



## Circulaire relative aux tests rapides et aux tests inhibiteurs microbiologiques à utiliser pour la détection des substances inhibitrices dans le lait cru dans le cadre de l'autocontrôle

Référence	PCCB/S3/96718	Date	08/07/2022
Version actuelle	2.87	Applicable à partir de	<a href="#">Date de publication</a>
Mots clefs	Lait cru, substances inhibitrices, test rapide, test inhibiteur microbiologique		

Rédigé par	Approuvé par
Wits Julie, attaché	Jean-François Heymans, directeur général

### 1. But

Cette circulaire a pour objectif d'informer les opérateurs sur les tests qui peuvent être utilisés dans le cadre de l'autocontrôle pour détecter les substances inhibitrices dans le lait cru.

### 2. Champ d'application

Contrôle d'entrée de la présence de substances inhibitrices dans le lait cru par les acheteurs dans le cadre de leur autocontrôle.

Cette circulaire ne concerne pas les analyses dans le cadre des contrôles officiels décrites dans la circulaire PCCB/S3/JWS/1352818 relative au contrôle de la qualité du lait cru.

### 3. Références

#### 3.1. Législation

Règlement (CE) No 853/2004 du Parlement européen et du Conseil du 29/04/2004 fixant des règles spécifiques d'hygiène applicables aux denrées alimentaires d'origine animale

Règlement (CE) No 1069/2009 du Parlement européen et du Conseil du 21 octobre 2009 établissant des règles sanitaires applicables aux sous-produits animaux et produits dérivés non destinés à la consommation humaine et abrogeant le Règlement (CE) No 1774/2002 (règlement relatif aux sous-produits animaux)

Arrêté royal du 14 novembre 2003 relatif à l'autocontrôle, à la notification obligatoire et à la traçabilité dans la chaîne alimentaire

Arrêté ministériel du 22 janvier 2004 relatif aux modalités de notification obligatoire dans la chaîne alimentaire

### 3.2. Autres

Guide d'autocontrôle de l'industrie laitière.

Guide système d'autocontrôle pour la production et la vente de produits laitiers à la ferme.

Guide autocontrôle pour le secteur de l'industrie du biscuit, du chocolat, de la praline, de la confiserie et des céréales petit-déjeuner.

Guide d'autocontrôle pour les boulangeries et pâtisseries.

Circulaire relative à l'approvisionnement direct par un producteur primaire du consommateur final ou du commerce de détail local en petites quantités de certaines denrées alimentaires d'origine animale.

Circulaire relative au contrôle de la qualité du lait cru.

## 4. Définitions et abréviations

Substances inhibitrices : substances inhibant la croissance des bactéries.

Lait cru : le lait produit par la sécrétion de la glande mammaire d'un ou plusieurs animaux producteurs de lait et non chauffé à plus de 40 °C, ni soumis à un traitement d'effet équivalent.

Acheteur : une entreprise du secteur alimentaire disposant de l'autorisation LAP ACT 98 Acheteur de lait cru de vache (PL2AC4PR87) et/ou LAP ACT 99 Acheteur de lait cru autre que lait de vache (PL2AC4PR86).

## 5. Recherche de substances inhibitrices

Si l'opérateur teste le lait cru pour le contrôle de la présence de substances inhibitrices à la réception dans le cadre de son autocontrôle, ce contrôle doit être effectué à l'aide d'un test rapide reconnu.

Une liste des tests rapides pouvant être utilisés à cette fin ainsi que leurs capacités de détection est publiée et mise à jour sur le site internet de l'Agence <https://www.favv-afsca.be/productionanimale/produitsanimaux/lait/>. Les modalités d'utilisation de chaque test (température et temps d'incubation, cut-off reader,...) sont mentionnées dans la liste. ~~Et les conditions pour la reconnaissance d'un test sont reprises en annexes 1, 2 et 3. Les modalités d'utilisation de chaque test (température et temps d'incubation, cut-off reader,...) sont mentionnées dans la liste.~~

Dans le cas où, lors du contrôle du lait à l'aide d'un test rapide, un résultat non conforme est obtenu, le lait en question peut être analysé au moyen d'un test inhibiteur microbiologique avant de décider de son acceptation ou non pour transformation en produits laitiers pour consommation humaine. Cette analyse complémentaire n'est pas obligatoire mais permet de corriger la trop grande sensibilité du test rapide.

En cas de résultat non conforme au test rapide, la réalisation d'un autre test rapide sur le même lait est interdite ; seul le même test rapide peut être répété en double pour confirmation. Si un de ces tests de confirmation est à nouveau non conforme, un test inhibiteur microbiologique peut être effectué pour confirmer ou infirmer le résultat non conforme du test rapide. C'est alors sur base du résultat de ce test inhibiteur microbiologique qu'il est décidé si le lait est propre ou non à la consommation humaine.

Une liste des tests inhibiteurs microbiologiques pouvant être mis en œuvre à cette fin est publiée et mise à jour sur le site internet de l'Agence <https://www.favv-afscab.be/productionanimale/produitsanimaux/lait/>. Les modalités d'utilisation de chaque test sont mentionnées dans la liste. ~~L~~ainsi que les conditions pour la reconnaissance d'un test sont reprises en annexes 24 et 5. ~~Les modalités d'utilisation de chaque test sont mentionnées dans la liste.~~

Si le test rapide révèle la présence de substances inhibitrices et qu'aucune analyse complémentaire (test inhibiteur microbiologique) n'est faite, ce lait ne peut être transformé en produits destinés à la consommation humaine. Il en va de même si une analyse complémentaire (test inhibiteur microbiologique) est faite et que le résultat de celle-ci est non conforme.

Le lait dans lequel ont été retrouvées des substances inhibitrices ne peut pas non plus être utilisé pour l'alimentation animale. Conformément au Règlement (CE) No 1069/2009, ce lait est considéré comme un sous-produit de catégorie 2 et doit être collecté et éliminé selon les conditions de ce règlement.

Si un test rapide révèle la présence de substances inhibitrices et qu'aucune analyse complémentaire (test inhibiteur microbiologique) n'est faite, ce résultat doit être notifié à l'AFSCA conformément à l'AR du 14/11/2003 et à l'AM du 22/01/2004. Si une analyse complémentaire (test inhibiteur microbiologique) est faite et que celle-ci se révèle conforme, le résultat non conforme au test rapide ne doit pas être notifié. Si une analyse complémentaire (test inhibiteur microbiologique) est faite et que celle-ci se révèle non conforme, ce résultat non conforme doit être notifié à l'AFSCA conformément à l'AR du 14/11/2003 et à l'AM du 22/01/2004.

Pour plus d'informations au sujet des analyses sur le lait cru, voir aussi les circulaires reprises au point 3.2..

## 6. Annexes

~~Annexe 1 – Liste des tests rapides reconnus par l'AFSCA pour le screening des résidus d'antibiotiques dans le lait cru et leurs modalités d'utilisation.~~

~~Annexe 2 – Tableau des capacités de détection des différents tests rapides reconnus par l'AFSCA pour les antibiotiques  $\beta$ -lactame dans du lait cru de vache.~~

Annexe 3-1 - Conditions pour la reconnaissance d'un test rapide pour le screening des résidus d'antibiotiques dans le lait cru.

~~Annexe 4 – Liste des tests inhibiteurs microbiologiques reconnus par l'AFSCA pour la confirmation d'un résultat non conforme à un test rapide lors du screening des résidus d'antibiotiques dans le lait cru et leurs modalités d'utilisation.~~

Annexe ~~5-2~~ – Conditions pour la reconnaissance d'un test inhibiteur microbiologique pour la confirmation d'un résultat non conforme à un test rapide lors du screening des résidus d'antibiotiques dans le lait cru.

## 7. Aperçu des révisions

Aperçu des révisions de la circulaire		
Version	Applicable à partir de	Raisons et ampleur de la révision
1	31/05/2005	- Non applicable
2	07/04/2014	- Adaptation du format de la circulaire du 31/05/2005 - Référence à la liste de tests rapides reconnus par l'AFSCA pour le screening des résidus d'antibiotiques dans le lait cru par les acheteurs
2.1	22/12/14	- Référence à la liste des tests inhibiteurs microbiologiques reconnus par l'AFSCA pour la confirmation d'un résultat non conforme à un test rapide pour le screening des résidus d'antibiotiques dans le lait cru
2.2	12/05/2016	- Ajouts de tests rapides à l'annexe 1
2.3	03/02/2017	- Ajouts de tests rapides à l'annexe 1 - Suppression de l'information relative à l'autocontrôle disponible dans les guides
2.4	04/05/2018	- Modification des annexes 1, 2 et 4
2.5	27/10/2020	- Modification des annexes 1, 2 et 4
2.6	07/06/2021	- Modification des annexes 1, 2 et 4
2.7	<a href="#">15/12/2021</a>	- Modification des annexes 1 et 2 - Modification de l'annexe 3 : révision des conditions pour la reconnaissance d'un test rapide pour le screening des résidus d'antibiotiques dans le lait cru <a href="#">à partir du 1<sup>er</sup> juillet 2023</a>
<a href="#">2.8</a>	<a href="#">Date de publication</a>	- <a href="#">Publication sur le site internet de l'Agence de la liste des tests rapides et de la liste des tests inhibiteurs microbiologiques</a>

## Annexe 13

### Conditions pour la reconnaissance d'un test rapide pour le screening des résidus d'antibiotiques dans le lait cru.

Le groupe d'antibiotiques  $\beta$ -lactame (pénicillines et céfalosporines) constitue de loin le principal groupe d'antibiotiques dont on retrouve des résidus dans le lait cru (Reybroeck en Daeseleire, 2003; Kress *et al.*, 2007). Dès lors, en ce qui concerne le spectre de détection, le test doit pouvoir établir la présence des résidus de marqueur de tous les antibiotiques  $\beta$ -lactame enregistrés en Belgique comme substance pharmacologiquement active pour utilisation chez la vache laitière. Il s'agit des substances suivantes : benzylpénicilline, ampicilline, amoxicilline, cloxacilline, nafcilline, ceftiofur, desfuroylceftiofur, cefquinome, céfazoline, céphapirine, desacetyl céphapirine, céfopérazone, céfalexine et céfalonium.

En matière de capacité de détection, le test doit pouvoir établir la présence d'au moins 13 des 14 résidus marqueurs susmentionnés à leur limite maximale de résidus (LMR) (Règlement (UE) n° 37/2010) dans au moins 95% des cas. Le résidu marqueur qui, le cas échéant, ne peut être détecté à la LMR, doit être détectable à maximum 5x LMR dans au moins 95 % des cas.

Le test doit être robuste et peut donner au maximum 5% de résultats négatifs sur des échantillons positifs.

Le test doit être validé, aux frais du producteur de kit, par un LNR ou un laboratoire accrédité agréé suivant la Décision CE 2002/657 ou le Règlement d'exécution (UE) 2021/808. Pour les tests commercialisés après janvier 2010, la validation doit également avoir été réalisée suivant les directives CRL (*Anonymous*, 2010). Pour les tests commercialisés après août 2021, la validation doit également avoir été réalisée suivant la spécification technique IDF/IST TS 23758 / IDF RM 251 (ISO/IDF, 2021).

Le test doit être agréé par l'AFSCA sur l'avis du LNR belge, sur base de l'évaluation du dossier de validation. Si l'AFSCA l'estime nécessaire, un avis complémentaire du Comité scientifique de l'AFSCA peut être demandé.

#### Références :

Anonyme. 2010. Guidelines for the validation of screening methods for residues of veterinary medicines (initial validation and transfer). Community Reference Laboratories Residues (CRLs). 20/01/2010: 1-18.

Décision 2002/657/CE de la Commission du 12 août 2002 portant modalités d'application de la directive 96/23/CE du Conseil en ce qui concerne les performances des méthodes d'analyse et l'interprétation des résultats.

ISO/IDF. 2021. ISO Technical specification TS 23758 / IDF RM 251 – Lignes directrices pour la validation des méthodes de dépistage qualitatif pour la détection des résidus de médicaments vétérinaires dans le lait et les produits laitiers. First edition 2021-08: 1-42.

Kress C., Seidler C., Kerp B., Schneider E., Usleber E. 2007. Experiences with an identification and quantification program for inhibitor-positive milk samples. *Anal. Chim. Acta* 586: 275-279.

Reybroeck W., Daeseleire E. 2003. Influence de la conservation sur les résidus d'antibiotiques dans le lait. Nouvelle analyse d'échantillons positifs et identification des substances inhibitrices responsables d'un résultat défavorable lors de la détermination qualitative officielle du lait. Résultats Melle, Belgique: T&V-ILVO.

Règlement d'exécution (UE) 2021/808 de la Commission du 22 mars 2021 concernant les performances des méthodes d'analyses des résidus de substances pharmacologiquement actives utilisées chez les animaux producteurs d'aliments et l'interprétation des résultats ainsi que les méthodes à employer pour l'échantillonnage et abrogeant les décisions 2002/657/CE et 98/179/CE.

Règlement (UE) n° 37/2010 de la Commission du 22 décembre 2009 relatif aux substances pharmacologiquement actives et à leur classification en ce qui concerne les limites maximales de résidus dans les aliments d'origine animale.

## Annexe 25

### Conditions de reconnaissance d'un test inhibiteur microbiologique pour la confirmation d'un résultat non conforme obtenu par test rapide lors du contrôle à l'entrée du lait cru quant aux résidus d'antibiotiques par l'industrie laitière

Vu l'objectif du test, entrent en considération aussi bien une configuration de test en plaque de microtitration ou en ampoule.

En matière de capacité de détection, le test doit pouvoir établir la présence d'au moins 85% (soit 12/14) des résidus de marqueurs mentionnés ci-après à leur limite maximale de résidus (LMR) respective (Règlement (UE) n° 37/2010) dans au moins 95% des cas. Il s'agit des résidus de marqueurs de tous les antibiotiques  $\beta$ -lactame enregistrés en Belgique comme substance pharmacologiquement active pour utilisation chez les vaches laitières, à savoir : benzylpénicilline, ampicilline, amoxicilline, cloxacilline, nafcilline, ceftiofur, desfuroylceftiofur, céfquinome, céfazoline, céphapirine, céfapirine désacétylée, céfopérazone, céfalexine et céfalonium.

Le test doit avoir été validé par un LNR suivant la Décision 2002/657/CE. Pour les tests commercialisés après janvier 2010, la validation doit également avoir été réalisée suivant les directives CRL.

Le test doit être agréé par l'AFSCA après évaluation d'un dossier de validation établi par un LNR. Si l'AFSCA l'estime nécessaire, un avis complémentaire du Comité scientifique de l'AFSCA peut être demandé.

#### Références:

*Anonymous*. 2010. Guidelines for the validation of screening methods for residues of veterinary medicines (initial validation and transfer). Community Reference Laboratories Residues (CRLs). 20/01/2010: 1-18.

Décision 2002/657/CE de la Commission du 12 août 2002 portant modalités d'application de la directive 96/23/CE du Conseil en ce qui concerne les performances des méthodes d'analyse et l'interprétation des résultats.

Règlement (CE) n° 37/2010 de la Commission du 22 décembre 2009 relatif aux substances pharmacologiquement actives et à leur classification en ce qui concerne les limites maximales de résidus dans les aliments d'origine animale.