

## Règles techniques pour l'évaluation du niveau de transferts inter-lots entre aliments

Les exigences professionnelles et les réglementations européenne et française conduisent les fabricants d'aliments à mener des évaluations des transferts inter-lots sur leurs lignes de fabrication. Ces règles techniques reconnues par plusieurs référentiels, peuvent également s'appliquer aux fabricants de prémélanges d'additifs et de minéraux.

Ces transferts inter-lots sont des traces techniquement inévitables d'un produit subsistant dans la chaîne de production qui peuvent être transférées dans les lots suivants lors de leur production. Ils peuvent être aussi appelés « contaminations croisées » lorsqu'il s'agit de transfert de contaminants. L'objectif de la mise en œuvre de ces règles techniques est d'offrir un moyen de mesure qui ouvre la porte à une maîtrise de ces transferts et de la présence de ces traces.

Ces recommandations ont été établies sur la base :

- de paramètres reconnus comme ayant une influence sur les résultats ou leur interprétation,
- des résultats d'une étude bibliographique sur les transferts inter-lots entre aliments composés,
- des résultats et des observations obtenus à la suite des campagnes d'évaluations menées par la profession depuis 1999 en partenariat avec la DGAL

Des remarques et justifications techniques sont apportées sous la forme de renvois en fin de document, marqués par des exposants numérotés. D'autres sont données dans d'autres i'Tec (i'Tec\_T5, i'Tec\_T6, i'Tec\_T9, i'Tec\_T10). Les notions importantes sont soulignées.

Le respect de ces règles est une condition de la constitution d'une base de données des performances de la profession en la matière ainsi qu'une condition pour permettre une comparaison entre sites ou sur un même site dans le temps.

### 1. Objectif

Ces règles constituent une méthode de base qui conduit à évaluer le niveau de transferts inter-lots (TIL). Cette évaluation doit être réalisée conjointement à une analyse des dangers en matière de TIL. Cette analyse permet de préciser les conditions de réalisation en fonction de l'objectif visé. D'autre part, il s'agit ici de mesurer l'effet des

transferts vers les lots suivants; ce type de mesure ne permet pas d'apprécier les transferts ponctuels, accidentels ou aléatoires. Cette évaluation est l'un des éléments de surveillance des transferts sur un site.

### 2. Principe

Un lot correspond à une charge de mélangeur.

La méthode consiste à :

- Choisir un traceur et les conditions de son usage,
- Choisir un circuit entre l'incorporation du traceur et le point de prélèvement,
- Choisir et fabriquer des lots contenant le traceur réparti de façon homogène (lots traceurs),
- Choisir et fabriquer directement ensuite dans le même circuit<sup>1</sup> des lots sans traceur (lots collecteurs),
- Prélever des échantillons de ces lots,
- Traiter les échantillons,
- Déterminer la concentration de traceur dans les échantillons

### 3. Matériel

#### 3.1. Nature du traceur

Le traceur est sélectionné sur la base des critères suivants :

- Etre, si possible, utilisé par l'usine et choisi en rapport avec l'analyse des dangers
- Etre apporté uniquement par une seule source. Il doit donc être absent des autres ingrédients des lots traceurs et collecteurs.
- Etre incorporé à un taux suffisant pour que, compte tenu de son seuil de détection, il autorise la détection d'un transfert minimum de 0.5 %<sup>2</sup>.
- Etre analysé par une méthode exacte<sup>3</sup>, répétable<sup>4</sup>, sensible<sup>5</sup>, d'un faible seuil de quantification<sup>6</sup>, simple et d'un coût raisonnable<sup>7</sup>.
- Etre stable vis à vis du procédé de fabrication entre le lieu de son incorporation et le lieu de prélèvement.

Il peut être incorporé directement ou dispersé dans un support.

### 3.2. Nature des lots

Deux types de produits peuvent être utilisés selon l'objectif du test pratiqué :

- dans le cadre d'une évaluation de l'outil de production, un aliment composé représentatif de la production de l'usine concernée par le test pourra être utilisé,
- dans le cadre d'une investigation sur le procédé à des fins d'élaboration de mesures correctives, une matière première broyée ou un mélange de matières premières broyées, ayant des caractéristiques physiques définies, pourra être utilisé.

Il est recommandé d'avoir une même nature de lots traceurs et collecteurs afin de faciliter l'interprétation

### 3.3. Circuit

Le circuit est compris entre le point d'incorporation du traceur et le poste de prélèvement. Il est choisi selon l'analyse des dangers. Le même circuit doit être employé pour tous les lots et aucune modification ne doit y être apportée entre les lots. Le cas échéant, l'assurance de l'incorporation de produits au poste d'introduction du traceur doit être validée lors de la fabrication des lots collecteurs.

## 4. Méthode

### 4.1. Taille des lots

La taille des lots doit être représentative des pratiques de l'usine. Il est recommandé que les tailles des lots traceurs et collecteurs soient identiques<sup>8</sup>.

### 4.2. Nombre de lots

Au moins deux lots "traceurs" (T<sub>1</sub>, T<sub>2</sub>, ...T<sub>n</sub>) doivent être prévus pour passer consécutivement dans le circuit de fabrication jusqu'au point de prélèvement<sup>9</sup>.

Au moins deux<sup>10</sup> lots "collecteurs" (C<sub>1</sub>, C<sub>2</sub>, ..., C<sub>n</sub>) doivent être prévus pour passer consécutivement et juste après les lots traceurs dans le même circuit jusqu'au point de prélèvement.

Un rinçage peut être prévu entre les lots traceurs et collecteurs (il n'est alors pas considéré comme un lot collecteur s'il est d'usage dans les pratiques de l'usine). Le cas échéant, sa présence et son parcours devront être spécifiés.

### 4.3. Echantillonnage

#### 4.3.1. Lieu de prélèvement

Il doit permettre la réalisation des prélèvements avec fiabilité, rapidité et en toute sécurité pour les opérateurs. Il est préférable de prélever les échantillons dans un flux modéré de produit (< 70 t/h) sans modifier les conditions d'utilisation habituelles. Il est recommandé d'effectuer les prélèvements en entrée de boisseau de presse ou en entrée de cellule du poste de chargement<sup>11</sup>.

#### 4.3.2. Mode de réalisation des prélèvements

Le mode de prélèvement doit :

- permettre de prélever en toute sécurité,

- permettre d'obtenir des échantillons représentatifs du flux (Gy, 1996),
- permettre d'obtenir des échantillons de la taille désirée,
- être adapté au lieu de prélèvement.

Les précautions suivantes sont recommandées<sup>12</sup>:

- attacher le moyen de prélèvement à un point fixe hors du circuit.
- s'assurer de l'absence de pièces en mouvement dans la zone de prélèvement (boîtes 2 directions, trappes pneumatiques, godets d'élévateurs, ...)
- porter un masque et des lunettes en cas d'émission de poussières.

Il est recommandé de modifier le mode de pénétration dans le flux à chaque prélèvement.

#### 4.3.3. Nombre et taille des échantillons

L'objectif est de collecter 30 prélèvements du dernier lot traceur (T<sub>n</sub>) et de tous les lots collecteurs. Toute baisse du nombre d'échantillons sur les lots collecteurs et donc tout relâchement de la périodicité est en défaveur de la représentativité de l'essai et du niveau de TIL mesuré<sup>13</sup>.

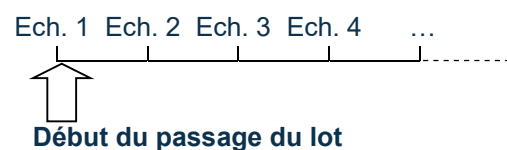
La taille des échantillons peut être comprise entre 100 et 1000 g avec un minimum de variation entre échantillons pour un même essai<sup>14</sup>.

#### 4.3.4. Périodicité

Elle est déterminée de la manière suivante :

- Mesurer le temps de passage du premier lot traceur au poste de prélèvement.
- Calculer la période entre deux prélèvements en divisant le temps de passage par le nombre d'échantillons à prélever plus 1 soit 31 pour 30 échantillons.

Pour prélever, au début du passage du lot, le chronomètre est déclenché simultanément avec le premier prélèvement :



Le début du lot est considéré comme effectif quand l'outil de prélèvement est totalement rempli lors d'une pénétration directe et franche dans le flux pendant une fraction courte de temps. La fin du lot est considérée comme effective quand l'outil de prélèvement n'est plus rempli pendant la même période de temps.

Les échantillons sont prélevés à chaque période et conditionnés dans l'ordre chronologique. Les prélèvements doivent être réalisés jusqu'à la fin du passage du lot marqué par une baisse significative du débit.

## 4.4. Réalisation des essais

### 4.4.1. Succession des lots dans le circuit de fabrication

Chacun des lots doit être géré comme un aliment différent<sup>15</sup>. À chaque fois qu'au cours de la fabrication une phase de stockage intermédiaire est réalisée (trémie sous mélangeur, trémie sur mélasses, boisseau de presse, boisseau d'expédition, ...), il est essentiel d'en attendre la vidange intégrale avant d'y expédier le lot suivant en respectant les pratiques industrielles habituelles. Le premier lot traceur permet de roder l'ensemble des manœuvres de transfert.

### 4.4.2. Collecte des données annexes

Ces données servent à l'interprétation des résultats :

- Les caractéristiques physiques du traceur et du produit,
- Le mode d'incorporation du traceur : le lieu d'incorporation, la concentration attendue dans l'aliment, le taux d'incorporation et la concentration du prémélange éventuel, la chronologie d'incorporation, ...
- les quantités de matières premières dosées (y compris mélasses, graisses, et autres liquides) avant le lieu de prélèvement,
- les caractéristiques de la ligne (marque, type, état, éventuellement la taille des matériels, ...),
- tous les renseignements concernant toutes les opérations se déroulant lors de l'essai entre l'incorporation du traceur et le lieu de prélèvement (mélassage, granulation, enrobage, ...).
- les modifications intervenues depuis l'essai précédent (matériel, méthode...),
- la ou les formules et les pesées (Journal de dosage)
- tout écart à la présente méthode.

### 4.4.3. Traitement des échantillons et analyses

Chaque échantillon élémentaire est homogénéisé et une partie aliquote représentative d'un poids équivalent et constant est prélevée. Les parties aliquotes du dernier lot traceur sont regroupées ensemble afin de constituer un seul échantillon global sauf si ce lot est employé pour un test d'homogénéité qui permet la détermination de sa concentration moyenne.

Les parties aliquotes des échantillons élémentaires d'un même lot collecteur sont regroupées et mélangées par groupe afin de constituer trois échantillons groupés :

- Groupe A : parties aliquotes des 2 premiers échantillons élémentaires.
- Groupe B : parties aliquotes des échantillons élémentaires intermédiaires (environ 22 échantillons).
- Groupe C : parties aliquotes des 6 derniers échantillons élémentaires.

Au cas où le nombre d'échantillons collecté est bien supérieur à 30 une répartition au prorata peut être adoptée (6/74/20 %).

L'analyse de la concentration en traceur est effectuée au laboratoire dans chacun des échantillons groupés ainsi constitués.

Le laboratoire traite chaque échantillon afin de pouvoir prélever en son sein une prise d'essai représentative. Ainsi, en cas de réalisation de l'analyse sur une prise d'essai de faible taille par rapport à celle des échantillons, il est recommandé de recourir à un broyage fin de la totalité de la masse de l'échantillon (sans destruction du traceur), puis à une ré-homogénéisation et enfin à une division pour mener à une taille de sous-échantillon aussi proche que possible de la taille de la prise d'essai.

Pour les faibles concentrations, une répétition d'analyse peut être nécessaire.

Des analyses de la masse volumique apparente et de la granulométrie des aliments peuvent également être réalisées afin de caractériser les conditions d'essais.

## 4.5. Expression et interprétation des résultats

La concentration moyenne d'un lot collecteur (CMC) est calculée par la formule suivante :

$$CMC = \frac{C_a \times 2 + C_b \times (n - 8) + C_c \times 6}{n}$$

n : Nombre total d'échantillons prélevés sur le lot collecteur correspondant

C<sub>a</sub> : Concentration en traceur dans l'échantillon groupé A

C<sub>b</sub> : Concentration en traceur dans l'échantillon groupé B

C<sub>c</sub> : Concentration en traceur dans l'échantillon groupé C

Les niveaux de transfert de chacun des échantillons groupés des lots collecteurs sont exprimés sous la forme d'un taux de transfert : Pourcentage calculé en fonction des concentrations respectives en traceur dans les lots collecteurs ramené à la concentration mesurée du dernier lot traceur.

Le taux moyen de transfert d'un lot collecteur (TMTC) peut être calculé par la formule suivante :

$$TMTC = 100 \times \frac{CMC}{CMT}$$

CMT : Concentration en traceur dans le dernier lot traceur obtenue par l'analyse de l'échantillon groupé de ce lot ou par la moyenne des résultats d'analyses d'un test d'homogénéité effectué sur ce lot

Dans tous les cas, la concentration du dernier lot traceur doit être comprise entre 70 et 110 % de la concentration attendue (ou 80 à 110 % dans le cas de la fabrication des aliments médicamenteux selon le BPFAM). La répartition du traceur dans le lot

traceur est supposée homogène, la validation de cette homogénéité ayant été effectuée par ailleurs. Les résultats obtenus par cette méthode doivent être évalués au regard :

- du profil d'évolution des taux de transfert au sein de chaque lots collecteurs et au fil des lots collecteurs (Courbe de décroissance),
- des pratiques de fabrication,
- des modalités de l'essai (lieu de prélèvement, traceur choisi, taille des lots, ...),
- du circuit de fabrication testé,
- des obligations du site industriel,
- de l'analyse des dangers réalisée.

La composition des trois échantillons groupés par lots collecteurs permet une approche du profil de transfert.

Les niveaux de transfert ou les concentrations doivent logiquement être décroissants dans l'ordre des lots.

## 5. Bibliographie

- Gy P. 1996. L'échantillonnage des lots de matières en vue de leur analyse. Ed. Masson, ISBN 2-225-85366-5, 148 p.
- i'Doc\_H2, 2000. Synthèse des travaux en vue de l'élaboration de règles techniques pour l'évaluation du niveau d'homogénéisation d'un mélange et du niveau de contaminations croisées entre aliments en alimentation animale.
- i'Doc\_T4, 2000. Enquête auprès des fabricants d'aliments composés sur leurs essais d'évaluation de l'homogénéité des mélanges et des taux de contaminations croisées. Tecaliman - 2000.
- i'Doc\_T6, 2002. Synthèse bibliographique sur les contaminations croisées en alimentation animale.
- i'Doc\_T7, 2003. Résultats d'essais industriels sur l'homogénéité et les contaminations croisées de 2000 à 2002
- i'Doc\_T13, 2008. Recherche de traceurs de mélange et de contaminations croisées
- i'Doc\_T15, 2010. Amélioration de la technique d'analyse et des modalités d'usage du microtraceur
- Rapport 4 : Essais industriels d'évaluation des niveaux de contaminations croisées. Tecaliman - 2000.
- l'Tec\_T5, 2002. Evaluation des contaminations croisées, de l'incorporation des additifs au chargement des produits finis
- l'Tec\_T6, 2003. Comparaison traceurs internes/traceurs externes
- l'Tec\_T9, 2005. Evolution des contaminations croisées d'aliments au cours de leur fabrication dans une usine à l'aide de deux traceurs

- l'Tec\_T10, 2011. Effet de la taille des lots sur les niveaux de transfert inter-lots

### Renvois

- 1 Sans prise en compte des descentes gravitaires
- 2 Par exemple, incorporation à 200 ppm et détection de 1 ppm
- 3 Exactitude de la mesure : étroitesse de l'accord entre le résultat d'un mesurage et une valeur vraie de la grandeur particulière soumise à mesurage. (Norme NF X 07-001).
- 4 Répétabilité des résultats : étroitesse de l'accord entre les résultats des mesurages successifs de la grandeur particulière soumise à mesurage, mesurages effectués dans la totalité des mêmes conditions de mesure. (Norme NF X 07-001).
- 5 Sensibilité : capacité à détecter de faibles variations en analyte (substance analysée). (Norme V 03-110).
- 6 Seuil de quantification : plus petite quantité d'un analyte à examiner dans un échantillon, pouvant être dosée dans les conditions expérimentales décrites dans la méthode avec une variabilité définie. (Norme V 03-110).
- 7 En raison du nombre d'analyses nécessaires.
- 8 Afin de faciliter la détermination des conditions d'essai et de la périodicité des prélèvements. Tecaliman a démontré que la variation de la taille des lots collecteurs par rapport aux lots traceurs avait peu d'incidence sur le niveau de TIL (l'Tec\_T10).
- 9 Afin d'obtenir une concentration du second lot traceur aussi proche que possible de la concentration attendue.
- 10 Afin de tester la ligne sur la pérennisation potentielle du transfert créé par le traceur choisi.
- 11 Les travaux de Tecaliman notamment les résultats donnés dans les fiches techniques n°42 et 58 montrent que les niveaux de transferts évoluent peu après l'entrée du boisseau de presse et que ce point de prélèvement est le plus aisé à solliciter dans une usine en limitant la distorsion des pratiques de fabrication.
- 12 Des difficultés de prélèvement apparaissent lors de grands débits, de la présence d'une aspiration importante, de la création de nuages de poussières, ou de la détection de la fin des lots.
- 13 La baisse du nombre d'échantillons favorise l'impact de ceux qui sont les plus concentrés dans la moyenne et donc maximise le niveau de transfert.
- 14 Il s'agit d'un compromis entre les contraintes de prélèvement, les coûts d'expédition et de traitement au laboratoire, la taille moyenne des rations alimentaires des animaux nourris par l'usine.
- 15 Prendre en compte la gestion des successions de lots et les automatismes prévus lors de successions entre lots réputés incompatibles.