



Technical Specifications

TS1.11 - Contrôle des résidus et de l'homogénéité

Version FR: 1 janvier 2022



Indice

1. CHAMP D'APPLICATION ET APPLICABILITÉ DU PRÉSENT DOCUMENT	3
2. CONTRÔLE DES RÉSIDUS	4
2.1. APPLICATION DES PRINCIPES HACCP	4
2.2. EXIGENCES SUPPLÉMENTAIRES POUR LE RINÇAGE	4
3. HOMOGENÉITÉ	6
APPENDIX 1 : CRITÈRES DE MESURE DE LA CONTAMINATION CROISÉE ET DE L'HOMOGENÉITÉ	7
APPENDIX 2 : LIMITES DE RÉSIDUS	10

1. Champ d'application et applicabilité du présent document

Ce document contient les exigences applicables à une entreprise certifiée GMP+ qui traite des additifs d'aliments pour animaux et/ou des médicaments vétérinaires critiques, concernant

- le contrôle des résidus
- l'homogénéité.

2. Contrôle des résidus

2.1. Application des principes HACCP

Une entreprise certifiée GMP+ doit définir des mesures de contrôle pour garantir que les résidus d'additifs d'aliments pour animaux et de médicaments vétérinaires critiques ne dépassent pas les limites fixées dans l'appendice 2.

Remarque : les mesures de contrôle possibles et souvent utilisées sont les suivantes :

- Utilisation de lignes de production et de transport dédiées sur un même site
- Rinçage/séquençage : voir le chapitre 2.2
- Nettoyage physique
- Une combinaison des mesures de contrôle susmentionnées.

Toute mesure ou combinaison de mesures visant à contrôler les résidus d'additifs d'aliments pour animaux/de médicaments vétérinaires critiques doit être validée :

- La validation des mesures de contrôle qui sont appliquées sur des lignes de production/transport non dédiées doit comporter l'analyse d'au moins deux échantillons représentatifs d'aliments pour animaux pour lesquels des limites de résidus sont fixées dans l'appendice 2.
- Lorsqu'elle utilise des lignes de production/transport dédiées, l'entreprise doit démontrer et documenter que les limites de résidus fixées dans l'appendice 2 ne sont pas dépassées.

L'efficacité continue des mesures de contrôle doit être surveillée au moins une fois par trimestre. Pour ce faire, on analyse, dans un échantillon représentatif, le niveau de résidus de l'additif d'aliments pour animaux ou du médicament vétérinaire critique traité.

Si l'entreprise traite plusieurs types d'additifs d'aliments pour animaux et/ou de médicaments vétérinaires critiques, ceux-ci doivent être analysés successivement.

Helpful tip:

Supposons que vous traitiez 6 coccidiostatiques différents. Vous incluez ces 6 coccidiostatiques dans le calendrier d'analyse : au 1^{er} trimestre, vous analysez les résidus du coccidiostatique A, au deuxième trimestre, les résidus du coccidiostatique B, etc. Après 6 trimestres (1 an et demi), vous avez analysé tous les coccidiostatiques concernés, et vous recommencez avec une analyse pour les résidus du coccidiostatique A.

L'analyse doit être effectuée par un laboratoire agréé comme tel (pour plus d'informations, consultez TS1.2 *Achat*).

2.2. Exigences supplémentaires pour le rinçage

Une mesure de contrôle couramment utilisée consiste à « nettoyer » l'installation de production en la rinçant avec des aliments pour animaux, juste après la production d'un aliment pour animaux dans lequel un additif d'aliments pour animaux ou un médicament vétérinaire critique est traité.

Les conditions suivantes s'appliquent :

- a. Le rinçage doit être effectué avec un volume défini et validé d'un aliment pour animaux. Cette taille de lot de rinçage correspond à la taille de lot utilisée dans la production quotidienne normale, à moins que l'entreprise ne démontre, sur la base de recherches spécifiques au site, qu'une taille de lot plus petite permet un nettoyage suffisant. La validation doit inclure l'analyse d'au moins 2 échantillons représentatifs.
- b. Une matière première des aliments pour animaux utilisée pour le rinçage doit être soigneusement manipulée et traitée par la suite, de manière à respecter toutes les réglementations légales et à éviter tout problème de sécurité des aliments pour animaux. Cela doit être étayé par une analyse des risques.
- c. Lorsqu'il est introduit sur le marché, l'aliment pour animaux utilisé pour le rinçage doit être conforme à la législation applicable. Dans tous les cas, les teneurs en additifs d'aliments pour animaux/médicaments vétérinaires critiques (appendice 2) ne doivent pas être dépassées.
- d. Si le rinçage de l'installation s'effectue selon une séquence de production calculée en fonction du pourcentage de contamination croisée mesuré, la vérification périodique de l'efficacité (exigée au chapitre 2.1) peut être réduite de 50 %, à condition que la méthode utilisée pour mesurer la contamination croisée soit conforme aux critères de l'appendice 1.
- e. Pour choisir la méthode de rinçage, l'entreprise tient compte de la législation nationale relative aux aliments pour animaux, y compris l'interprétation par les autorités compétentes.

Toute dérogation aux conditions susmentionnées doit être justifiée et documentée.

 **Helpful tip:**

Il est préférable de procéder à un rinçage au moyen d'une séquence de production calculée en fonction du pourcentage de contamination croisée mesuré.

3. Homogénéité

Chaque mélangeur, dans lequel sont produits des mélanges secs contenant des additifs d'aliments pour animaux ou des médicaments vétérinaires critiques, doit être testé pour démontrer son efficacité en matière d'homogénéité. La méthode utilisée pour mesurer l'homogénéité doit être conforme aux critères fixés dans l'appendice 1. Selon la méthode utilisée, les résultats doivent être interprétés en fonction des limites indiquées dans les tableaux suivants :

Détermination de l'homogénéité au moyen de méthodes directes

Probabilité p	Évaluation
$p \leq 1 \%$	Insuffisante
$1 \% < p < 5 \%$	Écart probablement significatif. Aucune déclaration sans ambiguïté ne peut être faite. Le test doit être répété.
$p \geq 5 \%$	Bonne homogénéité

Détermination de l'homogénéité au moyen de méthodes indirectes

Coefficient de variation (CV)	Évaluation
$CV \leq 8 \%$	Bonne homogénéité
$8 \% < CV < 12 \%$	Homogénéité acceptable
$CV \geq 12 \%$	Insuffisante

Si l'homogénéité du mélange est évaluée comme insuffisante, l'entreprise certifiée GMP+ doit procéder à une analyse des causes racines, prendre des mesures correctives et effectuer un nouveau test d'homogénéité afin de vérifier que les mesures prises permettent d'obtenir une homogénéité suffisante.

Appendix 1 : Critères de mesure de la contamination croisée et de l'homogénéité

Le tableau ci-dessous donne les critères minimaux pour mesurer la contamination croisée¹ et l'homogénéité. Il peut y avoir un certain chevauchement entre les méthodes de mesure de la contamination croisée et de l'homogénéité. C'est pourquoi beaucoup d'entreprises combinent la mesure de la contamination croisée et de l'homogénéité. Notez que la combinaison de ces deux mesures n'est pas une obligation.

Dans certains pays, des exigences particulières pour mesurer le niveau de contamination croisée et l'homogénéité sont fixées dans la législation. Ces méthodes de mesure sont acceptées.

Tableau explicatif ci-dessous :

Dans certains cas, différents critères sont mentionnés (par exemple, la méthode de mesure), mais si le critère est le même pour la contamination croisée et l'homogénéité, il n'y a pas de séparation dans le tableau (par exemple, traceur).

	Homogénéité	Contamination croisée
Méthode de mesure <i>Voir les conseils utiles 1, 2 et 3</i>	<ul style="list-style-type: none"> • La mesure de l'homogénéité est déterminée statistiquement, en utilisant des méthodes directes ou indirectes. <ul style="list-style-type: none"> ◦ Les méthodes directes sont basées sur le comptage des particules. L'application de ces méthodes conduit à des résultats d'analyse, qui sont analysés comme des distributions de Poisson. L'homogénéité est exprimée en termes de probabilité (p). ◦ Les méthodes indirectes sont basées sur la détermination de la concentration d'une substance. L'application de ces méthodes conduit à des résultats d'analyse, qui sont considérés comme des distributions normales. L'homogénéité est donnée par le coefficient de variation (CV). 	<ul style="list-style-type: none"> • Le test doit mesurer le niveau de contamination croisée de toutes les parties pertinentes de l'ensemble du processus de production, depuis l'ingestion d'additifs d'aliments pour animaux et/ou de médicaments vétérinaires critiques jusqu'au conditionnement des aliments pour animaux ou au chargement pour la livraison. • Le test doit pouvoir mesurer au moins un niveau de contamination croisée de 1 % pour les aliments composés, et de 0,5 % pour les prémélanges.

1. Notez que la norme GMP+ n'oblige pas les entreprises certifiées à mesurer le niveau de contamination croisée (chapitre 2.2) d'une installation de production. Mais si ce niveau est mesuré, la méthode utilisée doit satisfaire aux critères énoncés dans ce tableau.

	Homogénéité	Contamination croisée
Fréquence	La contamination croisée et l'homogénéité doivent être mesurées lors de la première utilisation d'une installation et remesurées après une modification significative de l'installation.	
	En outre, au moins tous les 4 ans.	En outre, au moins tous les 2 ans.
Traceur <i>Voir le conseil utile 1</i>	<ul style="list-style-type: none"> Est approprié et détectable avec une précision suffisante à de faibles niveaux, et stable pendant les étapes de production Un seul ingrédient (le traceur lui-même) doit contribuer à la concentration du traceur dans les lots de test, sauf si la contribution d'autres ingrédients à la concentration du traceur est connue et limitée Lorsque les traceurs sont des particules, ils doivent être détectables visuellement et de préférence colorés <p><u>Remarque</u> : les macro-éléments (par exemple Ca, Na) ne sont pas autorisés pour mesurer la contamination croisée et l'homogénéité des mélanges contenant des additifs d'aliments pour animaux/médicaments vétérinaires critiques.</p>	
Prélèvement d'échantillons et analyse	<ul style="list-style-type: none"> Chaque échantillon doit contenir une quantité suffisante pour effectuer les analyses nécessaires (y compris les nouveaux tests). Le nombre d'échantillons permettant de mesurer la contamination croisée et l'homogénéité avec la précision souhaitée doit être adapté à la méthode et à la taille du lot. Le nombre minimum d'échantillons est de 10. Les échantillons doivent être correctement étiquetés. L'analyse doit être effectuée par un laboratoire agréé comme tel (pour plus d'informations, consultez TS1.2 <i>Achat</i>) 	
	<ul style="list-style-type: none"> Le prélèvement d'échantillons doit avoir lieu dans le mélangeur (à des endroits prédéfinis et répartis uniformément sur le mélangeur) ou à intervalles réguliers pendant la vidange du mélangeur. 	<ul style="list-style-type: none"> Pour chaque lot, les échantillons doivent représenter l'ensemble du lot et sont prélevés à intervalles réguliers à la fin de la ligne de production.
Paramètres du processus	<ul style="list-style-type: none"> Le taux de remplissage, le temps de mélange, etc. doivent correspondre aux circonstances normales de production. 	<ul style="list-style-type: none"> Les lots de test (lot traceur et lot de contamination croisée) doivent être fabriqués selon les pratiques normales de fabrication des aliments pour animaux de l'établissement, par exemple : taille des lots, acheminement et séquence de dosage des ingrédients.
Rapport	<ul style="list-style-type: none"> Les performances et les résultats des mesures doivent être conservés comme informations documentées. 	

 **Helpful tip:**

Utilisez autant que possible un seul type de traceur/méthode pour effectuer de meilleures comparaisons avec les tests précédents.

⊕ Helpful tip:

Le traceur doit suivre le même chemin que les additifs d'aliments pour animaux et/ou les médicaments vétérinaires critiques dans l'installation.

⊕ Helpful tip:

Les documents de support GMP+ contiennent des descriptions plus détaillées des méthodes de mesure de la contamination croisée et de l'homogénéité (voir S9.14 *Méthodes de mesure de la contamination croisée et de l'homogénéité des additifs d'aliments pour animaux et des médicaments vétérinaires critiques*).

Appendix 2 : Limites de résidus

Le tableau suivant indique les limites de résidus pour les additifs d'aliments pour animaux/ médicaments vétérinaires critiques.

Additifs d'aliments pour animaux critiques (coccidiostatiques)	Aliments pour animaux	Teneur maximale en mg/kg (ppm) par rapport à un aliment pour animaux ayant une teneur en humidité de 12 %
Lasalocide A sodium	Matières premières des aliments pour animaux	1,25
	Aliments composés pour : <ul style="list-style-type: none"> <li data-bbox="416 725 1091 831">• chiens, veaux, lapins, équidés, bétail laitier, oiseaux pondeurs, dindes (> 16 semaines) et poulettes destinées à la ponte (> 16 semaines) <li data-bbox="416 837 1091 981">• poulets d'engraissement, poulettes destinées à la ponte (< 16 semaines) et dindes (< 16 semaines) pendant la période précédant l'abattage durant laquelle l'utilisation de lasalocide A sodium est interdite (aliments de retrait) <li data-bbox="416 987 1091 1115">• faisans, pintades, cailles et perdrix (à l'exception des oiseaux pondeurs) pendant la période précédant l'abattage durant laquelle l'utilisation de lasalocide A sodium est interdite (aliments de retrait) <li data-bbox="416 1099 1091 1137">• autres espèces animales 	1,25 1,25 1,25 3,75
	Prémélanges entrant dans la composition d'aliments pour animaux dans lesquels l'utilisation de lasalocide A sodium n'est pas autorisée.	(1)
	Narasine	Matières premières des aliments pour animaux
Aliments composés pour : <ul style="list-style-type: none"> <li data-bbox="416 1339 1091 1400">• dindes, lapins, équidés, oiseaux pondeurs et poulettes destinées à la ponte (> 16 semaines) <li data-bbox="416 1406 1091 1451">• autres espèces animales 		0,7 2,1
Prémélanges entrant dans la composition d'aliments pour animaux dans lesquels l'utilisation de narasine n'est pas autorisée.		(1)
Salinomycine sodium	Matières premières des aliments pour animaux	0,7
	Aliments composés pour : <ul style="list-style-type: none"> <li data-bbox="416 1653 1091 1713">• équidés, dindes, oiseaux pondeurs et poulettes destinées à la ponte (> 12 semaines) <li data-bbox="416 1720 1091 1861">• poulets d'engraissement, poulettes destinées à la ponte (< 12 semaines) et lapins d'engraissement pendant la période précédant l'abattage durant laquelle l'utilisation de salinomycine sodium est interdite (aliments de retrait) 	0,7 0,7 2,1

1. La teneur maximale de l'additif d'aliments pour animaux/du médicament vétérinaire dans le prémélange ne doit pas aboutir à une teneur en cet additif d'aliments pour animaux/ce médicament vétérinaire supérieure à 50 % des teneurs maximales établies dans les aliments pour animaux lorsque les instructions d'utilisation du prémélange sont respectées.

Additifs d'aliments pour animaux critiques (coccidiostatiques)	Aliments pour animaux	Teneur maximale en mg/kg (ppm) par rapport à un aliment pour animaux ayant une teneur en humidité de 12 %
	<ul style="list-style-type: none"> autres espèces animales 	
	Prémélanges entrant dans la composition d'aliments pour animaux dans lesquels l'utilisation de salinomycine sodium n'est pas autorisée.	(¹)
Monensine sodium	Matières premières des aliments pour animaux	1,25
	Aliments composés pour : <ul style="list-style-type: none"> équidés, chiens, petits ruminants (ovins et caprins), canards, bovins, bétail laitier, oiseaux pondeurs, poulettes destinées à la ponte (> 16 semaines) et dindes (> 16 semaines) 	1,25
	<ul style="list-style-type: none"> poulets d'engraissement, poulettes destinées à la ponte (< 16 semaines) et dindes (< 16 semaines) pendant la période précédant l'abattage durant laquelle l'utilisation de monensine sodium est interdite (aliments de retrait) 	1,25
	<ul style="list-style-type: none"> autres espèces animales 	3,75
	Prémélanges entrant dans la composition d'aliments pour animaux dans lesquels l'utilisation de monensine sodium n'est pas autorisée.	(¹)
Semduramicine sodium	Matières premières des aliments pour animaux	0,25
	Aliments composés pour : <ul style="list-style-type: none"> oiseaux pondeurs et poulettes destinées à la ponte (> 16 semaines) 	0,25
	<ul style="list-style-type: none"> poulets d'engraissement pendant la période précédant l'abattage durant laquelle l'utilisation de semduramicine sodium est interdite (aliments de retrait) 	0,25
	<ul style="list-style-type: none"> autres espèces animales 	0,75
	Prémélanges entrant dans la composition d'aliments pour animaux dans lesquels l'utilisation de semduramicine sodium n'est pas autorisée.	(¹)
Maduramicine ammonium alpha	Matières premières des aliments pour animaux	0,05
	Aliments composés pour : <ul style="list-style-type: none"> équidés, lapins, dindes (> 16 semaines), oiseaux pondeurs et poulettes destinées à la ponte (> 16 semaines) 	0,05
	<ul style="list-style-type: none"> poulets d'engraissement et dindes (< 16 semaines) pendant la période précédant l'abattage durant laquelle l'utilisation de maduramicine ammonium alpha est interdite (aliments de retrait) 	0,05
	<ul style="list-style-type: none"> autres espèces animales 	0,15
	Prémélanges entrant dans la composition d'aliments pour animaux dans lesquels l'utilisation de maduramicine ammonium alpha n'est pas autorisée.	(¹)
Chlorhydrate de robénidine	Matières premières des aliments pour animaux	0,7

Additifs d'aliments pour animaux critiques (coccidiostatiques)	Aliments pour animaux	Teneur maximale en mg/kg (ppm) par rapport à un aliment pour animaux ayant une teneur en humidité de 12 %
	Aliments composés pour : <ul style="list-style-type: none"> • oiseaux pondteurs et poulettes destinées à la ponte (> 16 semaines) • poulets d'engraissement, lapins d'engraissement, lapins reproducteurs et dindes pendant la période précédant l'abattage durant laquelle l'utilisation de chlorhydrate de robénidine est interdite (aliments de retrait) • autres espèces animales 	0,7 0,7 2,1
	Prémélanges entrant dans la composition d'aliments pour animaux dans lesquels l'utilisation de chlorhydrate de robénidine n'est pas autorisée.	(1)
Décoquinate	Matières premières des aliments pour animaux	0,4
	Aliments composés pour : <ul style="list-style-type: none"> • oiseaux pondteurs et poulettes destinées à la ponte (> 16 semaines) • autres espèces animales 	0,4 1,2
	Prémélanges entrant dans la composition d'aliments pour animaux dans lesquels l'utilisation de décoquinate n'est pas autorisée	(1)
Bromhydrate d'halofuginone	Matières premières des aliments pour animaux	0,03
	Aliments composés pour : <ul style="list-style-type: none"> • oiseaux pondteurs, poulettes destinées à la ponte et dindes (> 12 semaines) • poulets d'engraissement et dindes (< 12 semaines) pendant la période précédant l'abattage durant laquelle l'utilisation de bromhydrate d'halofuginone est interdite (aliments de retrait) • autres espèces animales 	0,03 0,03 0,09
	Prémélanges entrant dans la composition d'aliments pour animaux dans lesquels l'utilisation de bromhydrate d'halofuginone n'est pas autorisée.	(1)
Nicarbazine	Matières premières des aliments pour animaux	1,25
	Aliments composés pour : <ul style="list-style-type: none"> • équidés, oiseaux pondteurs et poulettes destinées à la ponte (> 16 semaines) • autres espèces animales 	1,25 3,75
	Prémélanges entrant dans la composition d'aliments pour animaux dans lesquels l'utilisation de nicarbazine (associée à la narasine) n'est pas autorisée.	(1)
Diclazuril	Matières premières des aliments pour animaux	0,01
	Aliments composés pour : <ul style="list-style-type: none"> • oiseaux pondteurs, poulettes destinées à la ponte (> 16 semaines) 	0,01

Additifs d'aliments pour animaux critiques (coccidiostatiques)	Aliments pour animaux	Teneur maximale en mg/kg (ppm) par rapport à un aliment pour animaux ayant une teneur en humidité de 12 %
	<ul style="list-style-type: none"> • lapins d'engraissement et lapins reproducteurs pendant la période précédant l'abattage durant laquelle l'utilisation du diclazuril est interdite (aliments de retrait). • autres espèces animales autres que les poulettes destinées à la ponte (< 16 semaines), les poulets d'engraissement, les pintades et les dindes d'engraissement. 	0,01 0,03
	Prémélanges entrant dans la composition d'aliments pour animaux dans lesquels l'utilisation de diclazuril n'est pas autorisée.	(1)
<p>Pour les autres additifs d'aliments pour animaux critiques²</p> <ul style="list-style-type: none"> • qui sont délibérément ajoutés aux aliments pour animaux dans l'intention d'influencer les performances, la production ou la santé de l'animal, et • que l'on trouve dans les produits animaux (viande, lait ou œufs), et qui peuvent être nocifs lorsqu'ils sont consommés par l'homme, et • pour lesquels, par la suite, un délai d'attente a été défini. <p>)</p>	Aliments pour animaux	Pourcentage max. (%)

2. Les « autres additifs d'aliments pour animaux critiques » sont des produits :

Additifs d'aliments pour animaux critiques (cocciostatiques)	Aliments pour animaux	Teneur maximale en mg/kg (ppm) par rapport à un aliment pour animaux ayant une teneur en humidité de 12 %
	Tous les aliments pour animaux non cibles destinés aux animaux producteurs de denrées alimentaires	1 % de la teneur max., qui est approuvée pour le mélange dans des aliments pour animaux ⁽³⁾
	Tous les autres aliments pour animaux non cibles	3 % de la teneur max., qui est approuvée pour le mélange dans des aliments pour animaux ⁽³⁾
Médicaments vétérinaires ⁽⁴⁾	Aliments pour animaux	Pourcentage max. (%)
	Tous les aliments pour animaux non cibles	1 % de la teneur max., qui est prescrite pour le mélange dans des aliments pour animaux ⁽³⁾

3. Les entreprises certifiées sont autorisées à s'écarter de cette teneur maximale si la législation nationale le permet et lorsque les aliments pour animaux sont introduits sur le marché local. Si la législation nationale exige des limites maximales plus strictes, il faut également en tenir compte.

4. Exemples : antibiotiques, anthelminthique

Risk Management tools

Tout ceci fait beaucoup d'informations à digérer, et on peut se demander quelle sera la prochaine étape. Heureusement, nous pouvons offrir un soutien à la communauté GMP+ dans ce domaine. Nous fournissons un soutien au moyen de divers outils et guides, mais étant donné que chaque entreprise a une responsabilité partagée en matière de sécurité alimentaire, nous ne pouvons pas proposer de solutions sur mesure. Nous vous aidons cependant en expliquant les exigences et en fournissant des informations de base sur les exigences.

Nous avons élaboré divers documents de soutien pour la communauté GMP+. Ceux-ci comprennent différents outils, allant de la foire aux questions (FAQ) aux webinaires et aux événements.

Documents de support liés à ce document (directives et FAQ)

Nous avons mis à disposition des documents qui donnent des indications sur les exigences GMP+ telles que définies dans le module GMP+ FSA et GMP+ FRA. Ces documents donnent des exemples, des réponses à des questions fréquemment posées ou des informations générales.

Où trouver plus d'informations sur les « Risk Management tools » de GMP+ International ?

Fiches d'information

Plus d'informations: [GMP+ Platform](#)

Liste des produits

Plus d'informations: [GMP+ Platform](#)

Évaluation des risques

Plus d'informations: [GMP+ Platform](#)

GMP+ Monitoring database

Plus d'informations: [GMP+ Monitoring database](#)

Documents de support

Plus d'informations: [Support documents](#)

We enable every company in the feed chain to take responsibility for safe and sustainable feed.

GMP+ International

Braillelaan 9

2289 CL Rijswijk

The Netherlands

t. +31 (0)70 – 307 41 20 (Office)

+31 (0)70 – 307 41 44 (Help Desk)

e. info@gmpplus.org

Clause de non-responsabilité:

Cette publication a été créée en anglais et traduite dans plusieurs langues. En cas de conflit d'interprétation ou de divergence entre la langue anglaise et toute autre langue, la langue anglaise prévaudra.

© GMP+ International B.V.

L'objet d'un accord écrit préalable de la part de GMP+ International B.V. Tous droits réservés.

Les informations contenues dans ce document peuvent être consultées sur un ordinateur, téléchargées et imprimées à condition d'être utilisées à des fins personnelles et non commerciales. Toute utilisation hors de ce cadre doit faire.