

## Résidus et contaminants des denrées alimentaires : 25 ans de progrès dans leur analyse

### V. CONCLUSIONS

HUINS G.<sup>1</sup>, MAGHUIN-ROGISTER G.<sup>2</sup>

1. Direction générale Politique de Contrôle, Agence fédérale de sécurité de la chaîne alimentaire (AFSCA), Boulevard Simon Bolivar, 30, 1000 Bruxelles
2. Laboratoire d'Analyse des Denrées alimentaires (LADA), Centre d'Analyse des Résidus en Traces (CART), Département des Sciences des Denrées alimentaires, Faculté de Médecine vétérinaire, Université de Liège, Boulevard de Colonster, 20 - bât. B43b, 4000 Liège

Texte d'une conférence donnée le 11 mai 2005 dans le cadre de la célébration des 25 ans d'existence du Laboratoire d'Analyse des Denrées alimentaires, de l'Université de Liège. Les diapositives des exposés sont disponibles sur le site de la section Wallonie-Bruxelles de la WAVFH (World Association of Veterinary Food Hygienists) : <http://www.wavfh.ulg.ac.be/>

Correspondance : Prof. G. MAGHUIN-ROGISTER - [g.maghuin@ulg.ac.be](mailto:g.maghuin@ulg.ac.be)

**RESUME** : La Belgique a connu une évolution importante de sa législation en rapport avec les denrées alimentaires ainsi que des autorités compétentes et les services d'inspection. Les laboratoires chargés du contrôle des résidus et des contaminants ont été réorganisés. L'évolution des résultats des contrôles en matière de résidus et de contaminants est décrite. Le nombre d'échantillons non conformes a considérablement diminué au cours du temps probablement suite à l'instauration des statuts H et R. Néanmoins si on peut se réjouir des progrès réalisés au niveau analytique, il faut être conscient que ces progrès ont des effets pervers lorsqu'il s'agit de substances interdites (ex. : colorant Soudan Rouge, semicarbazide pris comme métabolite marqueur de nitrofuranne dans les œufs) et que les limites d'action pour ces substances n'ont probablement pas de justification toxicologique. En ce qui concerne la détection des substances prohibées, des progrès restent à réaliser car on suspecte en effet une utilisation de substances non encore identifiées à ce jour. Les nouvelles méthodes biologiques de dépistage basées sur l'utilisation de « récepteurs » devraient jouer un rôle positif dans la solution de ce problème.

### INTRODUCTION

Dans son document de 2003 intitulé « Garantir la sécurité sanitaire et la qualité des aliments : directives pour le renforcement des systèmes nationaux de contrôle alimentaire », l'Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture (FAO) décrit les éléments indispensables à l'élaboration d'un système de contrôle alimentaire adéquat : une législation alimentaire cohérente, un service d'inspection avec un personnel bien formé, des laboratoires d'analyse efficaces ainsi qu'un service de soutien en formation

et en communication (Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture et Organisation mondiale de la Santé, 2003).

En Belgique, tous ces éléments sont réunis :

#### la législation alimentaire

Depuis la publication du livre blanc sur la sécurité alimentaire et avec la publication de la General Food Law ([http://ec.europa.eu/food/food/foodlaw/index\\_fr.htm](http://ec.europa.eu/food/food/foodlaw/index_fr.htm)), l'Europe tend à générer des réglementations non pas avec des critères précis à respecter,

mais plutôt avec des objectifs à atteindre. Ces réglementations laissent la liberté aux Etats membres de définir eux-mêmes un certain nombre d'exigences concernant les opérateurs. Ceux-ci ont, eux, une obligation de résultats, notamment concernant la sécurité de leurs produits, mais pas une obligation de moyens. C'est ce que l'on observe actuellement avec le « paquet hygiène » (Règlements CE/852/2004 et CE/853/2004).

#### Les services d'inspection

La Belgique dispose maintenant d'un

service de contrôle unique, l'Agence fédérale pour la Sécurité de la Chaîne alimentaire (AFSCA), qui résulte de la fusion des services compétents des Ministères de l'Agriculture et de la Santé publique. Ce n'est pas le cas d'autres pays européens tels que la France, l'Allemagne ou l'Espagne qui doivent assurer une coordination efficace de plusieurs autorités compétentes.

### Les laboratoires d'analyse

L'Agence devait disposer de ses propres laboratoires afin d'assurer son indépendance, sa réactivité et lui permettre de gérer au mieux les délais d'analyse en cas de crise. Ce n'était pas le cas en 1999, lors de la « crise de la dioxine », au cours de laquelle les analyses ont été réalisées par un laboratoire étranger. Les résultats n'ont été disponibles qu'après plusieurs semaines et les autorités du pays avaient été informées avant les responsables belges.

Cinq laboratoires font maintenant partie intégrante de l'Agence, ils réalisent plus de 80.000 analyses par an (70 % du nombre total d'analyses). En outre, l'Agence peut également faire appel à 70 laboratoires privés ou facultaires ainsi qu'aux laboratoires des associations de lutte contre les maladies : DGZ (Dierengezondheidszorg) et ARSIA (Association régionale de Santé et d'Identification animales). Les laboratoires sont tous agréés et accrédités et participent régulièrement à des tests interlaboratoires qui assurent leur maintien à un niveau d'expertise adéquat.

### Service de soutien en formation et en communication

L'AFSCA a également énormément investi dans le domaine de la communication, elle se veut transparente et assure un dialogue constant avec les consommateurs.

### Résultats des contrôles réalisés en 2004

L'Agence joue un rôle préventif en réalisant un monitoring des denrées alimentaires d'origine animale quant à la présence de résidus de médicaments vétérinaires et de contaminants chimiques.

Des prélèvements sont réalisés à la

ferme, sur les animaux vivants afin de détecter l'utilisation de substances interdites telles que les stimulateurs de production, le chloramphénicol, les nitrofurannes... L'année passée, 3862 échantillons ont été analysés et seuls 2 résultats non conformes ont été observés (voir table I) (Agence fédérale pour la Sécurité de la Chaîne alimen-

taire, 2006). Au cours des dernières années, le problème des hormones a peu à peu disparu de la « une » de l'actualité.

D'autres contrôles ont également été réalisés en cas de suspicion d'utilisation de substances interdites.

Lorsqu'un résultat positif est observé des sanctions sont prises et un statut H

**Table I.** Résultats des contrôles préventifs sur animaux vivants effectués en 2004 sur un total de 3.862 échantillons

Espèce animale	nombre d'échantillons	nombre de résultats positifs
BOVINS	2193	1 (hormone)
VEAUX	331	1 (corticostéroïde)
PORCS	1195	0
VOLAILLES	128	0
OVINS	15	0

**Table II.** Evolution des statuts H et R

	Statut H		Statut R	
	Bovins	Porcs	Bovins	Porcs
2001	6	1	11	36
2002	5	3	38	24
2003	7	1	31	14
2004	6 (5 hormones et/ou corticostéroïdes, 1 bêta-agoniste)	1 (tranquillisant)	18	3

**Table III.** Résidus et contaminants dans les viandes de boucherie

Espèce animale	Echantillons ciblés		Echantillons suspects	
	N	N non conformes	N	N non conformes
Bovins	2.428	Antibiotique : 1 AINS : 1 Corticostéroïde : 1 Plomb : 1	313	Antibiotiques : 24 Corticostéroïdes : 10 AINS : 11 Bêta-bloquant : 1 PCB : 2 Anthelminthique : 1
Veaux	879	Antibiotique : 1	66	AINS : 1
Porcs	5.882	Antibiotiques : 6 Tranquillisants : 3	61	AINS : 1
Ovins	96	Dioxines : 1	9	Anthelminthiques : 9
Chevaux	101	0	1	AINS : 1

*N = nombre d'échantillons analysés*

*N non conformes = nombre d'échantillons non conformes*

*AINS : Anti-inflammatoires non stéroïdiens*

ou R est alors attribué (table II). Ces sanctions sont extrêmement dissuasives et ont grandement contribué à la diminution des cas de fraudes en matière d'hormones. Le nombre de statuts H attribués est donc limité tandis que le nombre de statut R est faible compte tenu du nombre d'exploitations belges.

De nombreuses analyses ont été réalisées en aval, à l'abattoir, sur les carcasses d'animaux. La table III montre la répartition et les résultats des prélèvements réalisés, par espèce, pour les échantillons prélevés dans le cadre du monitoring (échantillons ciblés) et pour les échantillons prélevés en cas de suspicion d'utilisation de médicaments vétérinaires non conforme à la législation (échantillons suspects).

ments vétérinaires non conforme à la législation (échantillons suspects).

La table IV présente les résultats des contrôles réalisés sur les volailles, lapins et gibier. La majorité des résultats positifs met en cause l'utilisation de coccidiostatiques, l'interdiction de l'utilisation de la bacitracine zinc chez les lapins peut expliquer les résultats observés dans cette espèce.

**Table IV.** Résidus et contaminants dans volailles, lapins et gibier

	<b>Echantillons ciblés</b>	
	<u>Nombre d'échantillons</u>	<u>Non conformes</u>
Volailles	2.613	Coccidiostatiques : 3 Antibiotiques : 1 Dioxines : 1
Lapins	116	Coccidiostatiques : 4
Gibier sauvage	108	0

La table V montre le résultat des contrôles sur les œufs. Hormis pour les coccidiostatiques, les résultats sont encourageants. Néanmoins, la réduction des normes en dioxines risque d'entraîner une augmentation des résultats non conformes, plus spécialement chez les poules en libre parcours qui, dans les pays fortement industrialisés, présentent un taux de contamination des œufs plus élevés que ceux des poules élevées en batterie.

Le lait est la denrée alimentaire la plus contrôlée en Belgique. Les organismes interprofessionnels ont mis en

**Table V.** Résidus et contaminants dans les œufs

<u>Paramètre</u>	<u>Type d'échantillon</u>	<u>Nombre d'échantillons examinés</u>	<u>Nombre de dépassements</u>
PCB		62	0
Dioxines, PCB de type dioxine et PCB marqueurs			
	Œufs de poules (type d'élevage non spécifié)	11	0
	Œufs de poules (bio)	10	0
	Œufs de poules (batterie)	16	0
	Œufs de poules (libre parcours)	4	0
Antibiotiques (y compris sulfamides, quinolones, chloramphénicol et dapsone)		199	0
Sulfamides		179	0
Pesticides organo-chlorés		65	0
Nitrofurannes		48	0
Coccidiostatiques + nitro-imidazoles		243	15
	SALINOMYCINE : 3 MADURAMYCINE : 1		LASALOCIDE : 9 LASALOCIDE + MONENSIN : 1

**Table VI.** Résidus et contaminants dans le lait

<b>Paramètres</b>	<b>Echantillons non conformes</b>
Substances inhibitrices	0,10 %
Désinfectants	0,05 %
Aflatoxine M1	0,3 %
Anti-parasitaires	0,4 %
Dioxines	1,7 %

place un système très bien organisé faisant appel à des laboratoires bien équipés. Les résultats des contrôles sont présentés dans la table VI.

Deux millions d'échantillons sont prélevés par an et seul un échantillon sur 1000 s'est révélé non conforme pour la présence d'antibiotiques. Les contrôles effectués ont mené à l'attribution de 42 interdictions de livraison du lait d'une durée de 14 jours.

La situation vis-à-vis de la contamination par l'aflatoxine M1 est relativement saine en Belgique, seuls 2 dépassements de norme sur 706 échantillons analysés ont été constatés. Ceci est certainement lié aux nombreux contrôles effectués dans les aliments pour bétail. Deux résultats positifs, sur 116 échantillons analysés, vis-à-vis des dioxines ont également été observés dans le lait de fermes situées à proximité de sites industriels tels que des entreprises sidérurgiques ou des incinérateurs.

### **Conséquence de l'amélioration des performances analytiques**

Les progrès réalisés au niveau des méthodes d'analyse ont rendu plus aisée la détection de substances interdites, même sous forme de traces.

Pour exemple, le soudan rouge, colorant interdit, est ajouté frauduleusement aux piments dans certains pays afin d'en augmenter le prix de vente. Ces piments entrent dans la composition de nombreuses sauces, comme la sauce anglaise. Récemment, le système d'alarme rapide européen (Rapid Alert System for Food and Feed - RASFF) (2005) a été activé suite à la découverte, dans une sauce produite en Grande Bretagne, de ce produit à des concentrations de l'ordre de quelques centaines de ppb ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ). Cette

sauce était utilisée après dilution pour la fabrication de nombreux plats préparés. La question s'est posée de ce qui devait être bloqué. Malgré plusieurs réunions au niveau européen, il n'a pas été possible de définir une position commune pour les mesures de blocage. Certains pays, comme la Grande Bretagne ont fait rappeler et détruire les plats préparés. C'est un exemple typique de l'impact du développement de méthodes d'analyse aux limites de détection très basses.

### **Effets pervers des progrès techniques :**

1. des résidus de substances sans limites maximales de résidus, pour lesquelles le temps d'attente a été déterminé dans le passé à l'aide de méthodes moins performantes peuvent maintenant être détectés.

C'est le cas par exemple d'un cocci-diostatique, additif autorisé dans les aliments pour poulets qui a été évalué, dans le passé, alors que les limites de détection étaient de l'ordre de 100 ppb. À l'époque, les additifs autorisés dans les aliments pour animaux ne devaient pas donner lieu à la présence de résidus détectables dans les viandes. Suite aux progrès spectaculaires des méthodes d'analyse, les autorités compétentes considèrent qu'il est maintenant nécessaire de fixer des limites maximales de résidus (LMR), faute de quoi l'utilisation normale de cet additif entraînerait la saisie et la destruction de la viande. L'établissement d'une LMR internationale étant un processus long et coûteux, cet aspect des progrès scientifiques pose un problème pour les plus anciennes

molécules ;

2. mise en évidence de la contamination croisée des aliments pour animaux : les additifs ne sont autorisés que pour utilisation dans les aliments de certaines espèces animales. Néanmoins, la même chaîne de production est généralement utilisée pour les aliments de différentes espèces, et donc, un aliment peut être contaminé par un additif qui ne lui est pas destiné. L'application de la « tolérance zéro » dans ce cas pose de gros problèmes économiques. Le Comité scientifique de l'Agence a défini, après évaluation des risques, une limite de tolérance de 10 ppb ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ) pour la présence de certains additifs dans les denrées alimentaires d'espèces non cibles (Agence fédérale pour la Sécurité de la Chaîne alimentaire, 2004). Il ne s'agit pas ici d'une norme mais d'une limite d'action destinée à l'Agence, limite qui assure le respect de la santé du consommateur ;
3. un autre exemple est celui du SEM (semicarbazide) dans les poudres d'œufs. Le SEM est le métabolite d'un antibiotique interdit en Europe, la nitrofurazone. Lorsque du SEM est mis en évidence, il est nécessaire de bloquer les produits. Le niveau minimal de performance requise (MRPL : Minimal Required Performance Level) des laboratoires a été établi à 1  $\mu\text{g}/\text{kg}$  (Décision de la Commission 2002/657/CE et 2003/181/CE).
4. des études (European Food Safety Authority, 2003) ont montré par la suite que la présence de SEM était également observée dans les aliments pour bébés suite à la migration d'une substance présente dans les joints d'étanchéité de l'emballage. Il était évident dans ce cas que l'origine de ce SEM n'était pas l'utilisation de l'antibiotique. À partir du moment où on tolère la présence de SEM dans des denrées alimentaires qui ne peuvent pas avoir été contaminées par des nitrofuranes, les denrées d'origine végétale par exemple, peut-on continuer à l'interdire dans les denrées alimentaires d'origine animale, telles que les poudres

d'œufs, suspectées de provenir d'animaux traités avec cet antibiotique ? Le SEM présent dans la poudre d'œufs n'est pas nécessairement lié à l'utilisation de nitrofurazone chez les volailles. Une méthode d'analyse discriminante a été proposée afin de réaliser la distinction entre le SEM, résidus de nitrofurane et le SEM d'origine différente, mais cette méthode a finalement été jugée peu fiable et la Commission européenne a admis, après avis d'experts, que la présence de SEM n'était pas un indicateur adéquat de l'utilisation de nitrofurazone. Il est cependant nécessaire de compléter les études de toxicité du SEM avant de fixer une position finale.

### Quels sont les besoins de l'Agence fédérale pour la Sécurité de la Chaîne alimentaire ?

1. harmoniser les seuils d'action afin d'assurer une meilleure sécurité juridique des opérateurs tant dans les pays tiers que les membres de l'union européenne ;
2. une évaluation de l'importance toxicologique des traces de substances, telles que détectées suite aux progrès des méthodes d'analyse. L'établissement de MRPL est un avantage, il permet en cas de contre-expertise de limiter fortement le risque d'obtention de résultats contradictoires ;
3. les USA ont adopté une position

plus pragmatique qui consiste à accepter un certain risque (de l'ordre de 1/1.000.000 pour les substances cancérigènes par exemple) et le consommateur américain semble prêt à prendre ce risque. En Europe, des débats doivent être menés au sein de groupes représentatifs, composés entre autres des consommateurs, afin d'expliquer le dilemme représenté par la protection de la santé publique d'une part et les impératifs économiques d'autre part. Lors d'un tel débat organisé en Belgique à l'initiative de la Fondation Roi Baudouin (2004), il est apparu que les consommateurs seraient prêts à accepter un certain risque si le coût des denrées alimentaires devaient augmenter considérablement à la suite d'exigences trop importantes en matière de sécurité de la chaîne alimentaire ;

4. concernant la détection des substances prohibées, des progrès restent à réaliser, l'utilisation de substances non encore identifiées à ce jour est, en effet, suspectée. On peut espérer qu'à l'avenir les nouvelles méthodes biologiques de dépistages<sup>2</sup> jouent un rôle positif dans la solution de ce problème.

### SUMMARY

### RESIDUES AND CONTAMINANTS IN FOOD: 25 YEARS OF PROGRESS IN THEIR ANALYSIS.

### V. Conclusions

An important evolution was observed in Belgium concerning its legislation related to food together with the organization of competent authorities and inspection services. Laboratories, officially in charge of the control of residues and contaminants, have also been reorganized. The evolution of the results of residues and contaminants surveillance is described. The number of non compliant samples has dramatically decreased probably due to the adoption of H and R status. Nevertheless if progresses done at the analytical level are well received, it must be noted that these progresses have drawbacks when banned substances are concerned (ex.: Red Sudan dye additive, semicarbazide used as an indicative metabolite of nitrofurans in eggs) and action limits for these prohibited substances are probably not toxicologically justified. Concerning detection of prohibited substances in food, progresses have still to be performed as the use of not yet identified substances is suspected. New biological screening methods based on the use of "receptors" should play a positive role in solving this problem.

### BIBLIOGRAPHIE

AGENCE FEDERALE DE SECURITE DE LA CHAINE ALIMENTAIRE Avis 24-2004 : limites d'action pour la présence de résidus de certains additifs et de certains médicaments vétérinaires dans les denrées alimentaires lorsqu'il n'existe pas de limite maximale en résidus (LMR), et au-delà desquelles des mesures doivent être prises en vue de préserver la sécurité de la chaîne alimentaire.

[en ligne] (2004) Adresse URL : [www.favv-afscs.fgov.be/home/com-sci/avis04\\_fr.asp](http://www.favv-afscs.fgov.be/home/com-sci/avis04_fr.asp)  
 AGENCE FEDERALE DE SECURITE DE LA CHAINE ALIMENTAIRE Rapport d'activités 05. [en ligne] (2006) Adresse URL : [http://www.afsca.be/home/pub/doc/rapport/RA\\_05\\_Fr\\_S.pdf](http://www.afsca.be/home/pub/doc/rapport/RA_05_Fr_S.pdf)  
 EUROPEAN FOOD SAFETY AUTHORITY EFSA Expert Group looks at semicarbazide :

too early for any conclusions. [en ligne] (2003) Adresse URL : [http://www.efsa.europa.eu/etc/medialib/efsa/press\\_room/press\\_release/28.Par.0003.File.dat/28-07-2003\\_en1.pdf](http://www.efsa.europa.eu/etc/medialib/efsa/press_room/press_release/28.Par.0003.File.dat/28-07-2003_en1.pdf)  
 FONDATION ROI BAUDOUIN La sécurité alimentaire : à quel prix ? Présentation et analyse des résultats d'un dialogue. Des citoyens et des citoyennes dialoguent sur la sécurité alimentaire. Fondation

Roi Baudouin : Bruxelles, 2004,  
76 p.

ORGANISATION DES NATIONS  
UNIES POUR L'ALIMENTA-  
TION ET L'AGRICULTURE,  
ORGANISATION MONDIALE  
DE LA SANTÉ Garantir la sé-  
curité sanitaire et la qualité des  
aliments : directives pour le ren-  
forcement des systèmes nationaux  
de contrôle alimentaire. [en ligne]  
(2003) Adresse URL : <ftp://ftp.fao.org/docrep/fao/006/y8705f/y8705f00.pdf>

RAPID ALERT SYSTEM FOR FOOD  
AND FEED Week 2005/48. [en li-  
gne] (2005) Adresse URL : [http://ec.europa.eu/food/food/rapidalert/reports/week48-2005\\_en.pdf](http://ec.europa.eu/food/food/rapidalert/reports/week48-2005_en.pdf)