silo de stockage des produits finis.

#### **Production de grains**

Pour le premier lot, les échantillons de farine doivent être prélevés à la sortie des mélangeurs. 10 échantillons afin de déterminer le taux de cobalt et 4 échantillons afin de déterminer le taux d'humidité.

Pour le deuxième lot : 20 échantillons de farine doivent être prélevés à la sortie des mélangeurs, 20 échantillons de 500ml de grains à l'entrée du silo de stockage des produits finis afin de déterminer le taux de cobalt. Afin de déterminer le taux d'humidité : 4 échantillons de farine doivent être prélevés à la sortie des mélangeurs et 4 échantillons de grains à l'entrée du silo de stockage des produits finis.

Pour le troisième lot, 20 échantillons de farine doivent être prélevés à la sortie des mélangeurs, 20 échantillons de 500ml de grains à l'entrée du silo de stockage des produits finis afin de déterminer le taux de cobalt. Afin de déterminer le taux d'humidité, 4 échantillons de farine doivent être prélevés à la sortie des mélangeurs et 4 échantillons de grains au niveau du silo de stockage des produits finis.

Si l'on souhaite déterminer deux taux séparés de contamination croisée, l'un pour les lignes de production de dosage/de mouture/et de mélange, et l'un pour les lignes de presses à grains, alors pour le deuxième et troisième lot, il faut prévoir 20

échantillons supplémentaires afin de déterminer le taux de cobalt et 4 échantillons supplémentaires afin de déterminer le taux d'humidité. Ces échantillons doivent être prélevés à l'entrée des silos contenant les farines transformées par les presses à grains. La méthode de travail reste la même que pour la farine.

### **Flacons d'échantillonnage**

Tous les flacons d'échantillonnage doivent être identifiés avec un code barre avant la mise en production du premier lot d'aliments pour animaux. Au fur et à mesure de l'écoulement du flux de farine et/ou de grains destinés au premier lot, 20 échantillons de farine et 20 échantillons de 500 ml de grains doivent être prélevés dans le flux en prenant soin de répartir les échantillonnages sur la durée totale de production du lot. Les flacons d'échantillonnage doivent être remplis à ras bord afin d'éviter autant que possible le démélange (pour les échantillons de farine).

N. B. : Il est important de prendre soin de répartir les échantillonnages sur la durée totale de production du lot afin d'obtenir des échantillons représentatifs de la totalité du lot.

#### 7.1.2 Préparation des échantillons

Chaque échantillon de farine ou de grains doit être moulu à l'aide d'un moulin adapté. La mouture doit être suffisamment fine pour permettre à 90% de la farine obtenue de passer dans un tamis de calibre 1,00 mm, et permettre à au moins 50% de la farine obtenue de passer dans un tamis de calibre 0,50 mm. Utiliser des tamis à trous ronds. Ne pas moulin les échantillons plus qu'il n'est nécessaire afin de ne pas provoquer la surchauffe du moulin.

Moudre d'abord les échantillons de farine et de grains provenant du premier lot, puis ceux provenant du troisième lot (lot de contamination croisée) et enfin, ceux provenant du deuxième lot. Ainsi les échantillons sont moulus en respectant l'ordre croissant de leur taux de cobalt.

Nettoyer le moulin avec de l'air comprimé après chaque échantillon traité.

Après chaque groupe de 24 échantillons traités, nettoyer le moulin avec de l'air comprimé puis démonter le moulin et nettoyer les différents éléments avec une brosse, afin de limiter les risques de contamination croisée entre les différents groupes d'échantillons.

Homogénéiser autant que possible l'échantillon de farine obtenu et le re-transférer ensuite dans le flacon d'échantillonnage.

#### 7.1.3 Stockage des échantillons

Les échantillons, qui ne sont pas analysés dans un délai minimum d'une semaine après l'échantillonnage, doivent être stockés dans un endroit réfrigéré à une température de 35°C.

### 7.2 Analyse des échantillons

Les échantillons stockés dans un endroit réfrigéré doivent être transférés dans la pièce où doit avoir lieu l'analyse, au moins 16 heures avant l'analyse en question. Pendant ce délai, l'échantillon ne doit pas être manipulé et son emballage ne doit pas être ouvert (voir section 13.2). Une fois le délai de 16 heures expiré, procéder de la façon suivante :

Homogénéiser le mélange avec une cuillère ou une spatule.

Prélever 2 échantillons de quantité suffisante pour l'analyse.  
Déterminer le taux de cobalt des deux échantillons.

## **8. DETERMINATION DU TAUX D'HUMIDITE**

2 échantillons d'analyse sont préparés à partir de l'échantillon opérationnel.

Le taux d'humidité des échantillons analysés en conformité avec la méthode indiquée dans le pack documentaire « Méthodes d'Analyse » publié par le Product Board Animal Feed ([www.pdv.nl](http://www.pdv.nl)) ou les instructions in NEN 3332.

## **9. DÉTERMINATION DU TAUX DE COBALT**

### 9.1 Principe de détermination du taux de cobalt

Le taux de cobalt est déterminé par spectrométrie d'absorption atomique (AAS) après destruction par la chaleur de l'échantillon d'analyse mesuré grâce à un filtre de calibre 240,7 nanomètres après injection de la solution dans la flamme du matériel.

Une courbe de calibration peut être réalisée à partir des solutions précédentes dont le taux de cobalt a été déterminé avec précision. Les mesures après extinction des échantillons analysés sont converties en taux de cobalt. Le taux de cobalt est exprimé en part par million (ppm).

Le taux de cobalt obtenu pour chacun des échantillons est ensuite corrigé afin de prendre en compte le taux « naturel » de cobalt contenu dans les échantillons de farines provenant du premier lot.

### 9.2 Échantillons de référence

Pour chacune des séries d'échantillons analysés, des échantillons de référence (échantillons dont le taux de cobalt a été précisément déterminé) sont utilisés pour déterminer le taux de cobalt par spectrométrie d'absorption atomique (AAS). Ces échantillons de référence permettent de vérifier le taux de cobalt mesuré.

### 9.3 Résultats non conformes

Si pour deux échantillons d'analyse provenant d'une même entreprise le taux de cobalt excède de plus de 5% les valeurs moyennes mesurées, alors deux nouveaux échantillons d'analyse doivent être prélevés et analysés à partir de l'échantillon original prélevé en entreprise (voir 13.3).

## **10. TRAITEMENT DES RÉSULTATS**

### **10.1 Résultats non conformes**

En cas de résultats non-conformes et après deux analyses effectuées sur les échantillons prélevés en entreprise, le taux de cobalt non-conforme déterminé pour chacun des trois lots d'aliments composés doit être analysé de manière plus approfondie. Dans ce cas, on retient les deux analyses présentant les résultats les plus proches pour les différents calculs, ce qui permet d'éviter d'avoir à réaliser une analyse de la variance à plusieurs degrés de liberté.

Après ajout du mélange à base de cobalt dans le deuxième lot, on constate que le taux de cobalt est moins élevé pour les premiers échantillons que pour les échantillons suivants [2]. Ceci est dû au degré de contamination croisée d'un aliment blanc provenant du premier lot de produit vers le deuxième lot.

Ce point ne doit pas être négligé lorsque l'on cherche à déterminer l'homogénéité des aliments pour animaux contenus dans le deuxième lot. Le taux de cobalt des échantillons prélevés sur le deuxième lot n'est pas utilisé pour calculer un résultat moyen, mais pour calculer le coefficient de variation empirique servant à déterminer l'homogénéité des lots. Ce qui est indiqué au début de cette section continue à s'appliquer. Le fait que la fourchette de la moyenne des résultats obtenus pour les 20 échantillons ne soit pas considérée comme « normale », c'est-à-dire quelque peu faussée, n'est pas pris en compte.

L'opposé est vrai pour les échantillons prélevés sur le troisième lot. Ces échantillons présentent un taux relativement élevé de cobalt résultant d'une contamination croisée par le cobalt contenu dans les aliments pour animaux des deuxième et troisième lots [2]. En principe, la fourchette des taux de cobalt des échantillons du troisième lot est davantage faussée que celle obtenue pour le deuxième lot. C'est pour cette raison que l'on ne cherche pas à constater une éventuelle déviation dans les résultats obtenus pour le taux de cobalt des échantillons du troisième lot. Aucun coefficient de variation empirique n'est calculé pour évaluer l'homogénéité des lots. A la place, et à condition que les échantillons soient représentatifs de l'ensemble du lot, on réalise une simple courbe représentant le taux moyen de cobalt par échantillon basé sur le nombre total d'échantillons. Ce qui implique de répartir les échantillonnages sur la durée totale de production des lots. Le taux de contamination croisée moyen pour le cobalt peut être calculé en valeur absolue ou en pourcentage du taux constaté pour le deuxième lot.

### **10.2 Conversion en matière sèche**

Le taux de cobalt mesuré est applicable aux échantillons analysés et aux échantillons opérationnels présentant un taux d'humidité (produits de base). Pour pouvoir être utilisés ultérieurement, les taux de cobalt doivent tous être relativisés en matière sèche.

Utiliser la formule suivante pour effectuer cette conversion :

$$C = \frac{100}{100 - V} \times C1$$

Où

C = le taux de cobalt basé sur la matière sèche en ppm

V = le taux d'humidité du groupe d'échantillons opérationnels en %

C1 = le taux de cobalt mesuré sur la base du résultat en ppm.

Au taux de cobalt mesuré pour la matière sèche, on défalque le taux « naturel » de cobalt basé sur la matière sèche dans l'aliment blanc provenant du premier lot. Ce taux de cobalt corrigé pour la matière sèche est utilisé pour la suite des calculs.

### 10.3 Taux de contamination croisée

Le taux de contamination croisée de l'installation est calculé comme suit, en accord avec la procédure de contrôle et pour chacun des points au niveau de la ligne où les échantillons ont été prélevés.

Le taux de cobalt moyen pour la matière sèche contenue dans le groupe d'échantillons provenant du troisième lot doit être divisé par le taux moyen de cobalt pour la matière sèche contenue dans le groupe d'échantillons provenant du deuxième lot. Multiplier le résultat par 100 pour obtenir le pourcentage moyen de contamination croisée.

### 10.4 Analyse de la variance

Les taux de cobalt mesurés et corrigés, basés sur la matière sèche contenue dans chacun des échantillons provenant du deuxième lot sont utilisés pour l'analyse de la variance. Les résultats obtenus pour la farine et les grains sont analysés séparément.

Pour l'analyse de la variance, on distingue les variations suivantes :

- a. différence de répétition entre les échantillons
- b. différence entre la moyenne des échantillons inclus dans un même groupe.

L'analyse de la variance permet de déterminer :

- a. l'écart type entre les répétitions (ou entre les échantillons)
- b. l'écart type entre la moyenne des échantillons (ou entre les échantillons)
- c. le taux de cobalt moyen pour chaque échantillon d'analyse
- d. le taux moyen de cobalt pour chaque groupe d'échantillons opérationnels
- e. les degrés de liberté associés à chacun des écarts types

Les écarts types obtenus sont convertis en coefficient de variation empirique en multipliant l'écart type par 100 et en divisant le résultat par le taux moyen de cobalt du groupe d'échantillons. Cette façon de calculer le coefficient de variation empirique permet de mesurer l'homogénéité des matières premières au niveau du point de la ligne de production où les échantillons ont été prélevés.

Cette conversion est nécessaire car l'écart type dépend du taux de cobalt de chacun des groupes d'échantillons opérationnels.

Les formules arithmétiques à appliquer pour l'analyse de la variance sont expliquées en détail dans la plupart des manuels de calculs statistiques. Voir exemple [1].

Les taux de cobalt des échantillons d'analyse provenant du troisième lot sont exprimés par une courbe basée sur le nombre d'échantillons. Ces taux de cobalt ne sont pas exploitables pour l'analyse de variance, car les variations entre les taux des différents échantillons sont trop importantes et ne sont pas correctement réparties. Voir 10.3, comment calculer le taux moyen de cobalt pour le troisième lot.

## 11. RÉSULTATS

Les résultats suivants sont communiqués pour chacun des groupes d'échantillons :

- a. le taux d'humidité moyen pour chaque groupe d'échantillons (0,01%)
- b. la moyenne des taux de cobalt corrigés, basés sur la matière sèche contenue dans chacun des échantillons d'analyse (0.1 ppm pour des taux de cobalt supérieurs à 10 ppm et 0.01 ppm pour des taux de cobalt inférieurs ou égaux à 10 ppm)
- c. la moyenne des taux de cobalt corrigés pour chacun des groupes d'échantillons (0.1 ppm pour des taux de cobalt supérieurs à 10 ppm et 0.01 ppm pour des taux de cobalt inférieurs ou égaux à 10 ppm)
- d. le taux de contamination croisée des installations calculé en conformité avec la procédure de contrôle.

Les résultats suivants sont également communiqués pour chacun des groupes d'échantillons provenant du premier et du deuxième lot :

- a. l'écart type entre les répétitions (0,0001 ppm)
- b. l'écart type entre la moyenne des échantillons (0,0001 ppm)
- c. les degrés de liberté associés à l'écart type tel qu'indiqué aux points 4. et 5.
- d. le coefficient de variation empirique entre les répétitions (0,01 %)
- e. le coefficient de variation empirique entre la moyenne des échantillons (0,01%)

## 12. ÉVALUATION DES RÉSULTATS

### 12.1 Répétabilité de la détermination du taux de cobalt

Le coefficient de variation empirique entre les répétitions permet de mesurer la répétabilité de la détermination du taux de cobalt incluant l'échantillon traité. Dans des conditions normales de détermination du taux de cobalt, le coefficient de variation empirique entre les répétitions se situe entre 3 et 4% [2]. Si le coefficient de variation empirique est supérieur à cette valeur alors il est nécessaire d'effectuer une analyse approfondie.

Le taux de répétabilité ( $r$ ) multiplie le coefficient de variation empirique par 2,83, et doit donc se situer approximativement entre 8,5 et 11,3%. Cela signifie que si la même analyse est réalisée deux fois par la même personne et avec le même matériel d'analyse, dans un cas sur 20, la différence entre les 2 résultats obtenus est supérieure au taux de répétabilité ( $r$ ).

### 12.2 Homogénéité des matières premières

Le coefficient de variation empirique entre la moyenne des échantillons permet de mesurer l'homogénéité des farines et des grains sur lesquels les échantillonnages ont été effectués. Statistiquement, un groupe d'échantillons est considéré comme étant non homogène si la différence entre l'écart type pour la moyenne des différents échantillons et l'écart type pour les répétitions est supérieure à un facteur prédéfini (test F). Il arrive donc que l'on obtienne un résultat indiquant un mélange non homogène pour des écarts types très faibles entre les répétitions, même si techniquement ce résultat n'est pas avéré.

## **13. REMARQUES**

### 13.1 Premier point de contrôle

Un mélange d'aliments pour animaux n'est pas homogène après dosage des différents ingrédients. Même après être passé dans un broyeur à marteaux, le mélange n'est que partiellement homogène. Souvent les particules les plus fines sont entraînées par le marteau, et transférées directement dans le mélangeur. Un mélange homogène n'est donc obtenu qu'à partir du mélangeur. Prélever des échantillons directement dans le mélangeur peut s'avérer difficile et potentiellement dangereux, et n'est certainement pas recommandé. Les échantillonnages doivent donc être effectués à la sortie du mélangeur. Dans la plupart des entreprises ce point correspond à la sortie du bunker situé en dessous du mélangeur.

### 13.2 Acclimatation des échantillons

Les échantillons qui ne peuvent pas être analysés dans un délai assez bref, doivent être stockés dans un endroit réfrigéré afin d'éviter toute dégradation ou altération. Ces échantillons doivent être transférés dans la pièce où doit être effectuée l'analyse au moins 16 heures à l'avance, afin que les échantillons soient à température ambiante au moment de l'analyse. Cette méthode de travail permet d'éviter que les échantillons de matières premières ne soient exposés à la condensation à cause de la température plus élevée en laboratoire. En cas de condensation, il est impossible de déterminer de façon précise le taux d'humidité des échantillons. La distribution non-homogène de la condensation risque également d'accroître la fourchette des résultats pour le taux de cobalt.

### 13.3 Résultats déviants pour la détermination du taux de cobalt

Si les taux de cobalt obtenus pour deux échantillons d'analyse, provenant d'un même échantillon prélevé en entreprise, présentent une déviation supérieure à 5%, alors deux nouveaux échantillons d'analyse doivent être analysés.

Dans la plupart des cas, l'un des résultats est rejeté. Parfois l'analyse de trois voire même quatre échantillons ne donne aucun résultat déviant. Dans ce cas, il peut être difficile de réaliser une analyse de variance. Pour remédier à ce problème, les statisticiens ont développé une méthode de calcul qui permet de remplacer plus de deux résultats valables par deux autres résultats permettant la réalisation d'une analyse de variance.

Comme d'un point de vue technologique, il s'agit de fixer un seuil pour le coefficient de variation, une simplification de la méthode a été décidée.

Si pour trois ou quatre résultats, l'un ou deux d'entre eux sont avérés comme étant déviants, alors les résultats déviants sont rejetés.

Si les trois résultats retenus sont valables, les deux résultats dont les valeurs sont les plus proches, sont retenus. Ainsi l'analyse de variance est basée sur deux échantillons et deux répétitions pour chacun d'entre eux.

## 14. SÉCURITÉ

En pratique, la procédure de contrôle est toujours appliquée dans les entreprises fabriquant des aliments composés.

Les opérateurs responsables d'appliquer la procédure de contrôle dans une entreprise fabriquant des aliments composés, doivent respecter les règles de sécurité suivantes :

- a. avant de se mettre au travail, les opérateurs doivent prendre connaissance des instructions de sécurité en vigueur dans l'entreprise
- b. durant leur temps de présence, les opérateurs sont tenus de respecter les règles de sécurité en vigueur dans l'entreprise
- c. au moment d'ajouter le mélange à base de cobalt au flux de production, les opérateurs doivent porter des gants de protection et un masque de protection couvrant le nez.

## 15. MANIPULATION DES ALIMENTS COMPOSÉS CONTENANT DU COBALT

Dans le cadre de la procédure de contrôle, le mélange à base de cobalt est ajouté au deuxième lot en respectant une dose de 2kg par tonne d'aliments. Les aliments composés ainsi traités contiendront alors 100 ppm de cobalt. Ces aliments doivent être stockés dans un endroit isolé et ne peuvent en aucun cas être commercialisés en tant que tels.

Il est recommandé de diluer les aliments contenant du cobalt de telle sorte que la concentration finale des aliments destinés à la vente n'excède pas le seuil de 2 ppm. A noter qu'il faut également tenir compte du taux de cobalt « naturel » des matières premières.

Les aliments du troisième lot ne contiennent en général qu'un taux de cobalt relativement faible. Comme le taux de contamination croisée ne peut être connu à l'avance, il est nécessaire d'anticiper une déviation relativement importante du taux de cobalt des aliments. Il est recommandé de stocker les aliments en question dans un endroit isolé et de les traiter afin de diluer leur taux de cobalt.

Si l'entreprise fabriquant des aliments composés ne souhaite pas réinjecter ces aliments sous quelque forme que ce soit dans la ligne de production, alors ces aliments doivent être considérés comme des déchets et traités en tant que tels.

## 16. BIBLIOGRAPHIE

- a. Snedecor, G.W. and W.G. Cochran  
Statistical Methods  
6th Edition, 1969  
The Iowa State University Press, Ames, Iowa, U.S.A.
- b. Nieman, W., J. Hulshoff, A.J. Vooijs and H. Beumer  
De bestaande mate van kwaliteitszorg in de mengvoedersector  
Part II: Onderzoek naar de procesnauwkeurigheid bij de verwerking van toevoegingsmiddelen in drie pilotbedrijven met behulp van een kobalt-houdende premix.

## **17. INSTRUCTIONS DE BASE POUR LA PRÉPARATION DU MÉLANGE A BASE DE COBALT**

### Introduction

Le mélange à base de cobalt utilisé pour la procédure de contrôle est préparé à partir de semoule de blé et de chlorure de cobalt hexahydraté. Cette méthode de préparation permet une répartition homogène du cobalt et d'obtenir un mélange présentant des caractéristiques relativement similaires à celles des aliments composés.

### Ingrédients

- a. semoule de blé de qualité définie, comme porteur
- b. chlorure de cobalt hexahydraté, pur à 99% minimum
- c. l'eau doit être de qualité égale ou supérieure à l'eau du réseau/robinet

### Matériel

- a. Mélangeur pour produits secs et humides, par exemple le Natura mélangeur avec concasseur.
- b. pulvérisateur à air comprimé
- c. séchoir avec ventilation
- d. broyeur avec un nombre élevé de tour par minute
- e. tamiseur

### Mesures de sécurité

Les opérateurs manipulant le cobalt, notamment lors des opérations de pulvérisation, de broyage et de tamisage, doivent porter un masque de protection couvrant le nez et la bouche ainsi que des gants de protection en matière synthétique.

### Préparation du mélange à base de cobalt

Peser les quantités requises de chlorure de cobalt hexahydraté et de semoule de blé. Diluer le chlorure de cobalt hexahydraté dans deux fois son volume d'eau. Si nécessaire, chauffer légèrement le mélange (température max. 50 °C) jusqu'à obtention d'une solution limpide. Verser cette solution dans la chambre à pression du pulvérisateur. Verser ensuite la semoule de blé dans le mélangeur. Brancher le mélangeur et mettre sous pression la chambre à pression (c. 2 – 2.5 bar). Ouvrir le conduit allant du pulvérisateur au mélangeur de sorte que la solution soit atomisée. Une fois que la solution de chlorure de cobalt hexahydraté a été entièrement atomisée (compter deux ou plusieurs étapes en fonction du volume de la chambre à pression), rincer à grande eau tout le matériel ayant servi trois fois à la préparation et à l'atomisation du mélange à base de cobalt. Laisser le mélange humide à base de cobalt dans le mélangeur pendant encore 15 minutes.

Enlever ensuite le mélange du mélangeur et sécher pendant 24 heures à une température de 60 °C.

Une fois sec, broyer le mélange à l'aide d'un broyeur à grande vitesse (par exemple : broyeur à broches) et tamiser avec un tamiseur de calibre 500 um. Les résidus de tamisage, peuvent être à nouveau broyés et tamisés en utilisant le même tamiseur.

Homogénéiser le mélange ainsi tamisé à l'aide d'un mélangeur et conditionner dans un contenant hermétique. Opter de préférence pour un contenant de volume égal au volume du mélange à utiliser pour la procédure de contrôle (soit 2kg/tonne).

Les informations suivantes doivent figurer sur le contenant :

- a. le nom du produit (mélange à base de cobalt)
- b. le poids net
- c. la date de production et le numéro de la procédure de contrôle
- d. la concentration nominale en cobalt
- e. le numéro de conditionnement du lot
- f. les mesures de sécurité

Il est important de noter que le mélange sec à base de cobalt est relativement hygroscopique. Il est donc recommandé de travailler dans un environnement sec et de limiter autant que possible l'exposition du mélange à l'air.

#### Échantillonnage et rapport

Au moment du conditionnement du mélange à base de cobalt, quatre échantillons doivent être prélevés. Deux de ces échantillons vont servir à déterminer le taux d'humidité, un autre échantillon à déterminer la répartition des particules de cobalt en fonction de leur taille, alors que le dernier échantillon sera conservé en tant qu'échantillon de réserve.

Les informations suivantes doivent obligatoirement figurer dans le rapport :

- a. origine et caractéristiques de la semoule de blé
- b. origine et pureté du chlorure de cobalt hexahydraté
- c. quantité utilisée pour le lot porteur, les sels de cobalt et l'eau
- d. taux moyen d'humidité du mélange après homogénéisation
- e. taux de cobalt calculé pour le mélange à base de cobalt
- f. répartition des particules de cobalt en fonction de leur taille

### **2.3 Utilisation de mélanges à base de cobalt pour mesurer le taux de contamination croisée dans le cadre de la procédure de contrôle**

Cette section présente un certain nombre de procédures alternatives pour la mesure en interne du taux de contamination croisée basée sur l'utilisation d'un traceur au cobalt. Ces procédures sont en fait des versions simplifiées de la procédure de référence décrite dans la section 2.2.

Grâce à cette simplification de la procédure de référence, il est possible de limiter le nombre des échantillons à prélever et analyser au strict minimum requis pour mesurer de façon fiable le taux de contamination croisée, réduisant d'autant le coût des analyses. Si l'entreprise le juge nécessaire, elle peut bien entendu prélever et analyser des échantillons supplémentaires dans le but d'évaluer le bon fonctionnement des installations.

Deux des procédures simplifiées proposées permettent de réduire le taux de cobalt utilisé par un facteur de 2 et de 4, respectivement. L'avantage de ces procédures simplifiées est qu'elles limitent le problème du traitement ultérieur des lots d'aliments contenant le cobalt. L'inconvénient est que la réduction du taux de cobalt impacte la fiabilité des résultats. Des taux de contamination croisée faibles à relativement faibles (< 3% et < 5% respectivement) ne peuvent pas être mesurés de façon fiable avec cette méthode.

Pour mesurer en interne le taux de contamination croisée avec un taux de cobalt réduit, l'entreprise peut suivre la procédure de référence indiquée dans la section 2.2, ou opter pour la procédure simplifiée ci-dessus appliquée à un nombre limité d'échantillons.

Pour les procédures de contrôle indiquées dans les sections 2.3.1 et 2.3.2, un mélange à base de sulfate de cobalt peut être utilisé à la place du mélange à base de cobalt décrit dans le §17 du chapitre 2.2. Le mélange à base de sulfate de cobalt doit être préparé en conformité avec les instructions indiquées dans la section 2.3.4.

#### **2.3.1 Modification de la procédure de référence basée sur l'utilisation du cobalt pour mesurer en interne un taux de contamination croisée égal ou supérieur à 1% dans le cadre de la préparation d'aliments composés pour animaux (nombre limité d'échantillons)**

Pour mesurer en interne un taux de contamination croisée égal ou supérieur à 1% dans le cadre de la préparation d'aliments composés pour animaux, l'entreprise peut appliquer la méthode de référence indiquée dans la section 2.2 ou opter pour la procédure simplifiée ci-dessus. Dans le cadre de cette procédure simplifiée, le mélange à base de cobalt doit contenir au moins 5% de cobalt. Après ajout de ce mélange aux aliments, les aliments en question doivent contenir une quantité minimum de 100ppm de mélange à base de cobalt.

Les indications ci-dessous expliquent dans quelles conditions la méthode de référence peut être modifiée pour la mesure en interne du taux de contamination croisée. Pour plus de clareté, la numérotation du chapitre 2.2 est reprise dans l'ordre. Les parties omises ne sont pas concernées par les modifications, ou alors seulement de façon mineure et évidente.

## 1. CHAMP D'APPLICATION

Cette méthode n'est applicable que pour la mesure en interne du taux de contamination croisée.

## 2. MATÉRIEL ET OUTILS

Au moins 46 flacons en plastique de 50 ml équipés d'un couvercle ou des sachets d'échantillonnage d'1l.

## 3. ECHANTILLONNAGE ET MANIPULATION DES ÉCHANTILLONS

### 3.1 Échantillonnage

La procédure suivante peut être utilisée si l'entreprise prélève des échantillons supplémentaires dans le but d'évaluer le bon fonctionnement des installations.

- a. Pour le premier lot (sans ajout du mélange à base de cobalt) :
  1. prélever au moins 4 échantillons au niveau du point de contrôle sélectionné. De préférence après le refroidisseur pour la détermination du taux de cobalt « naturel » dans les aliments (KAC1 – KAC4)
  2. prélever au moins 4 échantillons au niveau du même point de contrôle pour la détermination du taux d'humidité (VAC1 – VAC4).
- b. Pour le deuxième lot (avec ajout du mélange à base de cobalt) :
  1. prélever au moins 10 échantillons à la sortie du mélangeur, en répartissant les échantillonnages de manière homogène sur l'ensemble du flux, pour la détermination du taux moyen de cobalt (KBM1 – KBM10). Si l'entreprise le souhaite, elle peut prélever jusqu'à 20 échantillons (voir section 7.2.3)
  2. prélever au moins 4 échantillons au niveau du même point de contrôle pour la détermination du taux d'humidité (VBM1 – VBM4)
  3. Si l'entreprise le souhaite, elle peut prélever 10 échantillons supplémentaires au(x) point(s) de contrôle sélectionné(s) pour la détermination du taux moyen de cobalt (KBC1 – KBC10).
- c. Pour le troisième lot (lot de contamination croisée)
  1. si l'entreprise le souhaite, elle peut prélever 10 échantillons à la sortie du mélangeur. Les échantillonnages doivent être répartis de façon homogène sur l'ensemble du flux (KCM1 – KCM10)
  2. prélever 20 échantillons au niveau du/des point(s) de contrôle sélectionné(s). Les échantillonnages doivent être répartis de façon homogène sur l'ensemble du flux afin de déterminer de façon fiable le taux de contamination croisée (KCC1 – KCC20)
  3. prélever au moins 4 échantillons au niveau du même point de contrôle pour la détermination du taux d'humidité (VCC1 – VCC4).

### 3.2 Manipulation des échantillons et finalité

D'un point de vue technique, la manipulation des échantillons respecte la même procédure (broyage, séquence des opérations, etc.) que celle indiquée dans la section 2.2. Les règles suivantes s'appliquent quant à la finalité des échantillons.

- a. Les résultats obtenus par analyse à base de cobalt du taux d'humidité des échantillons peuvent être corrigés ou recalculés pour la matière sèche.
- b. Les échantillons KAC1 – KAC4 doivent être analysés séparément en double. Cette règle est cruciale, notamment pour le troisième lot, car le taux de cobalt

des lots deux et trois doit être corrigé afin de tenir compte du taux « naturel » de cobalt dans les aliments.

- c. Les échantillons KBM1 – KBM10 peuvent être utilisés de deux façons. Chacun des échantillons peut être divisé en deux sous-échantillons « a » et « b », ou si 20 échantillons ont été prélevés au lieu de 10, ils peuvent être utilisés à tour de rôle ou être divisés en sous-échantillons pour d'autres analyses.
- d. Si l'entreprise le souhaite, la moitié des échantillons peut être utilisée pour évaluer l'homogénéité du mélange d'aliments pour animaux. Dans ce cas, les 10 (ou 20) échantillons doivent être analysés séparément en double.
- e. Un mélange peut être réalisé à partir de l'autre moitié des 10 ou 20 échantillons après une réduction supplémentaire du produit utilisé pour déterminer le taux de cobalt moyen du deuxième lot. Dans ce cas, au moins deux nouveaux échantillons de mélange doivent être prélevés, et leur taux de cobalt et d'humidité doit être analysé en double. Alternativement, le taux de cobalt moyen du deuxième lot peut être déterminé grâce à la moyenne des doubles des résultats de chacun des 10 ou 20 échantillons.
- f. Grâce aux échantillons KBC1 – KBC190, il est possible de déterminer (si l'entreprise le souhaite) dans quelle mesure l'homogénéité du mélange est respectée aux différentes étapes de la ligne de production, de la sortie du mélangeur (KBM1 – KBM10) jusqu'au point de contrôle sélectionné pour la contamination croisée. Ces échantillons doivent être analysés séparément en double.
- g. Grâce aux échantillons KCM1 – KCM10, il est possible de déterminer (si l'entreprise le souhaite) dans quelle mesure la contamination croisée est déjà présente aux différentes étapes de la ligne de production, avant et jusqu'au point d'échantillonnage à la sortie du mélangeur. L'analyse peut être réalisée à partir d'un échantillon mixte (analyse de deux échantillons en double pour obtenir le taux moyen de contamination croisée) ou à partir des dix échantillons, analysés séparément en double (mode de contamination croisée et calcul de la moyenne).
- h. Les échantillons KCC1 – KCC20 peuvent être mélangés deux à deux, ainsi que les échantillons KCC1 + 2, KCC3 + 4 etc. Le taux de cobalt est ensuite déterminé pour chacun des 10 échantillons en double. Si l'on suppose que chacun des échantillons est représentatif d'une partie du lot, alors le taux moyen de contamination croisée peut être calculé directement à partir des résultats obtenus. Dans le cas contraire, si l'on suppose que les échantillons ne sont pas représentatifs des différentes parties du lot, par exemple à cause d'un intervalle de temps irrégulier entre les échantillonnages, alors le poids moyen par rapport à l'intervalle de temps est pondéré.
- i. Alternativement, chacun des échantillons KCC1 – KCC peut être analysé séparément, et une moyenne peut être calculée à partir des résultats obtenus, tel qu'indiqué ci-dessus.

## **4. ANALYSE DES RÉSULTATS**

### 4.1 Analyse de variance

Les résultats obtenus grâce à cette procédure simplifiée ne peuvent être utilisés que de façon limitée dans le cadre d'une analyse statistique.

S'agissant de séries d'échantillons analysés en double, il est recommandé de réaliser une analyse de variance afin de calculer le coefficient empirique de variation entre les répétitions pour chacune des séries d'échantillons.

S'agissant de séries d'échantillons dont les résultats devraient théoriquement avoir une valeur égale (homogénéité), une analyse de la variance doit être réalisée afin de calculer le coefficient empirique de variation entre les échantillons et les répétitions.

Ceci s'applique en particulier pour les séries d'échantillons KAC1, KAC4 et éventuellement les séries KBM1 – KBM10, KCB1 – KBC10 et KCM1 – KCM10, si des échantillons de ces séries sont analysés séparément afin de déterminer leur degré d'homogénéité.

#### 4.2 Calcul du taux de contamination croisée

Le taux de cobalt est d'abord corrigé sur la matière sèche à partir de la moyenne des résultats obtenus pour le taux d'humidité. Le taux de contamination croisée de l'installation est ensuite calculé comme suit sur la base des taux de cobalt corrigés :

Le taux moyen de cobalt des 4 échantillons KAC provenant du premier lot est soustrait au taux moyen de cobalt des 20 échantillons KCC provenant du troisième lot, puis divisé par le taux moyen de cobalt des 10 échantillons KBM provenant du deuxième lot. Le taux moyen de cobalt des 4 échantillons KAC provenant du premier lot est ensuite soustrait au résultat. Si l'on multiplie le résultat obtenu par 100, on peut calculer le pourcentage moyen du taux de contamination croisée pour le lot produit directement à la suite du lot auquel le mélange de cobalt a été ajouté comme un modèle pour un prémélange avec additif.

La présentation des résultats de l'analyse du taux de cobalt dans les échantillons KCC1 – KCC20 sous forme de courbe (corrigé par la moyenne des échantillons KAC1 – KAC4) fournit davantage d'informations sur le mode de contamination croisée que le chiffre correspondant à la moyenne des résultats.

##### 4.2.1 Modification de la procédure de référence basée sur l'utilisation du cobalt pour mesurer en interne un taux de contamination croisée égal ou supérieur à 3 % dans le cadre de la préparation d'aliments composés pour animaux

Pour mesurer en interne un taux de contamination croisée égal ou supérieur à 3% dans le cadre de la préparation d'aliments composés pour animaux, l'entreprise peut appliquer la méthode de référence indiquée dans la section 2.2 ou opter pour la procédure simplifiée indiquée dans la section 2.3.1. Le mélange de cobalt utilisé doit présenter un taux de cobalt minimum de 2.5%, comme indiqué dans la section 2.2, afin d'obtenir un taux de 50mg/kg pour le deuxième lot de contrôle.

##### 4.2.2 Modification de la procédure de référence basée sur l'utilisation du cobalt pour mesurer en interne un taux de contamination croisée égal ou supérieur à 5 % dans le cadre de la préparation d'aliments composés pour animaux

Pour mesurer en interne un taux de contamination croisée égal ou supérieur à 5% dans le cadre de la préparation d'aliments composés pour animaux, l'entreprise peut appliquer la méthode de référence indiquée dans la section 2.2 ou opter pour la procédure simplifiée indiquée dans la section 2.3.1. Le mélange de cobalt utilisé

doit présenter un taux de cobalt minimum de 1.25%, comme indiqué dans la section 2.2, afin d'obtenir un taux de 25mg/kg pour le deuxième lot de contrôle.

## **Bibliographie**

1. Beumer, H.; Nieman, W.. Toetsingsprocedure procesnauwkeurigheid met behulp van kobalt. Consequenties van een lager kobaltniveau. CKD werkgroep Toetsingsprocedure procesnauwkeurigheid May 1992, ref. 630.95/0168/Bm-Hb.

### 4.2.3 Instructions de base pour la préparation du mélange à base de sulfate de cobalt pour mesurer en interne le taux de contamination croisée

#### Introduction

Le mélange à base de cobalt utilisé pour la procédure de contrôle est préparé à partir de semoule de blé, de farine basse de blé et de sulfate de cobalt. Cette méthode de préparation permet une répartition homogène du cobalt et d'obtenir un mélange présentant des caractéristiques relativement similaires à celles des aliments composés

#### Ingrédients

- a. semoule de blé et farine basse de blé, de qualité définie, comme porteur
- b. sulfate de cobalt heptahydraté, pur à 98% minimum

#### Matériel

Mélangeur pour produits secs, tel que le Planet Mixer.

Autres outils : appareils de pesage pour peser les ingrédients.

#### Mesures de sécurité

Les opérateurs manipulant le cobalt doivent porter un masque de protection couvrant le nez et la bouche ainsi que des gants de protection en matière synthétique.

#### Préparation du mélange à base de cobalt

Peser les quantités requises de sulfate de cobalt heptahydraté, de semoule de blé et de farine basse de blé.

Mélanger dans le Planet Mixer pendant 15 minutes. Conditionner ensuite le mélange dans deux pots de 2kg équipés d'un couvercle.

Les informations suivantes doivent figurer sur le contenant :

- a. nom et code du produit (mélange à base de cobalt)
- b. poids net en kg
- c. date de production
- d. la concentration nominale en cobalt
- e. le numéro de conditionnement du lot
- f. les mesures de sécurité

Les pots doivent être scellés et stockés dans un endroit climatisé.

Ouvrir juste avant utilisation.

Le mélange à base de cobalt doit respecter les exigences suivantes :

- a. taille des particules : maximum 1% > 0,7 mm; maximum 10% > 0,5 mm
- b. taux de cobalt : min. 4.5%

### Échantillonnage et rapport

Au moment du conditionnement du mélange à base de cobalt, quatre échantillons doivent être prélevés sur chacun des lots homogénéisés.

Un de ces échantillons va servir à déterminer le taux d'humidité, un autre à déterminer la répartition des particules de cobalt en fonction de leur taille, un autre à déterminer le taux de cobalt, alors que le dernier échantillon sera conservé en tant qu'échantillon de réserve.

Les informations suivantes doivent obligatoirement figurer dans le rapport :

- a. origine et caractéristiques de la semoule de blé
- b. origine et caractéristiques de la farine basse de blé
- c. origine du sulfate de cobalt heptahydraté
- d. quantité utilisée pour le lot porteur et les sels de cobalt
- e. taux moyen d'humidité du mélange après homogénéisation
- f. taux de cobalt calculé pour le mélange à base de cobalt
- g. taux de cobalt analysé pour le mélange à base de cobalt
- h. répartition des particules de cobalt en fonction de leur taille

## **2.4 Utilisation d'un mélange à base de manganèse et d'un mélange riche et d'un mélange pauvre en protéines pour mesurer le taux de contamination croisée dans le cadre de la préparation des aliments composés pour animaux**

### **1. CHAMP D'APPLICATION**

Cette procédure test a été développée afin de déterminer le taux de contamination croisée dans les entreprises fabriquant des aliments composés pour animaux. On détermine deux taux de contamination croisée, le taux de contamination croisée à partir des matières premières provenant de l'équipement de dosage et le taux de contamination croisée provenant des composés contenus dans les prémélanges ajoutés aux aliments.

Grâce aux échantillons prélevés au niveau des différents points de la ligne de production, il est possible d'évaluer le taux de contamination croisée au niveau des différentes étapes de la ligne de production (par exemple : de la ligne de mouture / mélange jusqu'au bunker utilisé pour stocker la farine et /ou jusqu'à la presse/ou le refroidisseur). Grâce à cette méthode, il est également possible d'évaluer le degré d'homogénéité atteint au niveau de la ligne de production (voir point 9).

### **2. DÉFINITIONS**

#### **Contamination croisée**

La contamination croisée se produit lorsque des composés provenant de lots antérieurs restent dans l'installation ou dans des éléments de l'installation et contaminent les lots ultérieurs.

#### **Taux de contamination croisée**

Le taux de contamination croisée mesure la quantité du composé provenant d'un lot antérieur (exprimé en pourcentage) et qui se retrouve dans un lot ultérieur (de volume égal). Le taux de contamination croisée peut être mesuré sur une partie seulement de l'installation (par exemple : les bunkers servant à stocker la farine) ou sur la totalité de l'installation.

### **3. PRINCIPE DE LA PROCÉDURE TEST**

La procédure test consiste à fabriquer sur la même ligne de production, un premier mélange à base de soja riche en protéine et en manganèse, suivi d'un deuxième mélange à base de maïs pauvre en protéine et en manganèse. Le taux anormalement élevé de protéine et de manganèse observé dans le mélange à base de maïs est le résultat d'une contamination croisée. Si l'on rapporte ce taux à celui du mélange à base de soja riche en protéine et en manganèse, il est possible de calculer le taux de contamination croisée.

Parce que le taux de protéine et de manganèse provenant de la contamination croisée régresse au fur et à mesure du flux de la production (taux élevé en début de production, taux faible en fin de production), la procédure à suivre pour l'échantillonnage doit être scrupuleusement respectée.

### **4. MATÉRIEL ET OUTILS**

Le matériel et les outils suivants sont indispensables pour la procédure test :

- a. Une quantité d'oxyde de manganèse correspondant à 0,4% du volume standard pour un lot

- b. (éventuellement) une louche d'échantillonnage pour prélever les échantillons
- c. deux seaux pour pouvoir prélever un certain nombre de sous-échantillons
- d. des flacons et des sachets d'échantillonnage d'une contenance de 200 g. Si la procédure est réalisée au niveau de deux points de la ligne de production, prévoir 20 flacons (en sachant que seul 14 échantillons seront testés).

## 5. INFORMATIONS A FOURNIR PAR L'ENTREPRISE

Les informations suivantes doivent être fournies par l'entreprise où la procédure test est réalisée :

- a. un diagramme des installations de la ligne de production
- b. description du procédé de fabrication du mélange à base de soja et du mélange à base de maïs. Point au niveau de la ligne de production où l'oxyde de manganèse est ajouté aux aliments et méthode utilisée. Méthode de rinçage utilisée pour le système de convoyage de l'oxyde de manganèse pour la fabrication du mélange à base de soja et la fabrication du mélange à base de maïs.

## 6. MISE EN OEUVRE DE LA PROCÉDURE TEST

### 6.1.a. Fabrication du mélange à base de soja enrichi en protéine et en manganèse

Le mélange à base de soja (lot de volume standard) est composé de 92% de farine de soja, 4% de matière grasse, 3% de mélasse de canne à sucre, 0,4% d'oxyde de manganèse et 0,8% de phosphate dicalcique (ou craie, ou sel). Ce mélange est pesé, broyé, mélangé et transformé en granulés. La mélasse et la matière grasse sont ajoutées afin d'obtenir une texture permettant la fabrication de granulés. La farine de soja peut provenir de plusieurs silos.

L'oxyde de manganèse remplace le prémélange et doit être acheminé par le même système de convoyage. L'oxyde de manganèse doit être pesé sur l'appareil de pesage utilisé pour le prémélange ou le verse-sac.

Le dosage doit être mis en œuvre de telle sorte que l'oxyde de manganèse provient du bas de la balance à prémix ou du verse-sac.

L'oxyde de manganèse utilisé pour la procédure test doit respecter les exigences suivantes :

- a. Taux min. 50%
- b. Taille des particules : 100% des particules doivent être inférieures à 0,2 mm.

En général, la craie, le sel et/ou le phosphate sont pesés sur le même appareil de pesage ou le verse-sac. Cette façon de procéder permet de réduire la contamination croisée à partir des composés provenant du prémélange, en particulier si le prémélange est pesé en premier.

Pour la procédure test, peser une quantité de 0,4% d'oxyde de manganèse et de 0,8% de craie/phosphate/sel.

Ajouter ces composés au mélange à base de soja dans le mélangeur, et programmer un temps de mélange standard. Transférer le mélange dans un bunker à farine vide et procéder à la granulation.

Le mélange à base de maïs doit être fabriqué directement à la suite et sur la même ligne de production (broyeur, mélangeur, presse, refroidisseur) que le mélange à base de soja.

### 6.1.b. Échantillonnage pour le mélange à base de soja

Au moment du stockage des granulés de soja dans le silo, un échantillon représentatif est prélevé sur la dernière partie du lot.

### 6.2.a. Fabrication du mélange à base de maïs pauvre en protéine et en manganèse

Le mélange à base de maïs (lot de même volume que pour le mélange à base de soja) est composé de 92% de maïs, 4% de matière grasse, 3% de mélasse de canne à sucre et 0,8% de phosphate dicalcique (ou craie ou sel). S'il n'est pas possible de doser 92% de maïs alors le mélange peut être fabriqué à base de maïs et de blé, ou autre type de mélange pauvre en protéine (échantillon).

Le système de convoyage entre l'appareil de pesage utilisé pour le prémélange (ou verse-sac) et le mélangeur doit être rincé avec 0,8% de phosphate dicalcique (ou sel ou craie).

Après ajout du phosphate, programmer le temps de mélange standard. Transférer ensuite le mélange dans le bunker (vide) utilisé pour stocker la farine (échantillon) et procéder à la granulation (échantillon).

#### 6.2.b. Échantillonnage pour le mélange à base de maïs

Les échantillons suivants sont prélevés pour le mélange à base de maïs :

- a. un échantillon de maïs (et éventuellement de blé) utilisé pour fabriquer le mélange
- b. six échantillons de mélange à base de maïs prélevés à l'entrée du bunker
- c. six échantillons de mélange à base de maïs prélevés à l'entrée du silo.

La procédure d'échantillonnage doit être scrupuleusement respectée pour les échantillons II et III. La farine et les granulés prélevés en début de production présentent un taux plus élevé de protéine et de manganèse. Ce taux décroît, et atteint un niveau plus faible et constant pour les échantillons prélevés en milieu et en fin de production. Il est donc important de prélever un grand nombre d'échantillons en début de production et de préciser le temps de production au moment de l'échantillonnage (début de production, fin de production, ect.)

Pour les échantillonnages effectués à l'entrée du bunker (durée moyenne : 3 à 5 minutes), procéder de la façon suivante :

- a. durant les 30 premières secondes de production, prélever autant de sous-échantillons que possible et les stocker dans un seau. Réaliser ensuite un échantillon mixte à partir de ces sous-échantillons.
- b. pour les 30 secondes suivantes : idem
- c. prélever ensuite un échantillon aléatoire dans le flux toutes les 30 secondes, jusqu'en fin de production.

Noter la durée totale de production et conserver 6 échantillons, soit trois échantillons prélevés en début de production et trois autres échantillons prélevés en milieu et en fin de production.

Procéder de la même façon pour les échantillonnages à l'entrée du silo. Étant donné que le temps de production est relativement plus élevé, les temps d'échantillonnage sont plus espacés :

- a. durant la première minute de production, prélever autant de sous-échantillons que possible et les stocker dans un seau. Réaliser ensuite un échantillon mixte à partir de ces sous-échantillons.
- b. pour les 30 secondes suivantes : idem
- d. prélever ensuite un échantillon aléatoire dans le flux toutes les minutes, jusqu'en fin de production.
- c. (si le flux des granulés n'est pas continu, alors c'est le temps de flux « réel » qui doit être pris en compte.)

Noter la durée totale de production et conserver 6 échantillons, soit trois échantillons prélevés en début de production et trois autres échantillons prélevés en milieu et en fin de production.

### 6.3 Ajout du mélange à base de soja aux aliments composés pour animaux

Quand le taux de contamination croisée est faible, le mélange de soja a un taux de manganèse de 2.000 mg/kg. Lorsque le mélange à base de soja est ajouté aux aliments composés, il est important de respecter le seuil maximum fixé pour le manganèse dans les aliments composés, soit 250 mg/kg.

## 7. ANALYSE DES ÉCHANTILLONS

Au total 14 (voir 15) échantillons doivent être prélevés :

1 échantillon de granulés à base de soja (+ Mn) = A

1 échantillon de maïs (matière première) (+ éventuellement de blé) = B

6 échantillons de farine à base de maïs (dans le bunker de stockage pour la farine) = C (1 à 6)

6 échantillons de farine à base de maïs (silo) = D (1 à 6)

Le taux de Protéine brute et Mn est analysé pour chacun des échantillons.

Le taux d'humidité est analysé pour la moitié des échantillons de farine et de granulés, afin de détecter une éventuelle modification au cours du processus de granulation. Si le taux d'humidité a été modifié par le processus de granulation, alors le taux de Protéine brute et Mn des granulés à base de maïs doit être corrigé par le taux d'humidité du maïs broyé.

## 8. CALCUL DU TAUX DE CONTAMINATION CROISÉE EXPRIMÉ EN POURCENTAGE

Le taux de contamination croisée exprimé en pourcentage peut être calculé à partir des taux de Protéine brute et Mn des échantillons prélevés. Si par exemple on observe les taux suivants :

Granulés à base de soja : 420g PB et 2.006 mg Mn/kg

Maïs (matière première) : 86g PB et 4 mg Mn/kg

échantillons de mélange à base de maïs (prélevés dans le silo de stockage)

1.	échantillon de mélange (0,5 min.)	160g RE	et	400 mg Mn/kg
2.	échantillon de mélange (0,5 min.)	100g RE	et	60 mg Mn/kg
3.	échantillon aléatoire	90g	et	27 mg
4.	échantillon aléatoire	85g (moyenne 88)	et	30 mg (moyenne 28)
5.	échantillon aléatoire	88g	et	28 mg
6.	échantillon aléatoire	89g	et	27 mg

Durée totale du flux de production vers le silo = 5,5 min.

Taux théorique des composés inclus dans le mélange à base de maïs (92% de maïs et 3% de mélasses avec 40g de PB et 25 mg de Mn/kg):

RE =  $0,92^* 86 + 0,03^* 40 = 80,3$  g/kg

Mn =  $0,92^* 4 + 0,03^* 25 = 4,4$  mg/kg

Le taux moyen de PB et Mn du mélange à base de maïs est calculé de la façon suivante :

PB =  $0,5/5,5^* 160 + 0,5/5,5^* 100 + 4,5/5,5^* 88 = 95,6$  g/kg

Mn =  $0,5/5,5^* 400 + 0,5/5,5^* 60 + 4,5/5,5^* 28 = 64,7$  mg/kg

(les échantillons 1 et 2 sont prélevés sur une durée de production de 0,5 mn sur une durée totale de 5,5 mn.

Calcul du taux moyen pour les échantillons 3 et 6, durée de  $5,5 - 2 \times 0,5 = 4,5$  minutes).

Le pourcentage de contamination croisée (Vs-%) est calculé de la façon suivante :

$$Vs-\% = \frac{\text{taux moyen pour le mélange maïs} - \text{taux théorique pour le mélange maïs}}{\text{taux moyen granulés soja} - \text{taux théorique pour le mélange maïs}} \times 100$$

Le pourcentage de contamination croisée est donc égal à (jusqu'au bunker)

$$\text{pour PB} = \frac{95,6 - 80,3}{420 - 80,3} \times \frac{1.530}{339,7} \times 100 = \text{---} = 4,5\%$$

$$\text{et pour Mn} = \frac{64,7 - 4,4}{2.006 - 4,4} \times \frac{6.030}{2.001,6} \times 100 = \text{---} = 3\%$$

Le pourcentage de contamination croisée à l'entrée du silo de stockage des produits finis est calculé de la même façon.

Le taux de contamination de protéine est relatif à l'aliment et ceci à partir du matériel de dosage.

Le pourcentage de contamination croisée pour Mn permet d'évaluer le taux de contamination croisée par des composés du prémélange.

## 9. MESURE DE L'HOMOGENÉITÉ

Afin d'évaluer le degré d'homogénéité atteint au niveau de la ligne de production, prélever et analyser le taux de Mn d'au moins 10 échantillons de mélange à base de soja riche en Mn. La fourchette des taux de Mn obtenus à partir des échantillons (écart type ou différence entre la valeur la plus élevée et la plus faible) permet d'évaluer le degré d'homogénéité du mélange.

Lors des échantillonnages du mélange à base de soja, il est important de répartir les échantillons sur l'ensemble du flux de production. Parce qu'il est souvent difficile de prévoir la durée totale de production, il est important de prélever un nombre important d'échantillons en début de production, même si une partie seulement (10 échantillons en tout) de ces échantillons sera analysée.

Les échantillons utilisés pour mesurer l'homogénéité peuvent être prélevés en différents points de l'installation. Par exemple, les échantillons prélevés à la sortie du mélangeur permettent de vérifier le bon fonctionnement de l'appareil.

Le degré d'homogénéité des échantillons prélevés en d'autres points de l'installation (en aval du mélangeur) est généralement inférieur à celui des échantillons prélevés directement à la sortie du mélangeur.

Ceci s'explique en particulier par le démélange et la contamination croisée. Étant donné que le mélange à base de soja riche en Mn est toujours fabriqué après un aliment composé « standard » contenant des taux de Mn beaucoup moins élevés, les échantillons de mélange à base de soja prélevés en début de production contiennent un taux moins élevé de Mn car ils sont contaminés par les résidus de l'aliment composé. En revanche, les échantillons prélevés en milieu et en fin de production ont un taux plus élevé de Mn car les résidus de l'aliment composé sont présents en plus petites quantités.

## 10. MARGES D'ERREUR

Le tableau 1 indique les taux théoriques de Mn et de protéine pour le mélange à base de maïs en fonction des différents taux de contamination croisée basés sur 80g de PB, 5 mg Mn/kg de mélange à base de maïs (pur), 400 g de PB et 1.800 mg Mn/kg de mélange à base de soja.

Tableau 1 Effet du taux de contamination croisée sur le taux de Mn et de protéine du mélange à base de maïs						
Taux de contamination croisée %	0	1	3	5	10	15
MN du mélange de base*	5	5	5	5	5	5
De soja	0	18	54	92	180	270
	5	23	59	95	185	275
* l'effet de dilution n'est pas pris en compte						
PB du mélange de base	80	79,2	77,6	76	72	68
De soja	0	4	12	20	40	60
	80	83,2	89,6	96	112	128

Sur la base de l'exactitude de l'analyse pour la détermination de PB et Mn, une estimation peut être faite de l'exactitude du taux de contamination croisée.

Pour les 6 échantillons de maïs, on considère que dans 95% des cas, le taux moyen de Mn se situe entre 95 et 105% du taux actuel, pour les taux < 60 mg/kg, l'intervalle absolu est égal à l'intervalle 60 mg/kg, soit +/- 3 mg/kg.

Pour le mélange à base de soja, on considère que le taux de Mn ne dévie pas de plus de 100 mg/kg par rapport au taux actuel.

Pour les protéines, on considère que dans 95% des cas, le taux moyen de protéine des 6 échantillons de maïs se situe entre 99 et 101% du taux actuel et que le taux du mélange à base de soja ne dévie pas de plus de 2% par rapport au taux actuel.

Les résultats de ces calculs figurent dans le Tableau 2.

On peut donc conclure que les taux de contamination croisée (exprimés en pourcentage) peuvent être déterminés de façon relativement fiable. Il semble que l'on obtienne des résultats plus fiables pour Mn (par rapport à PB) à des taux faibles de contamination croisée, alors qu'à l'inverse, on obtient des résultats plus fiables pour les protéines (par rapport à Mn) à des taux élevés de contamination croisée.

Tableau 2: Effet de la précision des analyses sur le taux de contamination croisée que l'on cherche à déterminer				
		Mélange à base de maïs		
Taux de contamination croisée		Calculé	Analyse de l'intervalle	Taux de contamination croisée exprimé en %*
Mn	0	5 mg/kg	2 - 8 mg/kg	0,16 - 0,18%
	1	23	20 - 26	0,8 - 1,2
	3	59	56 - 62	2,7 - 3,4
	5	95	90 - 100	4,5 - 5,6
	10	185	176 - 194	9 - 11,1
	15	275	261 - 289	13,5 - 16,7
Sur la base de 1800 mg Mn/kg de mélange à base de soja (variation 1700-1900, avec un taux faible de Mn dans le maïs on a calculé un taux élevé de Mn dans le soja et inversement)				
		Calculé	Analyse de l'intervalle	Taux de contamination croisée exprimé en %*
PB	0	80 g/kg	79.2 - 80.8 g/kg	- 0,25 - 0,25
	1	83,2	82,4 - 84,0	0,7 - 1,3
	3	89,6	88,7 - 90,5	2,6 - 3,4

	5	96	95,0 - 97,0	4,5 - 5,5
	10	112	110,9 - 113,1	9,4 - 10,6
	15	128	126,7 - 129,3	14,2 - 15,8
Sur la base de 400g RE/kg de mélange à base de soja (variation 392-408, avec un taux faible de PB dans le maïs on a calculé un taux élevé de PB dans le soja et inversement)				

## 2.5 Procédure test pour la mesure du taux de contamination croisée par les prémélanges et les additifs au niveau de l'installation

### 1. SYSTÈME

La méthode utilisée pour mesurer le taux de contamination croisée par les prémélanges et les additifs au niveau des installations est basée sur le même principe que celui décrit dans les chapitres 2.2 à 2.4.

### 2. CONTAMINATION CROISÉE

Le taux de contamination croisée que l'on cherche à déterminer concerne la contamination croisée au niveau du point de la ligne de production où les additifs et/ou les produits vétérinaires sont ajoutés au moment du chargement des camions citernes ou du remplissage des sacs.

- a.
- b. Dans ce contexte, le taux de contamination croisée doit être mesuré pour chacune des lignes de production.
- c. Cette procédure test doit être réalisée pour une quantité de mélange égale au volume du plus petit lot qu'il est possible de fabriquer sur la ligne de production.

### 3. TRACEURS CHIMIQUES

Les traceurs chimiques suivants peuvent être utilisés pour mesurer le taux de contamination croisée :

mélanges à base de cobalt, voir section 2.2 et 2.3.4 avec une concentration minimum en cobalt égale à 200 mg/kg. Pour des concentrations de cobalt de 2.000 mg/kg et plus, on peut alternativement utiliser du sulfate de cobalt pur. D'autres types de traceurs, notamment les microtraceurs FSS-Lake et F-Lake et le violet de méthyle peuvent être utilisés à des doses de 10 mg/kg. Dans tous les cas se conformer aux indications dans le chapitre 2.3.4.

### 4. DÉTERMINATION DU TAUX DE CONTAMINATION CROISÉE

On mesure le taux de contamination croisée en analysant le mélange dans sa totalité. Ce qui signifie que le taux moyen du mélange sert à déterminer le taux de contamination croisée. Le taux de contamination croisée est mesuré de la façon suivante :

- a. mélanger à nouveau le mélange, afin d'obtenir un mélange parfaitement homogène
- b. prélever et analyser 5 échantillons (V1 à V6). Calculer un taux moyen à partir de ces échantillons
- c. Puis mesurer le taux de contamination croisée de la façon suivante:

(quantité moyenne dans le mélange où la contamination croisée a été constatée)  
\_\_\_\_\_ x 100%  
(dosage dans le mélange précédent à partir duquel il y a eu contamination croisée)

2.6 Utilisation de microtraceurs pour contrôler le processus de fabrication des aliments composés

### 1. CHAMP D'APPLICATION

Cette procédure de contrôle sert à déterminer l'homogénéité des farines et des grains. Elle peut être utilisée pour les prémélanges et mélanges à base de farines composées.

Alternativement, elle peut également être utilisée pour évaluer le taux de contamination croisée (exprimé en pourcentage) des matières premières entrant dans la composition des aliments composés.

### 2. DÉFINITIONS

Unité de production : Une unité de production est une installation aux normes pour la fabrication d'aliments composés pour animaux.

Mélange microtraceur : Le mélange microtraceur utilisé pour les aliments composés est composé de 4Kg de chaux alimentaire ou semoule de blé et 100g de microtraceur. On dose 100g de microtraceur pour 1 tonne d'aliments composés, soit un mélange dosé à 1/10 000.

Le mélange microtraceur utilisé pour les prémélanges est composé de 4 kg de chaux alimentaire ou semoule de blé et 10g de microtraceur. On dose 10g de microtraceur pour 1 tonne d'aliments composés, soit un mélange dosé à 1/100 000

### 3. PRINCIPE

Les microtraceurs sont des substances chimiques utilisées pour analyser les aliments pour animaux. Ils sont composés de particules élémentaires enrobées d'un colorant alimentaire. Ce colorant permet de visualiser et de quantifier les particules au moment de l'analyse. Le nombre moyen de particules/mg est indiqué dans le certificat d'analyse du microtraceur utilisé. Pour les particules de microtraceur, il s'agit d'une distribution de particules ; pour cette raison le nombre de particules varie en fonction du lot du microtraceur. Afin de déterminer le nombre de particules utilisé dans le test, on réalise un mélange de microtraceurs afin de définir le nombre moyen de particules pour le microtraceur utilisé (voir section 17).

Deux types de microtraceurs peuvent être utilisés pour analyser l'homogénéité et le taux de contamination croisée. Ils se différencient de par la taille de leurs particules et donc la répartition de ces particules/mg. Pour le microtraceur F, la répartition des particules en fonction de leur taille est égale à 150 – 300 µm. Il est déjà utilisé depuis plusieurs années dans l'industrie agroalimentaire. Pour le microtraceur FSS, qui est relativement plus précis, la répartition des particules en fonction de leur taille est égale à 75 – 150 µm. Ce microtraceur a été mis au point pour les aliments destinés aux volailles afin de limiter la quantité des produits chimiques utilisés.

Ces deux microtraceurs F et FSS répondent tous deux au critère minimum de détection d'un taux de contamination croisée égal à 1%. Afin d'obtenir des résultats

statistiquement fiables, un nombre minimum de 15 particules doit être présent par filtre. Dans ces conditions, il est possible d'évaluer de façon fiable l'homogénéité du premier lot de production.

Méthode	Nombre moyen de particules [mg]	Quantité test pour l'évaluation de l'homogénéité [g]	Nombre moyen théorique de particules dans la quantité test	Quantité test pour la détermination du taux de contamination croisée [g]	Précision de l'analyse du taux de contamination croisée en %	Nombre moyen théorique de particules dans la quantité test
FSS-Lake 100 ppm	200	2	40	200	1	40
F-Lake 100 ppm	25	20	50	2000	1	50
FSS-Lake 10 ppm	200	25	50	2500	1	50

Tableau 1:

La procédure de contrôle permettant de déterminer le degré d'homogénéité des mélanges à base de farines entrant dans la composition des aliments composés utilise un mélange microtraceur à la place des additifs alimentaires (propriétés similaires).

La procédure de contrôle repose sur l'analyse de deux lots d'un même mélange d'aliments. Le mélange microtraceur (voir section 2) est ajouté au premier lot. On détermine ensuite le nombre de particules de microtraceur présent dans les échantillons de farine et de grains. Pour le deuxième lot, les aliments sont laissés tels quels, sans ajout de mélange microtraceur. On détermine ensuite le nombre de particules de microtraceur présent dans le deuxième lot. Ce chiffre permet d'évaluer le taux de contamination croisée au niveau des installations de la ligne de production.

Pour déterminer le nombre de particules de microtraceur présent dans les échantillons, on sépare les particules de microtraceur des particules alimentaires grâce à un aimant rotatif et un colorant alimentaire permettant de visualiser les particules de microtraceur sur une feuille de papier filtre.

#### 4. MATÉRIEL ET OUTILS

Le matériel et les outils suivants sont indispensables :

- 40 sachets d'échantillonnage pour conserver les échantillons de farine et de grains. Capacité : 2x le volume des échantillons (voir tableau 2)
- 40 sachets d'échantillonnage pour conserver les échantillons de farine et de grains. Capacité : 2x le volume des échantillons (voir tableau 2)
- une petite et une grande louche d'échantillonnage pour prélever les échantillons.

Le nombre de sachets indiqué est indispensable si les échantillons de farine et de grains sont prélevés à des niveaux/points différents de la ligne de production. Prévoir 40 sachets supplémentaires par point de contrôle additionnel.

Méthode	Quantité à prélever sur le lot 1 pour déterminer l'homogénéité du mélange	Quantité à prélever sur le lot 2 pour déterminer le taux de contamination croisée
FSS-Lake 100 ppm	≥ 4 g	≥ 400 g
F-Lake 100 ppm	≥ 40 g	≥ 4,000 g
FSS-Lake 10 ppm	≥ 50 g	≥ 5,000 g

Tableau 2:

Les analyses doivent être effectuées par un laboratoire compétent. Les échantillons doivent être remis au laboratoire pour analyse immédiatement après échantillonnage.

## 5. INFORMATIONS A FOURNIR PAR L'ENTREPRISE

Les informations suivantes doivent être fournies par l'entreprise fabriquant les aliments composés concernés par la procédure de contrôle :

- a. un diagramme des installations de la ligne de production sur lequel il faudra indiquer les points au niveau de la ligne de production où le mélange microtraceur a été ajouté et où les échantillons ont été prélevés.

Les éléments suivants sont requis pour la mise en œuvre de la procédure de contrôle :

- b. l'impression des données fournies par l'ordinateur, comprenant :
  1. la composition du mélange d'aliments pour animaux
  2. le poids du lot spécifié par l'automate, et
  3. le poids réel du lot
  4. ou si la ligne de production n'est pas informatisée :
  5. la composition du mélange d'aliments pour animaux
  6. poids total du lot calculé à partir de la somme des différents composés
  7. le poids réel relevé pour le lot en question.

Les éléments suivants doivent être connus afin de calculer le poids du lot pour le mélangeur et la presse à grains :

- c. le point au niveau de la ligne de production où la mélasse, la vinasse et les autres ingrédients liquides sont ajoutés au flux de production ainsi que la quantité ajoutée,
- d. le point au niveau de la ligne de production où les corps gras sont ajoutés au flux de production et la quantité ajoutée. Ces points précis doivent figurer sur le diagramme de la ligne de production.

## 6. AJOUT DU MÉLANGE MICROTRACEUR

Le mélange microtraceur (voir section 2) doit être ajouté au premier lot. Le point au niveau de la ligne de production où le mélange microtraceur doit être ajouté dépend du trajet de la contamination croisée qui doit être mesuré (voir section 7.1). Les points sélectionnés au niveau de la ligne de production, où le mélange microtraceur est ajouté et où les échantillons sont prélevés, doivent être indiqués sur le diagramme de la ligne de production.

Le poids du lot exigé par l'automate est supposé.



## 7. ECHANTILLONNAGE ET MANIPULATION DES ÉCHANTILLONS

### 7.1 Échantillons d'analyse

#### 7.1.1 Échantillonnage

Lorsque la procédure de contrôle est mise en œuvre dans une entreprise fabriquant des aliments composés pour animaux, les échantillons doivent être prélevés en des points pré-définis de la ligne de production :

- a. à la sortie du mélangeur (voir 13.1)
- b. pour les farines, à l'entrée des silos contenant les produits finis ou les farines
- c. pour les grains, à l'entrée des silos contenant les produits finis
- d. en d'autres points en fin de ligne afin de déterminer le trajet de contamination croisée

Si le flux de farine ou de grains n'est pas accessible au niveau des points sélectionnés, alors des ouvertures doivent être réalisées au niveau des installations en accord avec l'entreprise.

Prélever 20 échantillons à chaque point d'échantillonnage de la ligne de production. Plus le nombre d'échantillons est élevé plus les résultats sont statistiquement fiables. Augmenter le nombre d'échantillons de 30 à 40, reste néanmoins un choix délibéré de la part de l'entreprise.

#### **Production de farines**

Pour le premier lot, prélever 20 échantillons de farine à la sortie du mélangeur et 20 échantillons de farine à l'entrée du silo de stockage des produits finis pour l'analyse du microtraceur (volume des échantillons, voir tableau 2).

Pour le deuxième lot, prélever 20 échantillons de farine à la sortie du mélangeur et 20 échantillons de granulés à l'entrée du silo de stockage des produits finis pour l'analyse du microtraceur (volume des échantillons, voir tableau 2).

#### **Production de granulés**

Pour le premier lot, prélever 20 échantillons de farine à la sortie du mélangeur et 20 échantillons de granulés à l'entrée du silo de stockage des produits finis pour l'analyse du microtraceur.

Pour le deuxième lot, prélever 20 échantillons de farine à la sortie du mélangeur et 20 échantillons de granulés à l'entrée du silo de stockage des produits finis pour l'analyse du microtraceur (volume des échantillons, voir tableau 2).

Si l'on souhaite déterminer deux taux séparés de contamination croisée, l'un pour les lignes de production de dosage/de mouture/et de mélange, et l'un pour les lignes de presses à grains, alors pour le premier et deuxième lot, il faut prévoir 20 échantillons supplémentaires pour la détermination du microtraceur. Ces échantillons doivent être prélevés à l'entrée des silos de stockage des farines transformées par les presses à grains. La méthode de travail reste la même que pour la farine.

#### **Sachets d'échantillonnage**

Tous les sachets d'échantillonnage doivent être identifiés par un code barre avant la mise en production du premier lot d'aliments. Les sachets d'échantillonnage doi-

vent être remplis à ras bord et fermés sous vide afin d'éviter autant que possible le démélange (pour les échantillons de farine).

## **Échantillonnage**

- a. Lot de production : au fur et à mesure de l'écoulement du flux de farine et/ou de grains appartenant au lot à analyser, 20 échantillons de farine et 20 échantillons de grains doivent être prélevés dans le flux en prenant soin de répartir les échantillonnages sur la durée totale de production du lot.
- b. Lot de production : dû à la répartition inégale des particules de microtraceur dans le lot de contamination croisée (nombre élevé de particules de microtraceur en début de production et nombre faible en fin de production), la procédure d'échantillonnage à respecter n'est pas la même. Les trois premiers échantillons sont collectés dans un grand silo. Le premier échantillon représente le temps de production de 0 à 0,5 minutes, le second, le temps de production de 0,5 à 1,0 minutes et le troisième, le temps de production de 1,0 à 1,5 minutes. Un échantillon est prélevé sur chacun des trois échantillons mères (quartage). Les autres échantillons sont prélevés de façon aléatoire toutes les 0,5 minutes. Sur un temps de production total égal à 10 minutes, 20 échantillons sont prélevés, les trois premiers étant des échantillons collectifs et les 17 autres, des échantillons individuels. L'intervalle de temps entre les échantillonnages doit être adapté pour des temps de production plus courts.

N. B. : Il est important de prendre soin de répartir les échantillonnages sur la durée totale de production du lot afin d'obtenir des échantillons représentatifs de la totalité du lot.

### 7.1.2 Préparation des échantillons

Chaque échantillon de farine ou de grains doit être moulu à l'aide d'un moulin adapté.

Moudre d'abord les échantillons de farine et de grains provenant du deuxième lot, (lot de contamination croisée) puis ceux provenant du premier lot. Ainsi les échantillons sont moulus en respectant l'ordre croissant de leur taux de microtraceur.

Nettoyer le moulin avec de l'air comprimé après chaque échantillon traité. Après chaque groupe de 20 échantillons traités, nettoyer le moulin avec de l'air comprimé puis démonter le moulin et nettoyer les différents éléments avec une brosse, afin de limiter les risques de contamination croisée entre les différents groupes d'échantillons.

Homogénéiser autant que possible l'échantillon de farine obtenu et le re-transférer ensuite dans le sachet d'échantillonnage.

### 7.1.3 Stockage des échantillons

Les échantillons, qui ne sont pas analysés dans un délai minimum d'une semaine après l'échantillonnage, doivent être stockés au sec.

## 7.2 Analyse des échantillons

L'échantillon ne doit pas être manipulé et son emballage ne doit pas être ouvert avant analyse (voir section 13.2).

Homogénéiser le mélange avec une cuillère ou une spatule.

Prélever un échantillon de quantité suffisante à partir de l'échantillon mère et procéder à l'analyse du microtraceur.

### 7.3 Archivage

Les feuilles de papier filtre utilisées pour l'analyse des particules de microtraceur doivent être archivées et conservées pendant un délai minimum d'un an, et si l'entreprise le souhaite jusqu'à 10 ans.

## **8. DÉTERMINATION DES PARTICULES DE MICROTRACEUR**

Les particules de microtraceur présentes dans un échantillon sont isolées et détectées par un aimant rotatif grâce à leurs propriétés magnétiques. A noter que d'autres particules magnétiques sont également détectées par ce procédé. Afin de différencier les particules de microtraceur des autres particules magnétiques, on utilise un agent colorant qui a pour effet de produire un effet chromatographique (=point de couleur) sur les feuilles de papier filtre après utilisation d'un révélateur. Afin de rendre les points de couleur visibles sur la feuille de papier filtre, cette dernière est imbibée de révélateur. Les particules de microtraceur sont transférées quantitativement sur la feuille de papier filtre. La feuille de papier filtre est ensuite placée sur une plaque chauffée.

Les autres particules magnétiques ne forment pas de points de couleur et sont ôtées à l'aide d'une petite brosse. Les points de couleur sur la feuille de papier filtre sont comptés. Le taux du microtraceur est égal au nombre de particules par g d'échantillon.

## **9. TRAITEMENT DES RÉSULTATS**

### 9.1 Résultats non-conformes

Après ajout du mélange microtraceur au premier lot, le taux de microtraceur des échantillons prélevés en début de production est moins élevé que le taux de microtraceur dans les échantillons prélevés en fin de production. Cette différence est le résultat d'une contamination croisée par le lot d'aliments fabriqués juste avant le lot contenant le microtraceur.

L'effet inverse est observé pour le deuxième et le troisième lot. Les échantillons prélevés en début de production contiennent un taux relativement élevé de microtraceur résultant d'une contamination croisée par le lot d'aliment contenant le microtraceur. En principe, la fourchette des taux de microtraceur des échantillons du troisième lot est davantage faussée que celle obtenue pour le deuxième lot. Aucun coefficient de variation empirique n'est calculé pour évaluer l'homogénéité des lots. A la place, et à condition que les échantillons soient représentatifs de l'ensemble du lot, on réalise une simple courbe représentant le taux moyen de microtraceur par échantillon basé sur le nombre total d'échantillons. Ce qui implique de répartir les échantillonnages sur la durée totale de production des lots. Le taux de contamination croisée moyen pour le microtraceur peut être calculé en pourcentage du taux constaté pour le deuxième lot.

### 9.2 Taux de contamination croisée

Le taux de contamination croisée de l'installation est calculé comme suit, en accord avec la procédure de contrôle et pour chacun des points au niveau de la ligne où les échantillons ont été prélevés.

Le taux moyen de microtraceur des échantillons provenant du deuxième lot doit être divisé par le taux moyen de microtraceur sur la base de la matière sèche contenue dans les échantillons provenant du deuxième lot. Multiplier le résultat par 100 pour obtenir le pourcentage moyen de contamination croisée.

### 9.3 Évaluation de l'homogénéité

Les données statistiques suivantes doivent être déterminées dans le cadre de l'évaluation :

- a. nombre moyen de particules
- b. écart type pour le nombre de particules
- c.  $\chi^2$  (test de distribution) – valeur
- d. Probabilité p en % en tant qu'indicateur de l'homogénéité
- e. Le pourcentage de microtraceur retrouvé, exprimé en %

On détermine la probabilité sur la base du test du Chi 2 et les degrés de liberté associés (voir tableau 3). Les valeurs obtenues se situent entre 0,999 et < 0,0005. L'évaluation de l'homogénéité est enregistrée par définition. La probabilité est calculée à l'aide d'une table de calcul Excel.

$\chi^2$	1	2	3	4	5	6	7	8	9
1	.317	.607	.801	.910	.963	.986	.995	.998	.999
2	.157	.368	.572	.736	.849	.920	.960	.981	.991
3	.083	.223	.392	.558	.700	.809	.885	.934	.964
4	.046	.135	.261	.406	.549	.677	.780	.857	.911
5	.025	.082	.172	.287	.416	.544	.660	.758	.834
6	.014	.050	.112	.199	.306	.423	.540	.647	.740
7	.008	.030	.072	.136	.221	.321	.429	.537	.637
8	.005	.018	.046	.092	.156	.238	.333	.433	.534
9	.003	.011	.029	.061	.109	.174	.253	.342	.437
10	.002	.007	.019	.040	.075	.125	.189	.265	.350
11	.001	.004	.012	.027	.051	.088	.139	.202	.276
12	.001	.002	.007	.017	.035	.062	.101	.151	.213
13	**	.002	.005	.011	.023	.043	.072	.112	.163
14	**	.001	.003	.007	.016	.030	.051	.082	.122
15	**	.001	.002	.005	.010	.020	.036	.059	.091

Tableau 3 : Table de calcul pour la détermination de la probabilité, axe horizontal : degrés de liberté, axe vertical : valeurs du Chi 2

## 10. RAPPORT

Les informations suivantes doivent être renseignées pour chaque groupe d'échantillons :

- a. Pour le calcul de l'homogénéité du premier lot d'aliments composés, le nombre moyen de particules de microtraceur (exprimé en chiffres entiers)
- b. Pour le calcul de l'homogénéité du premier lot d'aliments composés, les degrés de liberté. Nombre d'échantillons analysés n-1
- c. Pour le calcul de l'homogénéité du premier lot d'aliments composés, la valeur du Chi 2 (calculée à partir du coefficient de variation empirique des échantil-

- lons analysés multiplié par le nombre de données et divisé par le nombre moyen de particules présentes dans les échantillons analysés)
- le taux de probabilité exprimé en pourcentage des échantillons analysés  $\chi^2$   $[[(\text{Chivert (valeur } \chi^2; \text{ degrés de liberté)} \times 100) \times 100]$  et calculé à partir des degrés de liberté et de la valeur du  $\chi^2$
  - le pourcentage retrouvé des particules de microtraceur pour le premier lot calculé par rapport au nombre de particules de microtraceur contenues dans le mélange microtraceur
  - le taux de contamination croisée de l'installation calculé à partir du nombre de particules de microtraceur contenues dans le deuxième lot par rapport au nombre de particules de microtraceur contenues dans le premier lot

## 11. ÉVALUATION DES RÉSULTATS

### Homogénéité

Le calcul du taux de probabilité exprimé en pourcentage sert à mesurer l'homogénéité des mélanges de farine ou de granulés sur lesquels les échantillons ont été prélevés. Le taux de probabilité évalue le caractère probable selon lequel l'échantillon analysé correspond à un mélange parfaitement homogène.

Si à partir du test, on obtient une valeur identique avec un taux de probabilité égal ou supérieur à 5 % (0,05), alors d'après le calcul des probabilités, on considère que le mélange est parfaitement homogène.

Si à partir du test, on obtient une valeur identique avec un taux de probabilité entre 1% et 5% (0,01 à 0,05), alors d'après le calcul des probabilités, on considère qu'il est relativement probable que le mélange ne soit pas parfaitement homogène.

Ce type de résultat « limite » peut être source d'erreur. Dans ces conditions, il faut refaire le test.

Si à partir du test, on obtient une valeur identique avec un taux de probabilité inférieur à 1%, alors d'après le calcul des probabilités, on considère qu'il est fortement probable que le mélange ne soit pas homogène.

Conformément à la loi de Poisson, lorsqu'un mélange est parfaitement homogène, la valeur des écarts types pour les séries de test doit (en moyenne) être égale à la racine carrée de la moyenne.

Les deux exemples ci-dessous montrent les calculs et résultats obtenus pour un mélange homogène et un mélange non-homogène

### Exemple 1: mélange homogène

Échantillon numéro	Nombre de particules x	Moyenne m	Différence $x_n - d_n$	Racine carrée de la différence $d_n^2$
1	47	50	3	9
2	53	50	3	9
3	45	50	5	25
4	55	50	5	25
5	50	50	0	0
Moyenne $x=50$			Somme $d_n^2 = S=68$	

Tableau 4 : Exemple de calcul pour un mélange homogène

Nombre d'échantillons :  $n=5$   
 Valeur du Chi 2  $\chi^2$ :  $S: x = 1$  (68: 50 = 1.4)  
 Valeurs du tableau 3 :  
     axe horizontal :  $n - 1 = 4$   
     axe vertical : 1  
 Taux de probabilité calculé : 0.910  
 Taux de probabilité calculé exprimé en % : 91.0%

**Résultat :** Le taux de probabilité calculé est supérieur à 5 %, il s'agit donc d'un mélange homogène.

### Exemple 2: Mélange non-homogène

Échantillon numéro	Nombre de particules x	Moyenne m	Différence $x_n - d_n$	Racine carrée de la différence $d_n^2$
1	43	53	10	100
2	57	53	4	16
3	70	53	17	289
4	35	53	18	324
5	61	53	8	64
Moyenne $x=53$			Somme $d_n^2=S=793$	

Tableau 5 : Exemple de calcul pour un mélange non-homogène

Nombre d'échantillons :  $n=5$   
 Valeur du Chi 2  $\chi^2$ :  $S: x = 15$  (793: 53 = 15)  
 Valeurs du tableau 3 :  
     axe horizontal :  $n - 1 = 4$   
     axe vertical : 15  
 Taux de probabilité calculé : 0.005  
 Taux de probabilité calculé exprimé en % : 0.5%

**Résultat :** Le taux de probabilité calculé est inférieur à 1%, il s'agit donc d'un mélange non-homogène.

## **12. REMARQUES**

### 12.1 Premier point de contrôle

Un mélange d'aliments pour animaux n'est pas homogène après dosage des différents ingrédients. Même après être passé dans un broyeur à marteaux, le mélange n'est que partiellement homogène. Souvent les particules les plus fines sont entraînées par le marteau, et transférées directement dans le mélangeur. Un mélange homogène n'est donc obtenu qu'à partir du mélangeur. Prélever des échantillons directement dans le mélangeur peut s'avérer difficile et potentiellement dangereux, et n'est certainement pas recommandé. Les échantillonnages doivent donc être effectués à la sortie du mélangeur. Dans la plupart des entreprises ce point correspond à la sortie du bunker situé en dessous du mélangeur.

### 12.2 Stockage des échantillons

Les échantillons qui ne peuvent pas être analysés dans un délai assez bref, doivent être stockés dans un endroit sec afin d'avoir suffisamment de flux libre pour le test.

## **13. SÉCURITÉ**

En pratique, la procédure de contrôle est toujours appliquée dans les entreprises fabriquant des aliments composés.

Les opérateurs responsables d'appliquer la procédure de contrôle dans une entreprise fabriquant des aliments composés, doivent respecter les règles de sécurité suivantes :

- a. avant de se mettre au travail, les opérateurs doivent prendre connaissance des instructions de sécurité en vigueur dans l'entreprise
- b. durant leur temps de présence, les opérateurs sont tenus de respecter les règles de sécurité en vigueur dans l'entreprise

## **14. TRAITEMENT DES ALIMENTS COMPOSÉS CONTENANT LE MICRO-TRACEUR**

Pas d'instructions spécifiques.

## **15. BIBLIOGRAPHIE**

### 1. The use of Microtracers to determine Completeness of Mix

The use of microtracers for the determination of the homogeneity of mixes  
David A. Eisenberg, President of Micro Tracers, Inc. of San Francisco

### 2. Mix with Confidence

Safe mixing

David A. Eisenberg, President of Micro Tracers, Inc. of San Francisco  
International Milling Flour&Feed, June 1994

## **2.7 Pesage et utilisation de microtraceurs pour mesurer le taux de contamination croisée dans le cadre de la procédure de contrôle**

### **1. CHAMP D'APPLICATION**

Voir 2.6 Utilisation de microtraceurs pour mesurer le taux de contamination croisée dans le cadre de la procédure de contrôle

### **2. DÉFINITIONS**

Unité de production : Une unité de production est une installation aux normes pour la fabrication d'aliments composés pour animaux.

Mélange microtraceur : Le mélange microtraceur utilisé pour les aliments composés est composé de 4Kg de chaux alimentaire ou semoule de blé et 500g de microtraceur. On dose 500g de microtraceur pour 1 tonne d'aliments composés, soit un mélange dosé à 1/2000.

### **3. PRINCIPE**

Comme substance de mesure, on utilise le traceur RF-microtraceur (une particule élémentaire du fer). Avec un nombre moyen de particules égal à 1.000.000 par gramme. Dans le cas des particules de microtraceur, il s'agit de se baser sur la répartition des particules. En effet, le nombre moyen de particules varie en fonction du lot de mélange microtraceur. Afin de déterminer le nombre exact de particules utilisées pour réaliser le test, on fabrique un mélange microtraceur contenant un nombre précis de particules.

Afin de déterminer le nombre de particules de microtraceur contenues dans les échantillons, on sépare les particules de microtraceur des autres particules grâce à un aimant rotatif. L'échantillon doit être passé deux fois sous cet aimant rotatif.

Une fois l'échantillon passé dans l'aimant magnétique, l'excès de produit provenant du filtre doit être enlevé avec une petite brosse. Effectuer cela de façon précise avec un aimant rotatif. Retirer le filtre de l'aimant magnétique, transférer et verser le microtraceur dans une coupelle tarée pour être pesé.

NB1. Afin de prendre en compte le facteur fer, au moins trois échantillons blancs doivent être analysés. Les valeurs finales doivent être corrigées en fonction de la moyenne des mesures des échantillons blancs.

NB 2: Lorsque le mélange microtraceur est ajouté à un lot d'aliments composés, il doit être dosé à 500 g/ tonne d'aliments. Un volume de 300 à 500g doit être prélevé pour chaque échantillon.

### **4. MATÉRIEL ET OUTILS**

Voir 2.6 Utilisation de microtraceurs pour mesurer le taux de contamination croisée dans le cadre de la procédure de contrôle

### **5. INFORMATIONS A FOURNIR PAR L'ENTREPRISE**

Voir 2.6 Utilisation de microtraceurs pour mesurer le taux de contamination croisée dans le cadre de la procédure de contrôle

## **6. AJOUT DU MÉLANGE MICROTRACEUR**

Voir 2.6 Utilisation de microtraceurs pour mesurer le taux de contamination croisée dans le cadre de la procédure de contrôle

## **7. ECHANTILLONNAGE ET MANIPULATION DES ÉCHANTILLONS**

Voir 2.6 Utilisation de microtraceurs pour mesurer le taux de contamination croisée dans le cadre de la procédure de contrôle

## **8. DÉTERMINATION DES PARTICULES DE MICROTRACEUR**

Les particules de microtraceur contenues dans un échantillon sont isolées grâce à leurs propriétés magnétiques. D'autres particules aimantées sont également isolées au cours de ce processus.

On trie les particules de microtraceur des autres particules par pesage.

NB1. Afin de prendre en compte le facteur fer, au moins trois échantillons blancs doivent être analysés. Les valeurs finales doivent être corrigées en fonction de la moyenne des mesures des échantillons blancs.

NB 2: Lorsque le mélange microtraceur est ajouté à un lot d'aliments composés, il doit être dosé à 500 g/ tonne d'aliments. Un volume de 300 à 500g doit être prélevé pour chaque échantillon.

## **9. TRAITEMENT DES RÉSULTATS**

Voir 2.6 Utilisation de microtraceurs pour mesurer le taux de contamination croisée dans le cadre de la procédure de contrôle

## **10 RAPPORT**

Voir 2.6 Utilisation de microtraceurs pour mesurer le taux de contamination croisée dans le cadre de la procédure de contrôle

## **11. ÉVALUATION DES RÉSULTATS**

Voir 2.6 Utilisation de microtraceurs pour mesurer le taux de contamination croisée dans le cadre de la procédure de contrôle

## **12. REMARQUES**

Voir 2.6 Utilisation de microtraceurs pour mesurer le taux de contamination croisée dans le cadre de la procédure de contrôle

## **13. SÉCURITÉ**

Voir 2.6 Utilisation de microtraceurs pour mesurer le taux de contamination croisée dans le cadre de la procédure de contrôle

## **14. TRAITEMENT DES ALIMENTS COMPOSÉS CONTENANT LE MICROTRACEUR**

Voir 2.6 Utilisation de microtraceurs pour mesurer le taux de contamination croisée dans le cadre de la procédure de contrôle

## **2.8 Utilisation du violet de méthyle pour mesurer le taux de contamination croisée dans le cadre de la procédure de contrôle**

Texte à venir.