

# AT-08

Ver 0.14



## Contamination croisée





## Historique du document

Version et date d'approbation	Motifs de la révision	Portée de la révision	Date ultime d'application
0.12 21/10/2016	Nouvelle mise en page	Tout le document	21/10/2016
	Actualisation de la liste	Point 4.2	
0.13 20/10/2017	Ajout d'un facteur multiplicateur (Pigfen 40 mg/g Prémélange (Fenbendazole 4%))	Point 4.1	20/10/2017
0.14 10/11/2017	Actualisation de la liste	Point 4.1 et 4.2	10/11/2017



# Table des matières

<b>1. INTRODUCTION</b>	<b>4</b>
1.1. DÉFINITIONS	4
<b>2. ALIMENTS COMPOSÉS</b>	<b>5</b>
2.1. PRINCIPES GÉNÉRAUX POUR LA MESURE DE LA CONTAMINATION	5
2.2. MÉTHODES	8
2.2.1. <i>Procédure de contrôle pour la contamination croisée lors de la fabrication d'aliments composés à l'aide d'un traceur</i>	8
2.2.1.1. Domaine d'application	9
2.2.1.2. Appareillage et matériel	10
2.2.1.3. Données concernant l'entreprise	10
2.2.1.4. Ajout du mélange à base de traceur	10
2.2.1.5. Prélèvement et traitement des échantillons	11
2.2.1.6. Exploitation des résultats	15
2.2.1.7. Rapport	18
2.2.1.8. Remarques	18
2.2.1.9. Transformation de l'aliment composé contenant le mélange à base de cobalt	19
2.2.1.10. Prescriptions standard pour la préparation d'un mélange à base de traceur pour la mesure, interne à l'entreprise, de la contamination	19
2.2.1.11. Mesure de l'additif (Salinomycine-sodium)	20
2.2.2. <i>Procédure de contrôle, à l'aide de mélanges avec manganèse et respectivement riches et pauvres en protéine, de la contamination lors de fabrication d'aliments composés</i>	21
2.2.2.1. Domaine d'application	21
2.2.2.2. Principes de la procédure de contrôle	22
2.2.2.3. Appareillage et matériel auxiliaire	22
2.2.2.4. Données d'entreprise nécessaires	22
2.2.2.5. Exécution de la procédure de contrôle	22
2.2.2.6. Analyse des échantillons	24
2.2.2.7. Calcul du pourcentage de contamination	25
2.2.2.8. Mesure de l'homogénéité	26
2.2.2.9. Discussion des erreurs	26
<b>3. PRÉMÉLANGES</b>	<b>28</b>
3.1. PRESCRIPTIONS POUR LA PRÉPARATION DES PRÉMÉLANGES	28
3.2. PROCÉDURE DE CONTRÔLE POUR LA MESURE DE LA CONTAMINATION PROPRE AUX INSTALLATIONS DE PRODUCTION DE PRÉMÉLANGES	29
3.2.1. <i>Points de mesure pour la contamination et systématique</i>	29
3.2.2. <i>Traceurs à utiliser</i>	29
<b>4. FACTEURS MULTIPLICATEURS</b>	<b>29</b>
4.1. PRÉMÉLANGES MÉDICAMENTEUX	29
4.2. ADDITIFS	32

# AT-08 : Contamination croisée

## 1. Introduction

### 1.1. Définitions

#### **Contamination croisée :**

Voir définition dans le document 'AC-00 : Introduction'.

#### **Niveau de contamination :**

Le niveau de contamination est défini comme la quantité, d'un nutriment ou d'un constituant d'une charge précédente, exprimée en pourcent, qui aboutit dans la charge suivante, (d'un même volume). Le niveau de contamination peut se mesurer sur une partie de l'installation (par exemple jusqu'à la cellule avant la presse) ou sur toute l'installation.

#### **Niveau maximal de contamination :**

Norme (exprimée en teneur p.ex. ppm ou ppb) qui est déterminée dans le cadre d'un système d'autocontrôle d'un fabricant d'aliments composés, de prémélanges et/ou d'additifs. Celle-ci détermine la quantité maximale d'un nutriment ou d'un composant qui, du fait de la contamination croisée, peut être présente dans le lot d'aliment pour animaux.

#### **Contamination propre à l'installation :**

C'est la contamination de l'installation de fabrication d'aliments composés, de prémélanges ou d'additifs. Cette contamination peut être mesurée à l'aide des méthodes décrites dans ce document.

#### **Facteur multiplicateur :**

Est considéré, en plus de la contamination propre à l'installation, pour tenir compte d'une contamination supplémentaire due aux propriétés de transformation de l'additif ou du prémélange (médicamenteux).

Dans le rapport TNO I-96-31006 "*Versleping van enkele kritische stoffen in veevoeder en verband met hun karakteristieke eigenschappen II*", sont décrites les études ayant servi de base pour l'établissement des facteurs multiplicateurs. Une méthode de laboratoire a été développée: l'adhérence relative aux parois. Les caractéristiques de contamination des additifs et prémélanges (médicamenteux), mesurées avec cette méthode, ont été contrôlées dans la pratique d'une installation de fabrication d'aliments composés.

Le schéma ci-après indique comment les facteurs multiplicateurs sont déduits de l'adhérence relative aux parois.

Facteur d'adhérence relative aux parois selon la méthodologie établie	Facteur multiplicateur
< 1	1
1 et < 2	2
2 et < 3	2,5
inconnu ou > 3	3

Tableau 1 : détermination du facteur multiplicateur en fonction du facteur d'adhérence

Un certain nombre d'additifs et de prémélanges (médicamenteux) ont déjà subi le test de l'adhérence aux parois. Les données disponibles sont utilisées pour l'établissement de facteurs multiplicateurs. Le point IV de ce document reprend certains de ces facteurs multiplicateurs.

Si aucune donnée n'est disponible pour établir le facteur multiplicateur, le facteur 3 est automatiquement attribué.

Pour la détermination du nombre de charges de rinçage nécessaires, la contamination réelle de l'additif ou du prémélange (médicamenteux) doit être calculée. Cette contamination se calcule en multipliant la contamination propre à l'installation par le facteur multiplicateur.

La contamination réelle, ainsi calculée, doit être considérée comme étant la contamination minimum. A partir de cette contamination minimale, on calcule combien de charges de rinçage sont nécessaires pour rester sous le niveau maximal de contamination.

Les prescriptions d'utilisation additionnelles indiquées ont trait aux ordres de succession des productions dans l'installation. Il est en outre nécessaire, pour la garantie des niveaux maximaux de contamination, que des conditions et des procédures additionnelles, internes à l'entreprise, soient, également établies, par l'entreprise, pour:

- l'ordre de succession des transports et des stockages
- la réception des additifs et des prémélanges (médicamenteux).

Remarque importante : Il appartient à l'entreprise de contrôler elle-même si les niveaux maximaux de contamination ne sont pas dépassés. Si un dépassement de ces niveaux maximaux de contamination est constaté, les prescriptions d'emploi et les procédures doivent être immédiatement révisées.

## 2. Aliments composés

### 2.1. Principes généraux pour la mesure de la contamination

Pour la mesure de la contamination croisée des additifs et/ou des prémélanges (médicamenteux) dans une usine d'aliments composés, on doit, préalablement, à l'aide du diagramme et de la situation réelle dans l'usine, examiner quelles parties de l'usine peuvent avoir une contamination pertinente. Un point de départ pour la détermination de la contamination dans une entreprise est la connaissance et la maîtrise des flux de retours tant internes qu'externes.

#### Le trajet initial

Les additifs et prémélanges (médicamenteux) achetés peuvent déjà être contaminés par d'autres substances que celles mentionnées sur l'étiquette. Les fabricants de prémélanges et d'additifs produisent leurs prémélanges et additifs selon des niveaux maximaux de contamination établis au niveau de ces aliments pour animaux. L'introduction d'additifs indésirables, dans les aliments composés, via les prémélanges ou les additifs n'est pas reprise dans les calculs ci-dessous.

#### Points de contamination

La contamination dans une usine d'aliments composés peut surgir dans différents trajets.

a. Le remplissage des silos de prémélanges et/ou d'additifs :

Le remplissage des silos de prémélanges et/ou d'additifs donne lieu à contamination. A partir du diagramme, on peut examiner s'il existe des raisons de supposer que des contaminations se produisent à cet endroit. Les points critiques sont les systèmes de transport communs, les écluses, les systèmes de séparation et les filtres.

En cas de transport mécanique, comme redler, élévateurs et transporteurs à vis, la contamination apparaît toujours et il est raisonnable de mesurer cette contamination une seule fois. Pour ce faire une méthode, telle que décrite sous II 2 (Méthodes), peut être utilisée. Par la suite, il faut prendre en considération des durées de tours à vide suffisamment longues (10 minutes).

En cas de remplissage pneumatique, avec filtres séparés pour chaque silo, il ne faut pas calculer cette contamination. Si un filtre commun est présent, ce filtre doit être secoué durant au moins 10 minutes dans le même silo que celui dans lequel le remplissage s'est réalisé. Il doit exister une prescription pour l'ordre de succession de remplissage, par laquelle les mélanges indésirables sont évités.

b. La ligne "dosage – mouture – mélange":

La plus grande contamination en additifs et prémélanges (médicamenteux) survient durant le trajet dosage (ajout des additifs et prémélanges (médicamenteux)) /(mouture éventuelle)/ mélangeuse/ transport et stockage du produit sous forme farineuse dans une cellule produit fini ou une cellule d'attente avant la presse.

L'endroit, où sont ajoutés les additifs et/ou prémélanges (médicamenteux), doit se situer le plus près possible de la mélangeuse.

Il est important que le produit, servant à mesurer la contamination croisée, soit ajouté à l'endroit où les additifs et prémélanges (médicamenteux) sont ajoutés.

c. Ligne des presses:

De même, une contamination considérable peut survenir dans la ligne de presse. La contamination a tendance à augmenter avec la dimension des filières. En outre, les silos intermédiaires avec stockage peuvent être une source de contamination. Les flux de retours, qui rentrent directement dans le silo d'attente de la presse durant la granulation, sont un point d'attention.

d. Chargement et transport:

La transformation des produits de tamisage lors du chargement vrac constitue un point d'attention. Dès le moment où une contamination non souhaitée par additifs ou prémélanges (médicamenteux) peut être prévue durant le stockage, le chargement et le transport du produit fini, l'entreprise peut prendre les mesures suivantes:

- a. instauration d'un ordre de succession des productions interdit;
- b. réservation de lignes de production;
- c. mesures supplémentaires lors de changements de produits;
- d. production d'aliments avec additifs ou prémélanges (médicamenteux) sur une autre ligne;

### **Points de mesures de la contamination**

Les principaux responsables de la contamination sont les lignes "dosage/mouture/mélange" et « presse ». Pour obtenir une détermination fiable, les points de mesure ci-dessous sont importants:

1. après et le plus près possible de la mélangeuse, pour la mesure des teneurs de départ du mélange
2. à l'entrée de la cellule d'attente avant la presse lors d'une production de granulés ; ou à l'entrée de la cellule à produits finis lors d'une production de farineux, pour la mesure de la contamination de la ligne dosage/mouture/mélange.
3. à l'entrée de la cellule à produits finis lors de la production de granulés, pour la mesure de la contamination de la ligne dosage/mouture/mélange et de la ligne de granulation.

La mesure de la contamination de la ligne "dosage/mouture/mélange" est calculée à l'aide des points de mesure 1 et 2. La contamination de la ligne de granulation est la différence calculée pour la ligne totale entre les points 1 et 3 d'une part et la ligne « dosage/mouture/mélange » calculée à l'aide des

points de mesure 1 et 2. La contamination calculée de cette façon est à considérer comme étant la contamination propre à l'installation.

### **Détermination du nombre de charges de rinçage**

Une des mesures de maîtrise du risque lié à la contamination croisée (p.ex. dépassement d'un niveau maximal de contamination) est le rinçage de l'installation par une matière première pour aliments des animaux ou, de préférence, par un autre fabrication. Le volume utilisé pour le rinçage doit être adapté à l'installation « à rincer ».

Afin d'assurer un rinçage suffisant mais également dans le but de limiter les volumes de ces charges de rinçage, il importe de définir le nombre de charges de rinçage requises. Deux méthodes sont proposées ici.

#### a) Première méthode

Pour la détermination du nombre de charge(s) de rinçage à appliquer, la formule ci-dessous peut être utilisée :

$$\text{Nombre de charges de rinçage} = \frac{\log\left(\frac{d}{c}\right)}{\log(a * b)}$$

log = Logarithme décimal ou logarithme de base 10

a = contamination propre à l'installation (exprimée en décimales (p.ex. 5 % = 0,05))

b = facteur multiplicateur relatif l'additif

c = concentration de l'additif dans l'aliment composé (mg/kg)

d = niveau maximal de contamination de l'additif concerné dans l'aliment composé suivant (mg/kg)

Le résultat obtenu est arrondi à l'unité inférieure.

#### b) Deuxième méthode

Il est également possible d'appliquer une méthode itérative. Elle consiste en un calcul successif des restes théoriques présents dans l'installation après chaque passage de fabrication.

$$(a * b * c) < d$$

Le calcul est réalisé successivement jusqu'au moment où, effectivement, le résultat est inférieur au niveau maximal de contamination.

On compte alors le nombre de charges nécessaires. Il est à remarquer que le pourcentage b s'exprime ici aussi en décimales (p.ex. 5 % = 0,05)

#### c) Application des deux méthodes : exemple

Prenons par exemple, un additif X, dont le facteur multiplicateur est inconnu (donc b = 3) dont la concentration dans l'aliment complet est de 66 mg/kg (= c) et dont on a établi un niveau maximal de contamination de 1 mg/kg (= d) dans l'aliment complet fabriqué par la suite. La contamination propre de l'installation est de 13 % (= a)

Première méthode :

$$\text{nombre charges de rinçage} = \frac{\log\left(\frac{1}{66}\right)}{\log(0,13 * 3)} = 4,45$$

Arrondi à l'unité inférieure, soit 4

Deuxième méthode :

1. Teneur de l'additif dans la charge suivante (premier passage) :  $66 * 0,13 * 3 = 25,74$   
(résultat  $> 1$  → cela signifie que s'il s'agit d'une fabrication d'un aliment complet, celui-ci contiendra beaucoup plus que 1 mg/kg (en théorie 25,74 mg/kg))
2. Teneur de l'additif dans la charge suivante (deuxième passage) :  $25,74 * 0,13 * 3 = 10$   
(résultat  $> 1$  → cela signifie que s'il s'agit d'une fabrication d'un aliment complet, celui-ci contiendra beaucoup plus que 1 mg/kg (en théorie 10 mg/kg))
3. Teneur de l'additif dans la charge suivante (troisième passage) :  $10 * 0,13 * 3 = 3,92$   
(résultat  $> 1$  → cela signifie que s'il s'agit d'une fabrication d'un aliment complet, celui-ci contiendra beaucoup plus que 1 mg/kg (en théorie 3,92 mg/kg))
4. Teneur de l'additif dans la charge suivante (quatrième passage) :  $3,92 * 0,13 * 3 = 1,52$   
(résultat  $> 1$  → cela signifie que s'il s'agit d'une fabrication d'un aliment complet, celui-ci contiendra beaucoup plus que 1 mg/kg (en théorie 1,52 mg/kg))
5. Teneur de l'additif dans la charge suivante (cinquième passage) :  $1,52 * 0,13 * 3 = 0,59$   
(résultat  $< 1$  → cela signifie que s'il s'agit d'une fabrication d'un aliment complet, celui-ci contiendra moins que 1 mg/kg (en théorie 0,59 mg/kg)). Cela signifie que le 5<sup>ème</sup> passage peut être constitué d'une fabrication d'aliment complet devant être  $< 1$  mg/kg. Les 4 autres passages sont donc des charges de rinçage.

Le nombre de charges de rinçage est donc égal à 4 (résultat identique à la première méthode)

d) Remarques importantes

1. Dans certains cas, il peut être nécessaire de tenir compte de la présence de certains additifs dans certains composants utilisés dans la fabrication de l'aliment composé. En effet, si la substance admise comme additif existe également à l'état naturel dans certains ingrédients de l'aliment, la part d'additif à incorporer est calculée de façon que la somme des éléments ajoutés et des éléments présents naturellement satisfasse à la teneur maximale ou minimale prévue.
2. Dans le cadre de la validation et de la vérification du plan HACCP, il est recommandé de vérifier occasionnellement la pertinence des méthodes de calcul ci-dessus par une analyse des résidus en additif après le rinçage (soit dans le dernier batch de rinçage, soit dans le batch de la fabrication suivante).

## 2.2. Méthodes

### 2.2.1. Procédure de contrôle pour la contamination croisée lors de la fabrication d'aliments composés à l'aide d'un traceur

Cette procédure de contrôle, pour la détermination la contamination croisée et de la mesure de l'homogénéité de mélanges farineux lors de la fabrication d'aliments composés, fait appel à un traceur, qui, en ce qui concerne leurs caractéristiques, peuvent remplacer les additifs courants ajoutés aux aliments composés.

Cette procédure de contrôle comporte la fabrication de deux ou trois charges successives d'un même aliment. (tableau 2). Pour chaque test de contamination croisée, on utilise de préférence le même (et le plus courant) type d'aliment composé.



Lorsqu'il est fait usage du Microtracer F ou FSS, il est conseillé de ne pas utiliser des aliments à haute teneur en graisse (p.ex. aliments pour poulets de chair). Cela diminue en effet la disponibilité du tracer lors de la détermination analytique en laboratoire de la teneur en tracer.

Traceur	Nombre de charges	A blanc / Traceur	Nom
Carbonate de cobalt	3	1: à blanc 2: traceur 3: à blanc	<b>charge a</b> <b>charge b</b> <b>charge c</b>
Microtracer F of FSS (lake)*	2	1: traceur 2: à blanc	<b>charge b</b> <b>charge c</b>
Microtracer RF Blue (lake)*	2	1: traceur 2: à blanc	<b>charge b</b> <b>charge c</b>
Salinomycine Sodium (Facteur d'adhérence relative < 1)	2	1: traceur 2: à blanc	<b>charge b</b> <b>charge c</b>

\* Les particules de Microtracer sont des particules de fer élémentaire qui sont enrobées avec un colorant alimentaire et qui ne sont pas toxiques

Tableau 2 : Nombre de charges par procédure de contrôle

Microtracer F :  $\pm 25.000$  particules par gramme Microtracer F. Particules avec une distribution des dimensions de 150-300  $\mu\text{m}$

Microtracer FSS :  $\pm 200.000$  particules par gramme Microtracer FSS. Particules avec une distribution des dimensions de 75-300  $\mu\text{m}$

Microtracer RF :  $> 2.000.000$  particules par gramme Microtracer RF. Particules avec une distribution des dimensions de 75-150  $\mu\text{m}$

Préalablement à la procédure de contrôle, il est recommandé de rincer l'installation. La charge A sert à mesurer la teneur "naturelle" en traceur (= cobalt) de l'aliment concerné. Le mélange à base de traceur est ajouté à la charge B. La teneur en traceur des échantillons « farine » et « granulé », prélevés hors de cette charge B, est déterminée. La charge de production C est faite du même aliment « à blanc », sans ajout du mélange à base de traceur. On détermine à nouveau la teneur en traceur des échantillons « farine » et « granulé » de cette charge. Cette teneur donne une idée de la contamination propre à l'installation.

De manière facultative, on peut, préalablement à la charge B, produire une charge supplémentaire avec un mélange avec traceur afin de conditionner l'installation.

Pour le Microtracer F en FSS (lake) la teneur en traceur est exprimée en "nombre de particules Microtracer" dans un échantillon farine ou granulé. Le nombre de particules Microtracer est déterminé en séparant celles-ci de l'ensemble des autres particules de l'aliment et en les rendant visible sur une feuille de papier-filtre.

L'évaluation de l'homogénéité sera calculée de manière différente pour les Microtracers F et FSS (Statistique Poisson; voir II.2.1.6.4).

### 2.2.1.1. Domaine d'application

Cette méthode est exclusivement destinée à la mesure, interne à l'entreprise, de la contamination et de l'homogénéité.

### 2.2.1.2. **Appareillage et matériel**

On doit disposer d'au minimum 50 récipients en matière plastique de 500 ml avec couvercle ou du même nombre de sachets plastiques d'une capacité de 1 litre.

Dans le cas où le cobalt est utilisé comme traceur, on doit prévoir 4 récipients ou sachets supplémentaires pour la détermination de la présence naturelle dans la charge.

Il est de toutes façons recommandé de prévoir au minimum 15 récipients ou sachets supplémentaires afin que la prise d'échantillons puisse se poursuivre jusqu'à une baisse notable du débit au point de contrôle choisi.

### 2.2.1.3. **Données concernant l'entreprise**

Pour la mesure de la contamination, doivent être préalablement connus:

- a. quels produits (additifs, prémélanges (médicamenteux)) y sont transformés ;
- b. un diagramme des différentes opérations en matière de réception-déchargement, stockage, dosage, transformation, mélange, transports internes et stockage final des produits susmentionnés ;
- c. un aperçu clair des retours internes et externes ;
- d. un diagramme schématique de l'installation de production, sur lequel, durant l'exécution, pourront être indiqués les endroits où le mélange de tracer a été ajouté et où des échantillons ont été prélevés.

Durant l'exécution du contrôle, il est demandé :

Des copies des formulaires informatiques permettant de lire (dénommé protocole long):

- la composition des mélanges d'aliments;
- le poids des composants demandé par l'ordinateur (sollwert), ainsi que le poids réel des composants (istwert) ou;
- si l'installation n'est pas automatisée:
  - o le poids de la charge calculé par addition des quantités pesées de ses composants;
  - o la lecture du poids réel de la charge;
  - o pour pouvoir calculer le poids de la charge, il faudra également indiquer les endroits où et en quelle quantité les autres composantes (p.ex. liquides, ajouts manuels) sont ajoutés.

### 2.2.1.4. **Ajout du mélange à base de traceur**

Un mélange à base de traceur (voir tableau 3 pour les caractéristiques du mélange avec traceur), , est incorporé dans la charge B.

On ajoute une quantité de mélange à base de traceur correspondant à 2,0 kg par tonne d'aliment. Le poids d'aliment à prendre en considération est le poids de la charge, tel qu'il est demandé par l'ordinateur.

L'endroit où le mélange avec traceur est ajouté, est dépendant du trajet de contamination à mesurer (voir II 1.). L'endroit choisi de l'ajout et des prises d'échantillons doit être indiqué dans le diagramme schématique de l'installation de production.

Traceur	Mélange avec traceur	Concentration en traceur dans l'aliment composé avec mélange traceur incorporé	Contamination *	Nombre de charges	Farine/Granulé
Carbonate de cobalt	5 % cobalt	100 ppm	1%	3	Farine/Granulé
Carbonate de cobalt	2.5% cobalt	50 ppm	3%	3	Farine/Granulé
Microtracer F of FSS (lake)	5% MT	100 ppm	1%	2	Farine/Granulé
Microtracer FSS	0.5% MT	10 ppm	1%	2	Farine/Granulé
Microtracer RF Lake Blue	12.5% MT	250 ppm	0.5%	2	Farine
Salinomycine sodium	Pas d'application	35 ppm	5%	2	Farine/Granulé

\* Précise quel pourcentage minimal de contamination croisée peut être mesurée avec ce traceur lors de la préparation d'aliments composés. Si le pourcentage de contamination croisée mesuré avec ce traceur est plus petit que le pourcentage mentionné dans le tableau, il faut, pour les calculs, utiliser le pourcentage repris dans le tableau.

Tableau 3 : Caractéristiques du mélange avec traceur

Après avoir ajouté le mélange avec traceur, il faut prendre en compte un temps de mélange qui correspond au temps de mélange qui est utilisé lors d'une production normale.

## 2.2.1.5. Prélèvement et traitement des échantillons

### 2.2.1.5.1. Prélèvement des échantillons

A partir de la charge précédant la charge B, on mesure la durée passage de cette charge aux points de mesure préétablis. La période constante T entre deux prises d'échantillons, à un point de mesure, sera égale à la durée de passage mesurée à ce point, divisée par le nombre d'échantillons à ce point (augmenté de 1).

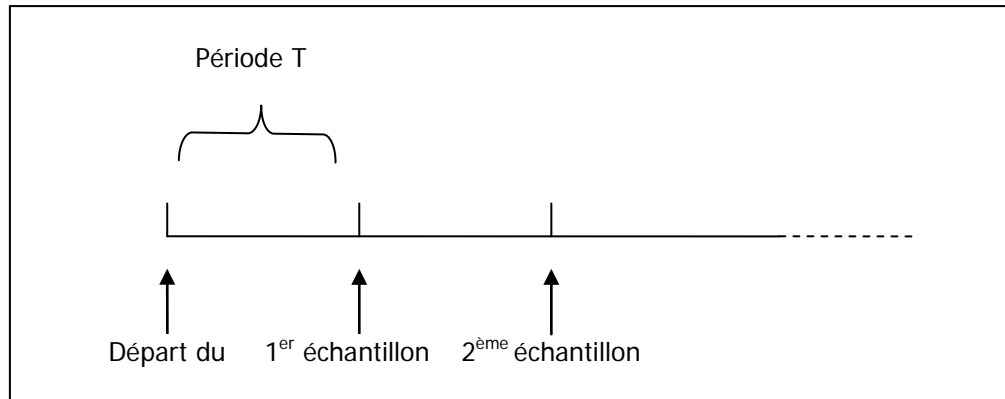
Par exemple, si le temps de passage directement après le mélangeur est de 10 minutes et si il faut prendre 20 échantillons, alors un échantillon devra être pris après chaque période T de +/- 28.6 sec (= 600 sec / (20 + 1)) [3, 4].

Ce sont toujours des échantillons de 500 g qui sont prélevés.

Lors du prélèvement des échantillons, le schéma suivant peut être mis en place, dans lequel une partie des prélèvements et/ou des traitements ultérieurs est volontaires, dans le cas où on souhaite obtenir une meilleure vision.

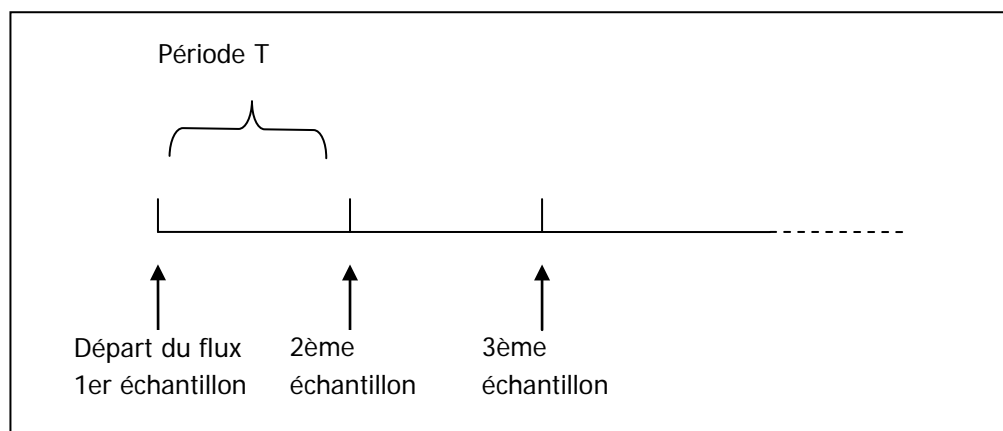
1. Charge A (sans ajout de traceur / si d'application):
  - o au moins 4 échantillons dans ou immédiatement après la mélangeuse (II 1) (AM1-AM4)  
(A = charge C ; M = mélangeuse ; 1 à 4: numéro d'ordre des échantillons)  
Pour ces échantillons, l'humidité et la teneur naturelle en cobalt dans l'aliment sont déterminées (4 x cobalt, 4 x humidité).

2. Charge B (avec ajout du mélange à base de traceur):
- o au moins 20 échantillons, prélevés dans ou immédiatement après de la mélangeuse et répartis régulièrement sur la durée du flux d'une charge, pour la détermination de la teneur moyenne en traceur (BM1 à BM20) et de l'homogénéité.  
(B = charge 2 ; M = mélangeuse ; 1 à 20 numéro d'ordre des échantillons)  
Le premier échantillon sera pris après une période T ; les échantillons doivent être pris jusqu'à une baisse notable du débit [4].



Pour un minimum de 10 échantillons, la teneur en traceur est déterminée (10x traceur, 4 x humidité dans le cas où le traceur est composé de cobalt)

- o Eventuellement (ceci est volontaire) minimum 10 échantillons au(x) point(s) de contrôle choisi(s) pour la contamination, pour la détermination de la teneur moyenne en traceur. (échantillons numérotés BC1 à BC10) et de l'homogénéité.
3. Charge C (charge destinée à la mesure de la contamination)
- o Au minimum 30 échantillons, prélevés au(x) point(s) de contrôle choisi(s) pour le contrôle de la contamination et répartis régulièrement sur la durée totale du flux de la charge à ce point, pour la détermination du niveau de contamination. Le premier échantillon sera pris immédiatement, le deuxième l'étant après une période T ; les échantillons doivent être prélevés jusqu'à une baisse notable du débit [3] (CC1-CC30) (C = charge C ; C = point de contrôle ; 1 à 30 = numéro d'ordre des échantillons)



Par la suite, 3 échantillons moyen de même quantité sont formés à partir des 30 échantillons (échantillon moyen 1 = CCx = CC1-CC2; échantillon moyen 3 = CCz = CC25-CC30; échantillon moyen 2 = CCy = échantillons intermédiaires (CC3-CC24)).

- o Dans le cas du Microtracer F, il faut que :
  - i. l'échantillon moyen 1 (CCx) soit composé de 500 g tant de l'échantillon CC1 que de l'échantillon CC2 ;
  - ii. l'échantillon moyen 2 (CCy) soit composé de 100 g de chacun des échantillons CC3 à CC24 y compris ; on extrait un échantillon de 1000 g de cet ensemble ;
  - iii. l'échantillon moyen 3 (CCz) soit composé de 200 g de chacun des échantillons CC25 à CC30 y compris ; on extrait un échantillon de 1000 g de cet ensemble
  
- o Dans le cas du Microtracer FSS (100 ppm), il faut que :
  - i. l'échantillon moyen 1 (CCx) soit composé de 50 g tant de l'échantillon CC1 que de l'échantillon CC2 ;
  - ii. l'échantillon moyen 2 (CCy) soit composé de 50 g de chacun des échantillons CC3 à CC24 y compris ; on extrait un échantillon de 100 g de cet ensemble
  - iii. l'échantillon moyen 3 (CCz) soit composé de 50 g de chacun des échantillons CC25 à CC30 y compris ; on extrait un échantillon de 100 g de cet ensemble
  
- o Dans le cas du Microtracer FSS (10 ppm), il faut que :
  - i. l'échantillon moyen 1 (CCx) soit composé de 500 g tant de l'échantillon CC1 que de l'échantillon CC2 ;
  - ii. l'échantillon moyen 2 (CCy) soit composé de 100 g de chacun des échantillons CC3 à CC24 y compris ; on extrait un échantillon de 1000 g de cet ensemble
  - iii. l'échantillon moyen 3 (CCz) soit composé de 200 g de chacun des échantillons CC25 à CC30 y compris ; on extrait un échantillon de 1000 g de cet ensemble

Remarque : s'il y a plus de 30 échantillons (p.ex. n) qui ont été pris, l'échantillon moyen est composé de tous les échantillons qui ont été pris entre l'échantillon moyen 1 (CC1-CC2) et l'échantillon moyen 3 (CC[n-5]-CCn). L'échantillon moyen 2 est extrait de CC3-CC[n-6].

Par cette composition d'échantillon moyen, on aura (pour une contamination de 1% et plus) toujours au moins 15 particules Microtracer F ou FSS présentes par papier-filtre.

La concentration en traceur est déterminée dans chaque échantillon moyen (3 x traceur; 3 x humidité si le cobalt est utilisé comme traceur) [3].

- o Eventuellement (ceci est volontaire) minimum 10 échantillons prélevés au(x) point(s) de contrôle choisi(s) pour la contamination, dans ou le plus près possible après la mélangeuse répartis régulièrement sur la durée du flux d'une charge (CM1-CM10). (C = charge C ; M = mélangeuse ; 1 à 10 = numéro d'ordre des échantillons).

#### 2.2.1.5.1.1. Traitement et destination des échantillons

Chaque échantillon de granulés sera moulu dans un broyeur approprié à cet usage.

On procède d'abord à la mouture des échantillons, granulés, provenant de la charge A (si d'application), ensuite de ceux de la charge C destinée à la mesure de la contamination, et pour finir

de ceux de la charge B. De cette façon, les échantillons sont moulus dans l'ordre croissant des teneurs en traceur.

- Nettoyer le moulin, à l'air comprimé, après chaque échantillon;
- Nettoyer le moulin après chaque groupe d'échantillons (de la même charge) à l'air comprimé et également, après démontage des pièces, par brossage à l'aide d'une brosse (pinceau) assez dure;
- Dans le moulin, il ne peut y avoir de contamination du groupe d'échantillons à moulin à partir de matériau issu du groupe précédent;
- Homogénéisez le mieux possible le produit de chaque mouture, et remettez l'ensuite dans son récipient d'origine.

La destination des échantillons est la suivante:

1. Dans le cas où le cobalt est utilisé comme traceur :
  - a. Toutes les analyses d'humidité ont pour fonction que les résultats d'analyses de cobalt puissent être corrigés pour les différences en humidité ou recalculés sur matière sèche.
  - b. Les échantillons AM1 à AM4 sont analysés individuellement. Ceci est très important notamment pour la charge C, parce qu'on doit corriger les teneurs en cobalt des charges B et C d'après la teneur « naturelle » en cobalt de l'aliment.
2. Les échantillons BM1 à BM20 peuvent servir à deux fins. On peut les utiliser alternativement pour l'un et l'autre usage. Eventuellement (ceci est volontaire), on peut utiliser une moitié des échantillons (p.ex. les échantillons pairs) pour déterminer l'homogénéité du mélange. Pour ce faire, les 10 échantillons doivent être analysés, chacun, individuellement. On peut mélanger l'autre moitié (p.ex. les échantillons impairs), éventuellement après réduction du produit, pour déterminer la teneur moyenne en traceur de la charge B. Pour ce faire, on prélève un nouvel échantillon du mélange, à partir duquel la teneur en traceur est analysée. En effet, la teneur en traceur moyenne de la charge B peut également être déterminée en calculant la moyenne des résultats individuels obtenus sur les 10 analyses (pour l'établissement de l'homogénéité).
3. A l'aide des échantillons BC1 à BC10 on peut éventuellement (ceci est volontaire) se faire une idée de la mesure où l'homogénéité du produit, obtenue à la sortie de la mélangeuse (BM1 à BM10), se maintient, au cours de la suite du processus de production et de transport, jusqu'au point où on désire contrôler la contamination. Ces échantillons doivent être, chacun, analysés individuellement.
4. A l'aide des échantillons CM1 à CM10, on peut éventuellement (ceci est volontaire) déterminer dans quelle mesure la contamination apparaît durant le trajet jusqu'à la mélangeuse. Pour l'analyse, on peut choisir entre l'analyse d'un échantillon reconstitué par mélange (pour la contamination moyenne) et l'analyse de tous les 10 échantillons individuellement (modèle de contamination et calcul de la moyenne).
5. Les échantillons CC1 à CC30: la concentration en traceur est déterminée dans chacun des 3 nouveaux échantillons moyens formés (CCx, CCy en CCz). La teneur moyenne en traceur (CC1-CC30) est donc égale à la moyenne pondérée de ces 3 résultats d'analyse, à savoir ( $CCx * 2 + CCy * 22 + CCz * 6$ )/30 [3].

Remarque : s'il y a plus de 30 échantillons (p.ex. n) qui ont été prélevés, alors la formule devient :  $CCx * 2 + CCy * (n - 8) + CCz * 6$  / n

Partant du principe que chacun des échantillons originaux est représentatif de la partie de la charge dont il est tiré, la contamination moyenne peut être directement calculée. Si on a de bonnes raisons de croire que ce n'est pas le cas (p.ex. parce que les intervalles entre les prélèvements n'étaient pas réguliers), une moyenne pondérée, en relation avec les intervalles de temps réels, doit être calculée.

On peut également choisir d'analyser, individuellement, chacun des échantillons CC1-CC30 et calculer ensuite la moyenne.

## 2.2.1.6. Exploitation des résultats

### 2.2.1.6.1. Correction en cas d'usage du cobalt comme traceur:

Toutes les teneurs en cobalt sont tout d'abord corrigées en teneur sur matière sèche, à l'aide de résultats moyens des déterminations d'humidité correspondantes. Pour cette correction, la formule suivante peut être utilisée:

$$C = \frac{100}{100 - V} * C_1$$

Dans cette formule:

C = la teneur en cobalt sur la base de la matière sèche, en ppm;

V = la teneur en humidité du groupe d'échantillons d'entreprise concerné, en %;

C1 = la teneur en cobalt mesurée, en ppm

Ces valeurs corrigées sur base de la matière sèche issues des charges B et C doivent, à leur tour, être corrigées avec la teneur "naturelle" en cobalt présente dans l'aliment (déterminée comme étant la moyenne des valeurs AM1-AM4 corrigées sur base de la matière sèche).

### 2.2.1.6.2. Calcul de la contamination

La contamination propre à l'installation se calcule, maintenant, (pour le cobalt sur la base des valeurs corrigées sous II.2.1.6.1), comme suit:

La teneur moyenne en traceur des 30 échantillons CC provenant de la charge C, divisée par la teneur moyenne en traceur des 10 échantillons BM de la charge B. Le résultat, multiplié par 100, fournit la contamination moyenne (%) dans la charge qui a suivi immédiatement celle où le mélange à base de traceur, comme modèle d'un prémélange avec additif, a été ajouté.

Le pourcentage de contamination ou le niveau de contamination (Vs %) se calcule donc comme suit:

$$Vs\% = \frac{\text{gem. tracersgehalte charge C}}{\text{gem. tracersgehalte charge B}} * 100$$

Lorsqu'on représente graphiquement les résultats des analyses en traceur dans les 3 échantillons moyens des échantillons CC1-CC30 on obtient un modèle de contamination, qui, en principe, fournit plus d'informations que la moyenne calculée.

### 2.2.1.6.3. Homogénéité du matériau

Le coefficient de variation relatif entre moyennes d'échantillon constitue une mesure de l'homogénéité du mélange farineux ou des granulés, dont sont issus les échantillons d'entreprise.

Le coefficient de variation (CV) se calcule comme suit :

$$CV = \frac{\sigma}{\bar{X}}$$

L'écart-type ( $\sigma$ ) est la racine carrée de la variance.

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{N} * \sum_{i=1}^j n_i * (x_i - \bar{x})^2}$$

Le coefficient de variation est généralement exprimé en % (CV x 100). Si le coefficient de variation est égal à 9%, cela signifie que l'écart-type vaut 10 % de la moyenne.

#### 2.2.1.6.4. Homogénéité du matériau : Microtracers F et FSS [5]

Pour pouvoir réaliser une évaluation statistiquement précise de l'homogénéité d'un matériel dans le cas des Microtracers F et FSS, un nombre minimal de particules, égal à 15 particules par papier-filtre, doit être présent.

En analysant les quantités d'échantillon ci-dessous, il y sera amplement satisfait.

- F : 40 grammes;
- FSS (100 ppm): 4 grammes;
- FSS (10ppm): 40 grammes

Pour l'évaluation de l'homogénéité les données statistiques suivantes sont déterminées :

- Nombre de particules de microtracer dans les échantillons individuels de la charge B
- Nombre moyen de particules de Microtracer dans la charge B
- Nombre de degré de liberté du système (nombre d'échantillons analysés – 1)
- Carré de la différence entre le nombre de particules de microtracer dans les échantillons individuels et le nombre moyen de particules de microtracer dans la charge B. La somme des carrés est réalisée (=S)
- Valeur Chi carré (ou Khi carré) (=S/X)
- Probabilité p en % comme indication pour l'homogénéité
- Pourcentage de récupération (recovery)

A l'aide de la valeur Chi carré déterminée et du nombre de degré de liberté, la probabilité est déterminée. Les valeurs trouvées peuvent varier entre 0.999 en < 0.0005. Ces valeurs indiquent s'il est probable que le mélange analysé (charge B) correspond à un mélange parfait. L'évaluation de l'homogénéité est établie par définition:

Si  $p \geq 5\%$  (0.05), alors on peut, sur base du calcul de probabilité déduire qu'on peut parler de "mélange homogène". Au plus la valeur de p est élevée, au plus le mélange approche d'une "homogénéité parfaite".

Si  $p < 5\%$  (0.05) et  $> 1\%$  (0.01), on ne peut émettre de constatation statistique univoque. Il est recommandé de répéter le test de contamination.



Si  $p \leq 1\%$  (0.01), alors on peut, sur base du calcul de probabilité, déduire qu'on peut parler d'une "déviation significative d'un mélange homogène" (mélange non homogène). Les causes doivent être recherchées et corrigées. Un nouveau test de contamination doit ensuite être réalisé.

### Exemple 1: Mélange homogène

Numéro de l'échantillon	Nombre de particules comptées, x	Moyenne, m	Différence (absolu)	Carré de la différence
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 = S = 68	

- nombre d'échantillons :  $n = 5$
- Valeur Chi-carré :  $\chi^2 = S / x = 1,4$  (68 / 50 = 1.4)
- Nombre de degrés de liberté du système :  $n - 1 = 4$
- A partir de la valeur de Chi-carré et du nombre de degré de liberté, on peut calculer la probabilité : entre 73,6 (0,736) et 91 % (0. 91); voir tableau 4

Conclusion: la probabilité calculée est plus grande que 5%, on peut donc parler d'un mélange homogène.

$\chi^2$	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 4: EXEMPLE – tableau pour la détermination de la probabilité (horizontal : nombre de degré de liberté; vertical: valeurs de Chi-carré)

## Exemple 2 : Mélange non homogène

Numéro de l'échantillon	Nombre de particules comptées, x	Moyenne, m	Différence (absolu)	Carré de la différence
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 = S = 793	

- nombre d'échantillons:  $n = 5$
- Valeur Chi-carré:  $\chi^2 = S / x = 14.96$  (793 / 53 = 14.96)
- Nombre de degrés de liberté du système:  $n - 1 = 4$
- A partir de la valeur de Chi-carré et du nombre de degré de liberté, on peut calculer la probabilité: entre 0.5 (0.005) et 0.7 % (0.07)

Conclusion: la probabilité calculée est plus petite que 1%, on peut donc parler d'un mélange non homogène.

### 2.2.1.7. Rapport

Pour chaque groupe d'échantillons d'entreprise, il sera fait rapport de:

1. l'humidité moyenne du groupe d'échantillons d'entreprise (0,01%), dans le cas où le cobalt est utilisé comme traceur
2. la moyenne des teneurs en cobalt, mesurées et corrigées sur matière sèche, de chacun des échantillons à analyser (0,1 ppm pour des niveaux de cobalt supérieurs à 10 ppm et 0,01 ppm pour les niveaux de cobalt de 10 ppm ou moins), dans le cas où le cobalt est utilisé comme traceur
3. la moyenne des teneurs, mesurées et corrigées, en traceur, des échantillons d'entreprise, par groupe (0,1 ppm pour des niveaux de traceur supérieurs à 10 ppm et 0,01 ppm pour les niveaux de traceur de 10 ppm ou moins)
4. la contamination propre à l'installation calculée selon la procédure de contrôle.

En outre, pour chaque groupe d'échantillons d'entreprise provenant de la charge, il sera fait rapport:

5. du coefficient de variation relatif entre moyennes d'échantillons (0,01 %).
6. pour les Microtracer F et FSS : la valeur Chi-carré, le nombre de degrés de liberté du système et la probabilité P en % donnent une indication pour l'homogénéité.

### 2.2.1.8. Remarques

#### 2.2.1.8.1. Premier prélèvement d'échantillon

Après le dosage des différents composants, un mélange d'aliments n'est pas homogène. Ce n'est pas le cas non plus après le passage au broyeur. Très souvent d'ailleurs on dirige les produits fins directement vers la mélangeuse sans les faire passer par le broyeur. Aussi peut-on s'attendre, pour la première fois, à un mélange d'aliments homogène, dans la mélangeuse. Y prendre directement un échantillon est difficile, peut être dangereux et est donc fortement à déconseiller. Pour cela, le

premier point de prise d'échantillon doit être réalisé après la mélangeuse. Dans la plupart des usines, cet endroit sera la sortie de la cellule tampon située sous la mélangeuse.

#### 2.2.1.8.2. Acclimatation des échantillons d'entreprise

Les échantillons d'entreprise, qui ne peuvent être analysés à court terme, doivent être stockés dans un espace réfrigéré afin de prévenir les dégradations. Les échantillons doivent être amenés, suffisamment avant que l'analyse ne commence réellement, à l'endroit où l'analyse aura lieu. Durant cette période, l'échantillon d'entreprise peut prendre la température du laboratoire. Cette façon de procéder évite que le matériau composant l'échantillon ne soit exposé à la condensation de l'humidité venant de l'air chaud du laboratoire. Une telle condensation rend impossible la détermination exacte de l'humidité de l'échantillon (dans le cas du cobalt utilisé comme traceur). Du fait d'une répartition hétérogène de l'humidité de condensation sur le matériau composant l'échantillon, on trouvera aussi une plus grande dispersion des résultats de détermination du cobalt.

#### 2.2.1.8.3. Dans le cas du Microtracer RF Blue (lake)

La teneur moyenne en traceur dans la charge B doit être comprise entre 70 et 110 % de la teneur attendue en traceur de la charge B.

### 2.2.1.9. **Transformation de l'aliment composé contenant le mélange à base de cobalt**

Dans la charge B, qui est produite dans le cadre de la procédure de contrôle, un mélange contenant du cobalt est ajouté à raison de 2 kg par tonne d'aliment (dans le cas d'un mélange de tracer de 2.5 ou 5 % de cobalt). L'aliment composé contient dès lors environ 50 ou 100 ppm de cobalt. Cet aliment doit être stocké dans une cellule individuelle et ne peut être commercialisé.

Il est recommandé de couper cet aliment contenant du cobalt, en manière telle que la concentration du produit qui est finalement commercialisé, ne contienne pas plus de 2 ppm. Pour cela, il faut tenir compte des teneurs en cobalt déjà présentes dans les matières premières.

L'aliment obtenu par la charge C, contient, le plus souvent, que des quantités très limitées en cobalt. Vu que le niveau de contamination n'est pas connu à l'avance, on doit tenir compte d'assez grandes divergences dans la teneur en cobalt de cet aliment. Il est donc aussi recommandé de le stocker séparément et de le couper suffisamment. Si, en aucune manière, le fabricant d'aliments composés ne souhaite utiliser l'aliment, alors il doit être considéré comme déchet chimique et être traité et éliminé comme tel.

### 2.2.1.10. **Prescriptions standard pour la préparation d'un mélange à base de traceur pour la mesure, interne à l'entreprise, de la contamination.**

#### 2.2.1.10.1. Mélange à base de Microtracers

Voir point II.2.1.4

#### 2.2.1.10.2. Mélange à base de carbonate de cobalt

##### ***Introduction***

Le mélange au cobalt, pour l'exécution de la procédure de contrôle, est préparé via un mélange à sec de craie et de carbonate de cobalt. De cette manière, on obtient que le cobalt soit bien réparti dans le mélange au cobalt et que le mélange au cobalt diffère peu, en ce qui concerne ses propriétés, d'un aliment composé.

### ***Ingrédients***

- Craie: en tant que support: de qualité bien définie;
- Carbonate de cobalt, pur à minimum 99 %.

### ***Appareillage***

- mélangeuse destinée à des produits secs;
- autre matériel voir plus loin: entre autres, balance appropriée pour la pesée des ingrédients.

### **Mesures de sécurité :**

La présence de cobalt exige le port d'un masque de protection couvrant la bouche et le nez, ainsi que de gants en matière synthétique pour la protection des mains.

### **Préparation du mélange à base de cobalt:**

Les quantités nécessaires de carbonate de cobalt et de craie sont pesées. Les quantités pesées sont mélangées durant le temps de mélange optimal du mélangeur. Après cela, le mélange est conditionné en quantité de 2,0 kg et bien fermé.

L'emballage indiquera:

- nom et code du produit (mélange à base de cobalt);
- poids net en kg au moment du remplissage;
- date de production ;
- concentration nominale en cobalt;
- mesures de sécurité.

Les emballages fermés doivent être stockés dans des circonstances conditionnées.

L'emballage doit être ouvert directement avant usage.

Le mélange à base de cobalt doit satisfaire aux exigences suivantes:

- granulométrie: max. 1% > 0,7 mm ; max. 10% > 0,5 mm;

### ***Prélèvement d'échantillons et rapport***

Au cours du conditionnement du mélange à base de cobalt, on prélèvera 4 échantillons de chaque lot homogénéisé. Un de ceux-ci sera destiné à la mesure de l'humidité, un autre à la mesure de la répartition granulométrique et un troisième à la mesure de la teneur en cobalt. Le dernier sera tenu en réserve. Pour chaque mélange au cobalt, préparé, il sera fait rapport:

- de l'origine et des caractéristiques de la craie;
- de l'origine du carbonate de cobalt;
- des quantités utilisées en support et sel de cobalt;
- de l'humidité du mélange après homogénéisation;
- de la teneur calculée en cobalt du mélange au cobalt;
- de la teneur analysée en cobalt du mélange au cobalt;
- de la répartition granulométrique du mélange au cobalt.

## **2.2.1.11. Mesure de l'additif (Salinomycine-sodium)**

La présence de l'additif sera mesurée à l'aide de la méthode d'analyse officielle pour l'additif donné. Si les mesures se situent sous la limite de détection, la moitié de la limite de détection sera prise comme « valeur ».

#### Critères auxquels doit satisfaire l'analyse de l'additif.

La limite de détection de la méthode analytique doit se situer à 0,5 % du dosage habituel de l'additif considéré. L'erreur absolue au niveau de la quantité d'additif entraîné ne peut dépasser 2% max. du dosage appliqué dans la pratique aux trois premiers mélanges.

#### Sources potentielles d'erreur.

L'erreur totale dans la détermination de la contamination est constituée de l'influence de la limite de détection + l'erreur analytique + l'erreur dans la teneur originale (variance).

Cette erreur potentielle s'exprime comme suit en pourcent du taux d'incorporation original:

- 0,5% limite de détection;
- 2,0% erreur analytique;
- 1,0% précision du mélange (coefficient de variation admis: moins de 10 %)
- Total: 3,5%.

#### Littérature:

[1] Snedecor, G. W. en W. G. Cochran.

Statistical Methods, 6th edition, 1969. The Iowa State University Press, Ames, Iowa, USA.

[2] Nieman, W., J. Hulshoff, A. J. Vooijs en H. Beumer. De bestaande mate van kwaliteitszorg in de mengvoedersector. Deel II: onderzoek naar de procesnauwkeurigheid bij de verwerking van toevoegingsmiddelen in drie pilotbedrijven met behulp van een kobalthoudende premix.

[3] TECALIMAN. Règles techniques pour l'évaluation du niveau de contaminations croisées entre aliment. Fiche n° 29, Février 2000. 6 pp.

[4] TECALIMAN. Règles techniques pour l'évaluation du niveau d'homogénéisation. Fiche n°30, Février 2000. 6 pp.

[5] GMP+-certificatieschema diervoedersector 2006, Minimumvoorwaarden inspecties en controles inclusief protocol voor het meten van versleping (Bijlage 4), Productschap Diervoeder (Den Haag, Nederland), 9 82-91, 2006.

## **2.2.2. Procédure de contrôle, à l'aide de mélanges avec manganèse et respectivement riches et pauvres en protéine, de la contamination lors de fabrication d'aliments composés.**

### **2.2.2.1. Domaine d'application**

La présente procédure de contrôle a été développée pour la détermination de la contamination qui apparaît dans les entreprises de production d'aliments composés. Elle permet de constater séparément, à partir de l'installation de dosage, tant la contamination liée aux composants majeurs que celle qui trouve son origine dans les ingrédients incorporés via des prémélanges.

En rassemblant les échantillons qui doivent être collectés en vue de la mesure de la contamination, à différents endroits du processus de fabrication, on obtient une image de la contamination qui a lieu dans ces diverses sections (exemple: la ligne mouture/mélange jusqu'à la presse ou ligne presse/refroidisseur).

La méthode est également appropriée pour déterminer dans quelle mesure l'installation est apte à produire des mélanges homogènes.

### 2.2.2.2. **Principes de la procédure de contrôle**

La procédure de contrôle est exécutée en fabriquant d'abord un mélange à base de soja, riche en protéine et en manganèse, et, immédiatement à la suite du premier et sur la même ligne de fabrication, un mélange à base de maïs, pauvre en protéine et manganèse. L'accroissement de la teneur en protéine et en Mn du mélange à base de maïs, durant son trajet dans la ligne de production, est dû à une contamination. En rapportant cet accroissement à la teneur en protéine et en Mn du mélange à base de soja, on peut calculer le niveau de contamination.

Compte tenu du fait que les teneurs en protéine et en Mn du mélange à base de maïs évoluent selon une hyperbole (forte teneur au début du flux vers des faibles teneurs ensuite), la procédure de prise d'échantillon mérite une attention particulière.

### 2.2.2.3. **Appareillage et matériel auxiliaire**

La procédure de contrôle exige la présence des produits et matériels suivants:

- une quantité d'oxyde de manganèse équivalant à 0,4 % du volume de la charge usuel;
- (éventuellement) une pelle pour le prélèvement des échantillons;
- deux seaux destinés au rassemblement d'un certain nombre de sous-échantillons;
- des récipients ou sachets pouvant contenir au minimum 200 g de produit;
- si la mesure de la contamination s'effectue en deux endroits de la ligne de production, 20 récipients suffiront généralement (on n'analyse finalement que 14 échantillons).

### 2.2.2.4. **Données d'entreprise nécessaires**

Pour la mesure de la contamination, doivent être préalablement connus:

- a. quels produits (additifs, prémélanges (médicamenteux),) y sont transformés
- b. un diagramme des différentes opérations en matière de réception-déchargement, stockage, dosage, transformation, mélange, transports internes et stockage final des produits susmentionnés.
- c. un aperçu clair des retours internes et externes.

En outre, l'entreprise fournira les données suivantes concernant ses installations:

- a. un diagramme schématique de l'installation de production;
- b. le mode de constitution du mélange à base de soja ou de maïs. Il faudra indiquer en particulier, exactement, comment et où l'oxyde de manganèse sera ajouté, et comment le système (éventuel), utilisé pour le transport de l'oxyde de manganèse vers la mélangeuse, sera rincé, qu'il s'agisse du mélange à base de soja ou de celui à base de maïs.

### 2.2.2.5. **Exécution de la procédure de contrôle**

#### 2.2.2.5.1. Mélange à base de soja

- a. Fabrication du mélange à base de soja, riche en protéine et Mn:

Le mélange à base de soja (d'un volume de charge usuel), sera constitué de 91,8 % de tourteau d'extraction de soja, 4% de graisse, 3% de mélasse de canne, 0,4 % d'oxyde de manganèse et 0,8 % de phosphate dicalcique (ou de craie ou de sel). Ce mélange sera dosé, moulu, mélangé et granulé de la façon habituelle. La mélasse et la graisse sont incorporées pour obtenir un produit farineux, ayant des caractéristiques physiques normales, et facile à granuler. Le tourteau de soja peut provenir de plus d'un silo de dosage. L'oxyde de

manganèse vient en lieu et place des prémélanges habituels et doit parcourir le même trajet que ceux-ci. Il sera donc incorporé via la balance à prémélange ou ajouté manuellement au même endroit que les prémélanges.

On s'assurera que la quasi-totalité de la quantité d'oxyde de manganèse aboutira dans la balance à prémélange ou dans la fosse prévue à cet effet.

L'oxyde de manganèse doit répondre aux critères suivants:

- Teneur en Mn: minimum 50%;
- granulométrie: 100% plus fin que 0,2 mm.

La même bascule ou la même fosse sert habituellement aussi à l'adjonction de la craie, du sel et/ou du phosphate. Cette façon de procéder diminue les risques de contamination par les composants présents dans les prémélanges, en particulier quand le prémélange est dosé en premier, avant les autres produits. C'est pourquoi la procédure de contrôle prévoit de doser d'abord les 0,4 % d'oxyde de manganèse et ensuite les 0,8 % de craie, de phosphate ou de sel.

Après l'adjonction du contenu de la bascule à prémélanges (ou de la fosse) au mélange à base de soja, la mélangeuse sera actionnée durant le temps habituel. Le mélange sera ensuite évacué vers une cellule d'attente avant la presse, vide, et transformé ensuite en granulés (prélever des échantillons).

Après le passage du mélange à base de soja, les lignes mouture/mélange et presse/refroidisseur ne peuvent servir à aucun autre usage que le passage du mélange à base de maïs.

b. Echantillonnage du mélange à base de soja.

Au moment où les granulés de soja sont déchargés dans la cellule à produits finis, on prélèvera un échantillon conséquent de granulés dans la dernière partie de la charge.

#### 2.2.2.5.2. Mélange à base de maïs

a. Fabrication du mélange à base de maïs, pauvre en protéine et en Mn

Le mélange à base de maïs (du même volume de charge que celui à base de soja), sera constitué de 92,2 % de maïs, 4% de graisse, 3 % de mélasse de canne et de 0,8 % de phosphate dicalcique (ou de craie ou de sel). S'il s'avérait impossible de doser 92,2 % de maïs, on pourra remplacer cette quantité de maïs par un mélange de maïs et de blé ou par tout autre mélange pauvre en protéine (prélever des échantillons). On rincera le système de transport entre la bascule à prémélanges (ou la fosse) et la mélangeuse à l'aide des 0,8 % de phosphate dicalcique (ou de craie ou de sel).

Le temps de mélange normal débute après l'adjonction du phosphate au mélange. Le mélange sera ensuite évacué vers une cellule d'attente (vide) avant la presse (prendre des échantillons) et ensuite transformé en granulés (prendre des échantillons)

b. Echantillonnage du mélange à base de maïs

On prélève les échantillons suivants du mélange à base de maïs:

I - le maïs (et éventuellement du blé) utilisé dans la composition du mélange;

II - six échantillons du mélange à base de maïs prélevés à l'entrée de la cellule d'attente avant la presse;

III - six échantillons de granulés de maïs prélevés à l'entrée de la cellule à produits finis granulés.

Le respect de la procédure d'échantillonnage est très important en ce qui concerne les échantillons sous II et III. En effet les premières fractions de la farine ou des granulés en provenance de la charge seront plus riches en protéine et en manganèse que les suivantes

dont les teneurs diminueront relativement vite jusqu'à atteindre un niveau quasi constant et plus bas. Il est par conséquent important de prélever beaucoup d'échantillons de ces premières fractions et de savoir pour quelles fractions ces échantillons sont représentatifs. On respectera la procédure suivante pour le prélèvement des échantillons à l'entrée de la cellule d'attente avant la presse (durée en général 3 à 5 minutes):

- o durant les 30 premières secondes rassembler le plus grand nombre possible de sous-échantillons dans un seau; en faire un échantillon de mélange.
- o idem durant les 30 secondes suivantes
- o ensuite et jusqu'au moment où le flux de farines s'arrête, un échantillon par coups de sonde espacés de 30 secondes chacun.
- o noter la durée totale du flux des farines. Conserver 6 échantillons, à savoir: les trois premiers, et trois parmi les suivants.

Opérer de la même façon pour le prélèvement des échantillons de granulés à l'entrée de la cellule à produits finis granulés. Compte tenu du fait que la durée du flux est généralement un peu plus long, la procédure est modifiée comme suit:

- o durant la première minute, rassembler dans un seau le plus grand nombre possible de sous-échantillons ; en faire un échantillon de mélange;
- o idem durant la minute suivante;
- o ensuite, et jusqu'à l'arrêt du flux, un échantillon par coup de sonde toutes les minutes. [Si le flux de granulé est discontinu, il faudra se baser sur le temps « réel ».]
- o noter la durée totale du flux et conserver 6 échantillons, dont les 3 premiers et 3 parmi les autres.

#### 2.2.2.5.3. Transformation du mélange à base de soja dans l'aliment composé

En cas de faible contamination, on trouve des teneurs en Mn de l'ordre de 2000 mg/kg de manganèse dans le mélange à base de soja. Si on désire réincorporer ce mélange dans des aliments composés, il faudra tenir compte de la teneur maximum autorisée en Mn des aliments composés, qui ne peut dépasser 150 mg/kg.

#### 2.2.2.6. Analyse des échantillons

On aura rassemblé au total 14 (éventuellement 15) échantillons, soit:

- 1 échantillon de granulés de soja (+ Mn) = échantillon A
- 1 échantillon de maïs en l'état (+ éventuellement blé) = échantillon B
- 6 échantillons du mélange à base de maïs sous forme farineuse, (prélevés à l'entrée de la cellule d'attente avant la presse) = échantillons C (1 à 6)
- 6 échantillons du mélange à base de maïs sous forme granulée, (prélevés à l'entrée de la cellule à produits finis granulés) = échantillons D (1 à 6).

On détermine la teneur en protéine brute (PB) et en Mn de tous ces échantillons.

On analyse l'humidité de la moitié des échantillons de mélanges farineux à base de maïs et de granulés de maïs afin de déterminer si le passage à la presse en a modifié l'humidité. A supposer que cette modification soit significative les teneurs en PB et Mn des granulés de maïs doivent être corrigées sur base de l'humidité du mélange farineux à base de maïs.



### 2.2.2.7. Calcul du pourcentage de contamination

Les teneurs en PB et Mn des échantillons prélevés servent à calculer le pourcentage de contamination. Supposons qu'on ait trouvé les teneurs suivantes:

- granulés de soja: 420 g PB et 2006 mg Mn/kg;
- maïs en l'état: 86 g PB et 4 mg Mn/kg;
- 6 échantillons du mélange à base de maïs (à l'entrée de la cellule avant la presse)
  - o échantillon de mélange (0,5 min) 160 g PB 400 mg Mn/kg;
  - o échantillon de mélange (0,5 min) 100 g PB 60 mg Mn/kg;
  - o échantillon par coup de sonde 90 g PB 27 mg Mn/kg;
  - o échantillon par coup de sonde 85 g PB 30 mg Mn/kg;
  - o échantillon par coup de sonde 88 g PB 28 mg Mn/kg;
  - o échantillon par coup de sonde 89 g PB 27 mg Mn/kg.

La durée du flux de produit farineux à l'entrée de la cellule d'attente avant la presse est de 5,5 minutes.

Les moyennes pour les échantillons 3 à 6 sont égales à: 88 g PB et 28 mg Mn/kg.

Teneurs prévues du mélange à base de maïs (92,2 % de maïs, et 3% de mélasse à 40 g PB et 25 mg Mn/kg):

$$\begin{aligned} \text{PB} &= (0,922 \times 86) + (0,03 \times 40) = 80,5 \text{ g/kg} \\ \text{Mn} &= (0,922 \times 4) + (0,03 \times 25) = 4,4 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

La teneur moyenne en PB et Mn du mélange à base de maïs se calcule comme suit:

$$\begin{aligned} \text{PB} &= (0,5/5,5 \times 160) + (0,5/5,5 \times 100) + (4,5/5,5 \times 88) = 95,6 \text{ g/kg} \\ \text{Mn} &= (0,5/5,5 \times 400) + (0,5/5,5 \times 60) + (4,5/5,5 \times 28) = 64,7 \text{ mg/kg} \end{aligned}$$

Les échantillons 1 et 2 ont circulé tous deux pendant 0,5 minutes sur un total de 5,5 minutes. Pour les échantillons 3 à 6, leur teneur moyenne est calculée. Ils ont circulé dans le circuit 5,5 minutes moins 2 x 0,5 minutes soit 4,5 minutes.

Le pourcentage de contamination ( $V_s$  %) se calcule donc comme suit:

$$V_s\% = \frac{\text{moyenne de la teneur du mélange maïs} - \text{teneur prévue du mélange maïs}}{\text{moyenne de la teneur du mélange soja granulés} - \text{teneur prévue du mélange maïs}} * 100$$

Les pourcentages de contamination (jusqu'à la cellule d'attente avant la presse) deviennent alors

$$\text{Pour la PB} = \frac{95,6 - 80,5}{420 - 80,5} * 100 = \frac{1510}{339,5} = 4,5 \%$$

$$\text{Pour le Mn} = \frac{64,7 - 4,4}{2006 - 4,4} * 100 = \frac{6030}{2001,6} = 3 \%$$

Le pourcentage de contamination à l'entrée de la cellule à produits finis granulés se calcule de la même façon.

Le pourcentage de contamination exprimé en PB se rapporte à l'aliment en tant que tel, à partir de l'installation de dosage.

Le pourcentage de contamination exprimé en Mn donne une indication de la contamination par les ingrédients contenus dans le prémélange.

### 2.2.2.8. **Mesure de l'homogénéité**

Pour pouvoir déterminer dans quelle mesure l'installation est apte à produire des mélanges homogènes, il faudra rassembler au moins 10 échantillons du mélange à base de soja, riche en Mn, et en analyser la teneur réelle en Mn. La répartition des teneurs en Mn de ces échantillons (déviations standard ou différence entre la valeur la plus haute et la plus basse) donne une idée de cette homogénéité.

Au cours du prélèvement des échantillons du mélange à base de soja, il est important d'échantillonner l'entièreté du flux du mélange. Puisqu'on ne sait généralement pas exactement combien de temps le flux de farines durera, il est souhaitable de prélever en tout état de cause un large nombre d'échantillons, dont cependant seule une partie (10) devra être analysée.

La mesure de l'homogénéité peut être réalisée à tous endroits de l'installation. Les échantillons rassemblés immédiatement après la mélangeuse donnent une bonne image du fonctionnement de celle-ci.

Les échantillons rassemblés ailleurs dans l'installation (mais après la mélangeuse) seront normalement moins homogènes que ceux pris immédiatement après la mélangeuse, ceci en raison du démixage et du phénomène de la contamination croisée. Puisque le mélange à base de soja, riche en Mn, est toujours fabriqué après la fabrication d'un aliment composé "normal", contenant donc nettement moins de Mn, les premiers échantillons du mélange à base de soja seront contaminés par quelques quantités de l'aliment composé précédent et contiendront donc moins de Mn. Les échantillons suivants seront à chaque fois moins contaminés par l'aliment composé normal et contiendront donc à chaque fois plus de Mn.

### 2.2.2.9. **Discussion des erreurs**

Le tableau 5 indique les teneurs en Mn et en protéine prévisibles dans le mélange à base de maïs en fonction de divers pourcentages de contamination. Ces données sont basées sur une teneur de 80 g PB et 5 mg Mn/kg dans le mélange à base de maïs (pur) et de 400 g PB et 1800 mg Mn/kg dans le mélange à base de soja.

<b>% de Contamination</b>	<b>0</b>	<b>1</b>	<b>3</b>	<b>5</b>	<b>10</b>	<b>15</b>
<b>Mn préexistant*</b>	5	5	5	5	5	5
provenant du mélange soja	0	18	54	92	180	270
<b>PB préexistante</b>	80	79,2	77,6	76	72	68
provenant du mélange soja	0	4	12	20	40	60
	80	83,2	89,6	96	112	128

Tableau 5: Effet du pourcentage de contamination sur la teneur en Mn et en protéine du mélange à base de maïs

\* = l'effet de la dilution est négligé

Sur base de la précision analytique de la détermination du Mn et de la PB, on peut estimer la précision probable de la mesure de la contamination.

La teneur moyenne en Mn des 6 échantillons à analyser du mélange à base de maïs est supposée se situer dans 95% des cas entre 95 et 105 % de la teneur réelle ; l'intervalle absolu pour les teneurs <60 mg/kg sera égal à l'intervalle à 60 mg/kg, soit +/- 3 mg/kg.

La teneur en Mn déterminée par analyse dans le mélange à base de soja est supposée diverger au maximum de 100 mg/kg de la teneur réelle.

La teneur en PB déterminée par analyse des 6 échantillons du mélange à base de maïs est supposée se situer dans 95 % des cas entre 99 et 101 % de leur teneur réelle, et la teneur mesurée par analyse du mélange à base de soja diffère de maximum 2 % de la teneur réelle.

Le tableau 6 indique les résultats des calculs. On peut en conclure que même des faibles pourcentages de contamination sont décelables avec une fiabilité raisonnable. Dans de tels cas l'analyse du Mn semble plus fiable par rapport à celui de la PB. En cas de forte contamination, par contre, c'est l'analyse de la protéine brute qui donne les meilleurs résultats par comparaison au Mn.

<b>Mélange à base de maïs</b>				
<b>Niveau de contamination</b>		<b>Calculé</b>	<b>Intervalle analytique</b>	<b>Pourcentage de contamination*</b>
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 base de 1800 mg Mn / kg mélange soja (variance 1700 - 1900, si faible teneur en Mn dans le mélange maïs, on présuppose haute teneur en Mn dans mélange soja, et inversement).				
		<b>Calculé</b>	<b>Intervalle analytique</b>	<b>Contamination %*</b>
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 base de 400 g PB/kg mélange soja (variance de 392 à 408 ; si faible teneur en PB dans le mélange maïs, on présuppose haute teneur en PB dans mélange soja, et inversement).				

Tableau 6 : Effet de la précision analytique sur le pourcentage de contamination à déterminer

### 3. Prémélanges

#### 3.1. Prescriptions pour la préparation des prémélanges

Les présentes prescriptions additionnelles ont pour but de mettre les fabricants d'aliments composés en mesure d'utiliser les prémélanges de telle façon que le niveau maximum de contamination ne soit jamais dépassé dans l'aliment composé.

La fabrication des prémélanges n'échappe pas au phénomène de la contamination par certains additifs. Afin d'éviter que les fabricants d'aliments composés ne dépassent les normes établies pour les additifs et les prémélanges médicamenteux, on a établi comme règle de base qu'au maximum 25 % du niveau de contamination dans les aliments composés peut provenir des prémélanges utilisés. Le niveau maximum de contamination dans les prémélanges sera calculé en fonction du dosage du prémélange prévu dans l'aliment composé. La contamination par des additifs peut apparaître via une voie directe ou indirecte.

##### Contamination directe :

Cette contamination peut être causée par l'utilisation d'un prémélange destiné à un aliment composé pour lequel un niveau maximum de contamination est fixé. Le fabricant de prémélanges veillera, grâce à son système d'autocontrôle à ce que pas plus de 25% du niveau maximal de contamination tolérable pour l'aliment composé ne puisse provenir du prémélange. Lorsque des charges dites de rinçage sont nécessaires, il faudra tenir compte du facteur multiplicateur pertinent, fixé pour le prémélange en question.

##### Contamination indirecte :

Afin d'arriver à de très faibles concentrations en additifs, imputables au niveau de contamination, dans leurs prémélanges, après la production de prémélanges, les fabricants de ces prémélanges devront produire d'abord un certain nombre de charges de rinçage. Cette charge de rinçage est susceptible de contenir encore une quantité de l'additif précédent telle, qu'il puisse créer des problèmes dans le cadre de niveaux maximaux de contamination dans l'aliment composé pour le fabricant d'aliment composés qui l'utiliserait.

Le problème est le suivant. Les fabricants d'aliments composés incorporent ces prémélanges dans des aliments composés qui ont pour fonction additionnelle de rincer leurs installations. Dans certains cas, la teneur d'un additif dans l'aliment composé est telle qu'elle dépasse le niveau maximal de contamination en raison de l'incorporation du prémélange et de l'influence de la contamination propre à l'installation du fabricant d'aliments composés. Partant du fait que les niveaux de contamination propres aux installations se situent régulièrement aux environs de 10 %, et tenant compte d'un facteur multiplicateur de 2, il y a lieu de prendre en considération un pourcentage de contamination de 20%.

Autrement dit, la teneur de chaque additif critique doit être diluée dans chaque charge par un facteur 5.

La règle qui dit que le quart (les 25%) du niveau maximal de contamination indiquée pour les aliments composés peut provenir du prémélange utilisé signifie, pour le fabricant de prémélanges, que tous les prémélanges fabriqués par lui doivent tenir compte de la dilution en question. Tous les prémélanges doivent pouvoir être utilisés dans une production de charge de rinçage, et la teneur de ces prémélanges peut être multipliée par un facteur 5.

Ceci signifie aussi que, lors de la fabrication des aliments composés, le niveau maximum pour ces prémélanges peut être égal à 1,25 fois ( $5 \times 0,25$ ) le niveau maximal de contamination admis pour cet aliment composé.

Cette règle ne souffre d'exceptions que dans le cas où il y a accord entre fabricant d'aliments composés et fabricant de prémélanges.

## 3.2. Procédure de contrôle pour la mesure de la contamination propre aux installations de production de prémélanges

### 3.2.1. Points de mesure pour la contamination et systématique

Les points de mesure pour la contamination et la façon dont on mesure la contamination et l'homogénéité dans les installations de production de prémélanges est identique à celle décrite en II. Aliments composés. Il faut porter l'attention nécessaire au traceur à utiliser et aux teneurs de ces traceurs (voir III.2.2).

### 3.2.2. Traceurs à utiliser

Les traceurs suivants peuvent être utilisés pour la mesure de la contamination dans les prémélanges :

- les mélanges à base de cobalt avec des concentrations en cobalt de minimum 200 mg/kg à atteindre dans la charge B. Sous condition d'une concentration en cobalt de 2000 mg/kg ou plus, le carbonate de cobalt pur est également utilisable.
- l'additif Salinomycine Sodium avec un facteur d'adhérence relative  $< 1$  à la dose d'au moins 3000 mg/kg dans la charge B.
- Le mélange Microtracer FSS est dosé à 10 ppm (0.5% mélange avec traceur à 2 kg/tonne prémélange à mélanger dans la charge B)

## 4. Facteurs multiplicateurs

Des tests ont été menés afin de déterminer les facteurs multiplicateurs de certains prémélanges médicamenteux et additifs mis sur le marché (voir définition au point I).

Ces tests sont réalisés, par le laboratoire TNO, à la demande des producteurs des additifs ou prémélanges médicamenteux (repris ci-dessous) et selon la méthode de l'adhérence relative aux parois (rapport TNO I-96-31006).

Les entreprises mettant sur le marché ces prémélanges médicamenteux et/ou ces additifs et disposant de résultats de tels tests peuvent les communiquer par courriel à OVOCOM ([info@ovocom.be](mailto:info@ovocom.be)). Après évaluation, ils seront intégrés dans ce document. Les entreprises restent responsables des résultats qu'elles communiquent à OVOCOM ainsi que de la communication d'une éventuelle actualisation de ceux-ci.

Les tableaux ci-dessous reprennent les données actuellement disponibles.

Comme précisé au point I de ce document, en absence de valeur disponible pour le facteur multiplicateur d'un prémélange médicamenteux ou d'un additif déterminé, une valeur de 3 doit être attribuée.

### 4.1. Prémélanges médicamenteux

Dénomination	Substance active en g/kg	Nom de la firme	N° d'enregistrement	Adhérence relative aux parois	Facteur multiplicateur
Apravet	Apramycine: 100	HUVEPHARMA NV	BE-V442023	0.4	1
<b>Aurofac 100 MG/G</b>	Chlorhydrate de chlortétracycline:	Pfizer-Animal Health SA	BE-V317213	0.13	1

Dénomination	Substance active en g/kg	Nom de la firme	N° d'enregistrement	Adhérence relative aux parois	Facteur multiplicateur
<b>Granular</b>	<b>100-g/kg</b>				
<b>Dokamox 100 MG/G</b>	Amoxicilline 100 g/kg (sous forme d'Amoxicilline trihydrate)	Laboratoires SOGEVAL	BE-V377404	0.27	1
<b>Doxyprex 100 MG / G Premix</b>	Doxycycline hyclate : 100 g/kg	INDUSTRIAL VETERINARIA SA (INVESA)	BE-V300982	1.8	2
<b>Doxyral 10% Premix</b>	Doxycycline hyclate Eq.Doxycycline 10%	Emdoka bvba	BE-V388245	0.6	1
<b>Flubenol 5% Premix</b>	Flubendazol 50 g/kg	Eli Lilly benelux NV Division Elanco Animal Health	BE-V315287 (pot) BE-V315253 (sac)	1.6	2
<b>Panacur 4%</b>	Fenbendazol : 40	Intervet	BE-V362275	1.4	2
<b>Pharmasin 20mg/g premix</b>	Tylosine (sous forme de tylosine phosphate) : 20 g/kg (2%)	HUVEPHARMA NV	FR/V/9830463 9/2010 <sup>(1)</sup>	0.6	1
<b>Pharmasin 100mg/g premix</b>	Tylosine (sous forme de tylosine phosphate) : 100 g/kg (10%)	HUVEPHARMA NV	BE-V337163 (sacs LDPE/papier)	0.5	1
<b>Pharmasin 250mg/g premix</b>	Tylosine (sous forme de tylosine phosphate): 250 g/kg (25%)	HUVEPHARMA NV	BE-V337172 (sacs papier) BE-V337181 (sacs PE/Alu/PET)	0.5	1
<b>Pigfen 40 mg/g Prémélange</b>	Fenbendazole : 40 g/kg	HUVEPHARMA NV	BE-V502382 (sac en papier)	0.7	1

<sup>1</sup> Ce prémélange médicamenteux n'est pas disponible pour le marché belge.

Dénomination	Substance active en g/kg	Nom de la firme	N° d'enregistrement	Adhérence relative aux parois	Facteur multiplicateur
			BE-V502391 (sac en PE /Al/PET)		
<b>Promycine 400</b>	Sulfate de colistine : 400000 UI/g	V.M.D. NV	BE-V325552	2	2,5
<b>Pulmotil 200 Premix</b>	Tilmicosine : 200	ELI LILLY	BE-V-V290927 (Multilayer) BE-V290936 (lamine)	0.9	1
<b>Rhemox Premix 100 MG/G</b>	Amoxicilline : 100 g/kg	INDUSTRIAL VETERINARIA SA (INVESA)	BE-V336944 (sacs thermoscellés en film complexe papier/aluminium/BE BD)	0.7	1
<b>Suramox 5% premix</b>	Amoxicilline : 50 g/kg (5%)	VIRBAC SA	BE-V375566	0.8	1
<b>Tilmovet 40 g/kg premix</b>	Tilmicosine : 40 g/kg (4%)	HUVEPHARMA NV	BE-V321517	0.5	1
<b>Tilmovet 100 g/kg premix</b>	Tilmicosine : 100 g/kg (10%)	HUVEPHARMA NV	BE-V321526 (sac en papier) BE-V321535 (sac avec valve d'aération)	0.7	1
<b>Tilmovet 200 g/kg premix</b>	Tilmicosine : 200 g/kg (20%)	HUVEPHARMA NV	BE-V321544 (sac en papier) BE-V321553 (sac avec valve d'aération) BE-V321562 (sac PET/Alu/PE)	0.7	1
<b>Tylan 100 VET Premix</b>	Phosphate de tylosine : 100	ELI LILLY	BE-V308874 (lamine)	0.2	1
<b>Vetmulin 100g/kg</b>	Fumarate d'hydrogène de	HUVEPHARMA NV	BE-V333453 (sac PE dans un sac)	0.6	1

Dénomination	Substance active en g/kg	Nom de la firme	N° d'enregistrement	Adhérence relative aux parois	Facteur multiplicateur
	tiamuline: 100 g/kg = 82 g de tiamuline/kg		en papier) BE-V333462 (sac PET/Alu/PE)		
<b>Zincoveto 100%</b>	<del>Oxyde de zine</del> 1000g/kg	<del>V.M.D.-NV</del>	<del>1030-T3-F20</del>	<del>0.7</del>	<del>1</del>

## 4.2. Additifs

Dénomination	N° d'enregistrement	Nom du responsable de la mise en circulation de l'additif	Adhérence relative aux parois	Facteur multiplicateur
Chlorhydrate de robenide 66 g/kg <b>(Cycostat 66 G)</b>	E 758 (5 1 758)	<del>Zoetis Belgium SA</del> <del>Pfizer Ltd.</del>	0.2	1
Lasalocide A Sodium 15 g/100 g <b>(Avatec 15% cc)</b> <b>(Avatec 150 G)</b>	E 763 (5 1 763)	<del>Zoetis Belgium SA</del> <del>Pfizer Ltd.</del>	0.4	1
Salinomycin sodium 120 g/kg <b>(SACOX 12%)</b> <b>(Sacox 120 microgranulate)</b>	<del>51766</del> <del>E-766</del>	Huvepharma NV	0.9	1
<del>Salinomycine sodium</del> <del>120 g/kg</del> <del><b>(KOKISAN 120G</b></del> <del><b>(12%))</b></del>	<del>E-766</del>	<del>KRKA d.d./AVEVE SA</del>	<del>0.5</del>	<del>1</del>
<del>Salinomycin sodium 120 g/kg</del>  <del><b>(Salinomax 120G)</b></del>	<del>E-766</del>	<del>Pfizer Ltd.</del>	<del>0.3</del>	<del>1</del>
Maduramicine-ammonium alfa 1 g/100 g <b>(Cygro 1%)</b>	E 770	<del>Zoetis Belgium SA</del> <del>Pfizer Ltd.</del>	0.8	1
Maduramicine-ammonium alfa 10 g/kg <b>(Cygro 10G)</b>	5 1 770	<del>Zoetis Belgium SA</del> <del>Pfizer Ltd.</del>	0.5	1
Décoquinate 60,6 g/kg <b>(Deccox)</b>	E 756	<del>Zoetis Belgium SA</del> <del>Pfizer Ltd.</del>	1.5	2
Diclazuril 0,5 g/100 g	E 771	Eli Lilly and Company Ltd	2.1	3



Dénomination	N° d'enregistrement	Nom du responsable de la mise en circulation de l'additif	Adhérence relative aux parois	Facteur multiplicateur
<b>(Clinacox 0,5 % Premix)</b>				
Diclazuril 0,2 g/100 g <b>(Coxiril 0,2 %)</b>	51775	Huvepharma NV	1.0	2
Halofuginone bromhydrate <del>6 g/kg</del> <b>(Stenerol)</b>	E 764	Huvepharma NV	0.2	1
Monensin-sodium <b>(Coxidin)-200</b> <b>microGranulate)</b>	5 1 701	Huvepharma NV Belgium	0.8	1
Narasin <del>100 g/kg</del> <b>(Monteban G 100)</b>	E 765	Elanco / Eli Lilly	0.5	1
Monensin-sodium <b>(Elancoban G 200)</b>	E 757	Elanco / Eli Lilly	0.7	1
Narasin Nicarbazine <b>(Maxiban G 160)</b>	E 772 (5 1 772)	Elanco / Eli Lilly	0.5 0.3	1