

BT-08

Ver 0.3

Contamination croisée et homogénéité





HISTORIQUE DU DOCUMENT

Version et date d'approbation	Motifs de la révision	Portée de la révision	Date ultime d'application
0.0 03/07/2008	Démarrage du nouveau GMP : nouvelles dispositions.	Tout le document	01/01/2009
0.1 24/03/2009	Interprétation résultats homogénéité et éclaircissements sur les méthodes	Point 2 Point 5.1.2 Point 5.1.3 Point 5.2.1	24/03/2009
0.2 19/12/2012	Approbation de la version 2.0 du Guide Autocontrôle Alimentation animale G-001 : modification de la fréquence du test d'homogénéité	Point 3.1	1/01/2013
0.2b 1/07/2013	Correction d'une différence entre la version française et néerlandaise (<i>cette modification ne concerne que la version française</i>)	Point 5.2.3	1/07/2013
0.3 21/10/2016	Nouvelle mise en page	Tout le document	21/10/2016
	Modification de dénominations (logo et standard)	Tout le document	



Table des matières

1. INTRODUCTION	4
2. CHAMP D'APPLICATION	4
3. FRÉQUENCE	4
3.1. MESURE DE L'HOMOGENÉITÉ	4
3.2. MESURE DE LA CONTAMINATION CROISÉE	4
4. ANALYSES	5
5. MESURE DE L'HOMOGENÉITÉ	5
5.1. GÉNÉRALITÉS	5
5.1.1. <i>Méthodes directes</i>	5
5.1.2. <i>Méthodes indirectes</i>	5
5.1.3. <i>Interprétations des résultats</i>	5
5.2. MÉTHODES	6
5.2.1. <i>Méthodes nécessitant l'utilisation d'un traceur</i>	6
5.2.2. <i>Méthode « Protéine – Manganèse »</i>	7
5.2.3. <i>Méthode « analyse du spectre complet »</i>	7
6. SÉCURITÉ	7



BT-08 : Contamination croisée et homogénéité

1. Introduction

Ce document précise la fréquence de contrôle et les méthodes autorisées pour mesurer l'homogénéité d'une installation.

Complémentairement, il définit également la fréquence de contrôle du niveau de la contamination croisée.

2. Champ d'application

Ce document est applicable pour tous les fabricants d'aliments composés¹ ou de prémélanges, qu'ils utilisent ou non des additifs (tels quels ou inclus dans des prémélanges).

Les producteurs d'aliments composés ou de prémélanges doivent également appliquer les exigences ci-dessous, s'ils réalisent des fabrications avec et sans OGM sur une même ligne de production (adaptation de l'étiquetage).

Ce document est également d'application pour les producteurs d'additifs lorsque le processus contient une étape de mélange (p.ex. mélange avec un support).

Il est complémentaire au document 'AT-08 : Contamination croisée'.

3. Fréquence

Les délais exprimés aux points 3.1 et 3.2 doivent être mesurés à partir de la date de réalisation du dernier test en date.

3.1. Mesure de l'homogénéité

Un test d'homogénéité doit être réalisé sur toute installation réalisant un mélange, au minimum :

- lors de sa mise en service
- lors de toute modification importante de l'installation
- tous les 4 ans

3.2. Mesure de la contamination croisée

Un test de contamination croisée doit être réalisé sur toute installation de fabrication, au minimum:

- lors de sa mise en service
- lors de toute modification importante de l'installation
- tous les 2 ans en cas de fabrication d'additifs (si le risque d'une contamination croisée éventuelle a été mis en évidence (présence d'un mélangeur pour produits secs p.ex.))
- tous les 2 ans en cas de fabrication de prémélanges
- tous les 2 ans en cas d'utilisation successive d'aliments pour animaux contenant des OGM et n'en contenant pas
- tous les 2 ans si le fabricant d'aliments composés dispose d'une agrément pour la fabrication d'aliments composés contenant des additifs appartenant au groupe des antibiotiques (usage possible uniquement pour des fabrications destinées à l'exportation hors Union Européenne)

¹ Par aliment composé, il faut entendre les aliments complets, les aliments complémentaires, les aliments minéraux, les aliments d'allaitement, les aliments mélassés, les suppléments nutritionnels et tout mélange de matières premières pour aliments des animaux, avec ou sans usage d'additifs, destinés à l'alimentation animale par voie orale sous forme d'aliments complets ou d'aliments complémentaires.

- tous les 2 ans si le fabricant d'aliments composés dispose d'un agrément pour la fabrication d'aliments composés contenant des additifs appartenant au groupe 4-d des « facteurs de croissance » (usage possible uniquement pour des fabrications destinées à l'exportation hors Union Européenne sauf diformiate de potassium) ou au groupe 5 des « coccidiostatiques et autres substances médicamenteuses » (cf. Registre communautaire des additifs)
- tous les 2 ans en cas de fabrication d'aliments composés contenant des prémélanges médicamenteux
- tous les 4 ans en cas de fabrication d'aliments composés², sous forme de farine, de granulés ou de blocs à lécher, et contenant des additifs n'appartenant pas au groupe des antibiotiques, des facteurs de croissance ou des « coccidiostatiques et autres substances médicamenteuses ».

4. Analyses

La teneur en traceur des échantillons prélevés doit être déterminée par un laboratoire répondant aux conditions prescrites par OVOCOM (cf. 'BT-11 : Prises d'échantillon et analyses').

5. Mesure de l'homogénéité

5.1. Généralités

La mesure de l'homogénéité est évaluée statistiquement selon deux voies différentes d'après le type de méthode appliqué (TNO Report – V 4909 – 8/01/2004).

5.1.1. Méthodes directes

Les méthodes basées sur le comptage de particules (Microtracer F ou FSS) donnent des séries de résultats qui sont analysés comme des distributions de Poisson, l'homogénéité étant exprimé en terme de probabilité « p ».

Sont considérées comme méthodes directes :

- Méthode avec traceur Microtracer F
- Méthode avec traceur Microtracer FSS

5.1.2. Méthodes indirectes

Ces méthodes sont basées sur la détermination d'une concentration (Cobalt, Microtracer RF Lake Blue, additif (Salinomycine-Sodium), « protéine – Manganèse » et « spectre complet »). Les séries de résultats sont analysées comme étant des distributions normales, l'homogénéité étant donnée par le coefficient de variation « CV ».

Sont considérées comme méthodes indirectes :

- Méthode avec traceur Microtracer RF Lake Blue
- Méthode avec traceur au cobalt
- Méthode avec traceur composé d'un additif (Salinomycine)
- Méthode « Protéine – Manganèse »
- Méthode « analyse du spectre complet »

5.1.3. Interprétations des résultats

² Ce test de contamination croisée ne concerne pas les installations destinées à la fabrication de mélange de granulés ou d'all-mash.

Selon la méthode appliquée, les résultats doivent être interprétés sur base du tableau 1 ou du tableau 2.

Méthodes directes	Evaluation
Probabilité p	
$p \leq 1\%$	Insuffisant
$1\% < p < 5\%$	Pas de constatation statistique univoque - Il est recommandé de refaire le test.
$5\% \leq p$	Bonne homogénéité

Tableau 1 : Détermination de l'homogénéité par méthodes directes - Seuils d'action

Méthodes indirectes	Evaluation
Coefficient de variation CV	
$CV \leq 8\%$	Bonne homogénéité
$8\% < CV < 12\%$	Homogénéité acceptable
$12\% \leq CV$	Insuffisant

Tableau 2 : Détermination de l'homogénéité par méthodes indirectes - Seuils d'action

Lorsque l'homogénéité du mélange est considérée comme insuffisante, l'entreprise certifiée **GMP-Feed Chain Alliance** doit:

- établir un rapport interne concernant:
 - la (ou les) cause(s) probable(s)
 - les mesures prises
- faire réaliser un nouveau test d'homogénéité afin de vérifier que les mesures prises conduisent à une bonne homogénéité.

5.2. Méthodes

5.2.1. Méthodes nécessitant l'utilisation d'un traceur

Les méthodes de mesure mettant en œuvre un traceur (Cobalt, Microtracer ou Salinomycine) sont décrites dans le document 'AT-08 : Contamination croisée'.

Dans le cas où la mesure de l'homogénéité ne se fait pas simultanément avec celle de la contamination croisée, l'entreprise peut remplacer le traceur Cobalt par un oligo-élément de son choix (concentration ≥ 100 ppm).

Le calcul de l'homogénéité, lors de la mesure de la contamination croisée avec Microtracer F et FSS (méthode directe), est décrit dans le document 'AT-08 : Contamination croisée'.



Pour les méthodes avec additif (Salinomycine ou autre), Microtracer RF ou cobalt, l'homogénéité est déterminée par le coefficient de variation (méthode indirecte).

5.2.2. Méthode « Protéine – Manganèse »

Cette méthode est décrite dans le document 'AT-08 : Contamination croisée'.

Le calcul de l'homogénéité est réalisé en prélevant 10 échantillons du mélange riche en manganèse et en les analysant quant à leur teneur en manganèse.

L'homogénéité du mélange est donnée par le coefficient de variation.

5.2.3. Méthode « analyse du spectre complet »

Cette méthode est uniquement applicable pour la mesure de l'homogénéité lors des fabrications suivantes :

- all-mash
- mélange d'au moins deux matières premières en l'état
- mélange de granulés présentant des caractéristiques différentes

Par « spectre complet », il faut entendre l'analyse de la teneur en protéine brute, ~~en matières grasses brutes~~, en cellulose brute et en cendres brutes. Ces analyses sont réalisées p.ex. par méthode NIR (*Near Infra Red* = Proche Infrarouge).

L'entreprise doit prélever 10 échantillons dans le flux d'aliments, en un point défini par l'entreprise mais situé après le mélangeur. Les prélèvements doivent être réalisés régulièrement tout au long de la vidange de l'installation.

Il faut compter sur un phénomène de démélange qui va croissant depuis le mélangeur jusqu'à la sortie de l'installation (ensachage, chargement camion vrac, voire déchargement du camion).

L'homogénéité du mélange est donnée par le coefficient de variation.

6. Sécurité

La procédure de contrôle est le plus souvent exécutée dans les conditions réelles de l'entreprise. Dans de telles circonstances, les opérateurs sont tenus de respecter les mesures de sécurité suivantes:

- avant d'entamer leurs activités, les opérateurs s'informent des prescriptions de sécurité en vigueur dans l'entreprise ;
- pendant leur séjour dans l'usine, ils sont tenus de se conformer à ces prescriptions ;
- dans le cas où il est fait usage d'un traceur au cobalt, ils doivent porter des gants de protection et un masque protecteur des voies respiratoires.