Nations Unies ST/SG/AC.10/C.3/2016/82

Secrétariat

Distr. générale
9 septembre 2016
Français
Original : anglais

Comité d'experts du transport des marchandises dangereuses et du Système général harmonisé de classification et d'étiquetage des produits chimiques

Sous-Comité d'experts du transport des marchandises dangereuses

Cinquantième session
Genève, 28 novembre-6 décembre 2016
Point 2 c) de l'ordre du jour provisoire
Recommandations du Sous-Comité formulées à ses quarante-septième, quarante-huitième et quarante-neuvième sessions et questions en suspens : Inscription, classement et emballage

Disposition spéciale 308 relative à la farine de poisson (déchets de poisson) stabilisée (ONU 2216), classe 9

Communication de l'International Fishmeal and Fish Oil Organization (IFFO)[1]

Introduction

1. L'utilisation de l'antioxydant éthoxyquine (EQ) pour stabiliser la farine de poisson est une pratique courante depuis de nombreuses années et l'IFFO estime qu'environ 66 % de la farine de poisson en circulation sur le marché mondial est stabilisée à l'éthoxyquine. Les concentrations d'éthoxyquine additionnelle spécifiées dans le Code IMDG ont été fixées il y a plus de 40 ans sur la base des informations disponibles à l'époque. L'utilisation de concentrations inutilement élevées d'éthoxyquine n'est pas souhaitable car elle pourrait avoir pour conséquence la présence de forts taux de résidus dans les produits tirés d'animaux qui ont été nourris avec des aliments contenant de la farine de poisson ainsi traitée. L'éthoxyquine est actuellement à l'examen au sein de l'Union Européenne dans le cadre d'une procédure de renouvellement d'autorisation en tant qu'additif de l'alimentation des animaux, pour évaluer la sécurité de l'utilisation de ce produit sur la base des concentrations présentes dans les aliments pour animaux.

[1] Conformément au programme de travail du Sous-Comité pour la période 2015-2016 tel qu'approuvé par le Comité à sa septième session (voir ST/SG/AC.10/C.3/92, par. 95, et ST/SG/AC.10/42, par. 15).

2. L'éthoxyquine est un antioxydant si efficace qu'elle a été prise comme référence par rapport à laquelle l'efficacité d'autres antioxydants est mesurée (de Koning, 1998). Lorsque les valeurs d'éthoxyquine utilisées pour la stabilisation de la farine de poisson spécifiées dans le Code IMDG ont été recommandées à l'origine au cours des années 1970, les connaissances scientifiques tenaient compte uniquement de la capacité antioxydante du composé. Or d'autres recherches ont établi que les deux principaux produits de dégradation de l'éthoxyquine, à savoir l'éthoxyquine dimère et l'éthoxyquine quinolone imine, sont des antioxydants eux-mêmes et peuvent également conférer la capacité antioxydante (de Koning, 2002), de sorte qu'il y a des raisons logiques pour estimer que les effets de stabilisation de la farine de poisson traitée avec l'éthoxyquine vont au-delà des effets postérieurs du composé de base. L'auteur avance des estimations de l'efficacité antioxydante de 69 % et 80 % respectivement pour ces produits par rapport à celle de l'éthoxyquine dans la farine de poisson.

3. Au moment de la fixation à l'origine des niveaux d'antioxydant avant expédition dans le Code IMDG, l'industrie de la farine de poisson livrait la majorité de sa production en vrac. Or depuis, la farine de poisson en tant qu'ingrédient de l'alimentation animale a changé de position sur le marché et, d'un produit de base, est devenue un ingrédient stratégique, et se vend à des prix qui correspondent à cette position. En conséquence, une proportion importante et croissante du transport maritime mondial du produit se fait désormais sous forme emballée, en sacs de 1 t et en sacs de 50 kg, par exemple.

4. L'image de plus en plus négative de ce produit au sein de l'Union européenne et les préoccupations soulevées par les taux élevés d'éthoxyquine constatés dans les crevettes en provenance de pays asiatiques exportant vers le Japon a attiré l'attention du public sur l'utilisation de cette substance. En outre, le risque que l'éthoxyquine, en tant que substance liposoluble, se retrouve dans les huiles omega-3 tirées de sous-produits de la pisciculture constitue également une cause de préoccupation. Il existe des arguments solides en faveur d'une réduction des concentrations d'éthoxyquine présentes dans les aliments pour animaux, et l'une des manières d'y parvenir est d'optimiser l'utilisation de l'éthoxyquine comme produit de stabilisation de la farine de poisson.

5. L'éthoxyquine a fait l'objet d'une réévaluation en vue d'être autorisée à nouveau en tant qu'additif des aliments pour animaux en vertu du règlement (CE) n° 1831/2003 du Parlement européen et du Conseil, qui fixe de nouvelles règles régissant l'autorisation, la surveillance et l'étiquetage des additifs de l'alimentation animale.

6. L'Autorité européenne de sécurité des aliments (EFSA) a émis en novembre 2015 un avis concernant l'éthoxyquine selon lequel il n'est pas possible d'être concluant quant aux risques de l'utilisation de cette substance pour les consommateurs, le bétail et l'environnement. L'EFSA a mis en lumière un certain nombre de lacunes des connaissances et le besoin de recueillir des données pour pouvoir procéder à une évaluation globale de la sécurité de l'éthoxyquine. La Commission européenne élabore actuellement, sur la base de l'avis de l'EFSA, un projet de règlement qui pourrait restreindre, voire interdire, l'utilisation de l'éthoxyquine au sein de l'Union européenne. En attendant une décision, le demandeur d'une réautorisation de l'éthoxyquine continuera de communiquer des données scientifiques nouvelles sur les aspects de la sécurité des différents dosages.

7. Des concentrations diminuées d'éthoxyquine dans les aliments composés, tenant compte des concentrations présentes dans des ingrédients de l'alimentation animale tels que la farine de poisson, pourraient en conséquence être imposées. Dans ce cas, il est probable que des concentrations maximales autorisées seraient également fixées pour les poissons d'élevage, ce qui obligerait les producteurs de farine de poisson et l'industrie de la pisciculture à s'efforcer de maintenir la concentration d'éthoxyquine la plus basse possible dans leurs produits. À cet égard, il sera essentiel non seulement de viser l'optimisation des

concentrations d'éthoxyquine utilisées pour stabiliser la farine de poisson, mais aussi de rechercher des antioxydants de substitution.

8. Comme elle l'avait déjà fait savoir au Sous-Comité lors de la réunion de décembre 2015, l'IFFO a lancé le 9 juillet 2015 une étude devant durer 12 mois (jusqu'en juillet 2016) sur la stabilité de la farine de poisson. Son but était de comparer la stabilité de la farine traitée avec des concentrations plus faibles d'éthoxyquine ainsi qu'avec d'autres antioxydants, le butylhydroxytoluène (BHT) et un mélange naturel de tocophérol et d'extrait de romarin. Les cinq contrôle à intervalle prescrit (jour 0, semaine 2, mois 3, mois 6 et mois 12) ont été exécutés, le dernier en juillet 2016. La farine d'anchois réactive utilisée dans l'étude a été fournie par un producteur membre de l'IFFO et les essais ont été menés dans des conditions normalisées, mais aussi par comparaison des volumes de stockage, entre des sacs de 50 kg et de 1 t. Les valeurs précises de concentrations et conditions d'analyse sont indiquées au tableau 1, ainsi que le contenu en composant actif dans les traitements, calculé à partir de la solution de dosage.

9. Les spécifications des antioxydants sont les suivantes :

- Éthoxyquine (EQ) : solution à 95 % minimum ;
- Naturox Premium liquide : 23,2 % de tocophérols et <1 % d'extrait de romarin (contenant ≈ 5 % d'acide carnosique) ;
- Rendox T : solution à 20 % de BHT.

Tableau 1
Traitements antioxydants, contenu en composant actif et intervalles de contrôle

Traitement	**Concentration d'antioxydant (composant actif) (ppm)**	**Intervalles de contrôle**				
		Jour		**Mois**		
		0	**14**	**2**	**6**	**12**
EQ : 300 ppm	285	AO x 5 PV, AV, FFA, PUFA	AO, PV, AV, FFA	AO, PV, AV, FFA	AO, PV, AV, FFA essai d'échauffement spontané (sacs de 50 kg)	AO, PV, AV, FFA, PUFA essai d'échauffement spontané (toutes tailles d'emballage)
EQ : 600 ppm	570					
Solution de BHT : 2 000 ppm	400					
Solution de BHT : 4 000 ppm	800					
Mélange tocophérol/extrait de romarin : 2 000 ppm	460 ppm de tocophérols + <20 ppm d'extrait de romarin (contenant 1 ppm d'acide carnosique)					
Mélange tocophérol/extrait de romarin : 4 000 ppm	920 ppm de tocophérols + <40 ppm d'extrait de romarin (contenant 2 ppm d'acide carnosique)					

Où : AO = antioxydant ; PV = indice de peroxydes ; AV = indice d'anisidine ; FFA = indice d'acides gras libres ; PUFA = acides gras polyinsaturés.

Tous les échantillons de farine de poisson traitée sont stockés dans des sacs de deux tailles : de 50 kg et de 1 t. Ces deux tailles d'emballage permettront de démontrer si le taux de détérioration de la farine de poisson varie en fonction du volume de stockage.

Les résultats pour les sacs de 1 t n'ont été analysés que de manière intermittente pour des raisons de coût. Le tableau 2 présente les résultats au Jour 0, et à 6 et 12 mois de stockage.

Tableau 2
Résultats des traitements au Jour 0, et à 6 et 12 mois de stockage

Traitement		Intervalles de contrôle					
		Jour 0	6 mois			12 mois	
		Concentration d'antioxydant (ppm)	Concentration d'antioxydant (ppm)	Essai d'échauffement spontané	Période d'induction de la bombe à oxygène (h)	Concentration d'antioxydant (ppm)	Essai d'échauffement spontané
EQ : 300 ppm	sac de 50 kg	318	259	Nég (réussi)	9,5	151	Résultat non encore disponible
	sac de 1 t	297			9,5	213	Résultat non encore disponible
EQ : 30-50 ppm	sac de 50 kg	28	<15		1,2	<15	Résultat non encore disponible
	sac de 1 t	48			2,7	36	Résultat non encore disponible
Solution de BHT : 2 000 ppm	sac de 50 kg	438	368	Nég (réussi)	2,4	290	Résultat non encore disponible
	sac de 1 t	438			2,6	342	Résultat non encore disponible
Solution de BHT : 4 000 ppm	sac de 50 kg	858	751		2,8	659	Résultat non encore disponible
	sac de 1 t	866			2,9	775	Résultat non encore disponible
Mélange tocophérol/extrait de romarin : 2 000 ppm	sac de 50 kg	385	243	Nég (réussi)	2,5	209	Résultat non encore disponible
	sac de 1 t	400			3,8	280	Résultat non encore disponible
Mélange tocophérol/extrait de romarin : 2 000 ppm	sac de 50 kg	628	488		3,4	277	Résultat non encore disponible
	sac de 1 t	752			3,5	598	Résultat non encore disponible

10. Un problème est malheureusement survenu lors du dosage du traitement par l'éthoxyquine à 600 ppm et la farine de poisson a en conséquence été dosée à ≤50 ppm de cette substance, mais les données obtenues seront prises en compte à titre de comparaison.

11. Les résultats montrent que les concentrations d'antioxydant après 12 mois de stockage ont diminué, mais qu'elles restent plus que suffisantes pour assurer une protection continue de la farine de poisson. Il semble que les niveaux d'antioxydants dans les sacs de 1 t aient diminué à un rythme plus lent, ce qui indiquerait une moindre consommation d'antioxydant et donc potentiellement une vitesse plus lente d'oxydation. Le pourcentage d'antioxydants restant pour chaque traitement ainsi que le taux de diminution correspondant sont indiqués au tableau 3. Les concentrations d'antioxydant dans les sacs de 50 kg ont diminué par ordre de vitesse décroissant de respectivement : 54,4 % (éthoxyquine 30 ppm), 55,8 % (mélange naturel 4 000 ppm), 52,4 % (éthoxyquine 300 ppm), 45,7 % (mélange naturel 2 000 ppm), 33,8 % (BHT 2 000 ppm) et, pour la vitesse la plus basse, de 23,2 % (BHT 4 000 ppm). Par comparaison, les concentrations d'antioxydant dans les sacs de 1 t ont diminué de 29,9 % (mélange naturel 2 000 ppm), 28,3 % (éthoxyquine 300 ppm), 24,2 % (éthoxyquine 50 ppm), 21,9 % (BHT 2 000 ppm), 20,4 % (mélange naturel 4 000 ppm) et 10,6 % (BHT 4 000 ppm). Le taux de diminution le plus fort, de 55 % environ, laisse encore une concentration d'antioxydant suffisante pour protéger la farine de poisson pendant une autre période de 6 mois, voire plus.

Tableau 3
Pourcentage d'antioxydant résiduel et taux de diminution à 6 et 12 mois de stockage

Traitement antioxydant	Taille du sac de stockage	6 mois		12 mois	
		Pourcentage d'antioxydant résiduel (%)	Taux de diminution (%)	Pourcentage d'antioxydant résiduel (%)	Taux de diminution (%)
Ethoxyquine : 300 ppm	50 kg	81,4	18,6	47,6	52,4
	1 t			71,7	28,3
Ethoxyquine : 30-50 ppm	50 kg	<53,6	<46,4	<45,6	<54,4
	1 t			75,8	24,2
BHT : 2,000 ppm	50 kg	84,0	16,0	66,2	33,8
	1 t			78,1	21,9
BHT : 4,000 ppm	50 kg	87,5	12,5	76,8	23,2
	1 t			89,4	10,6
Mélange naturel : 2 000 ppm	50 kg	63,1	36,9	54,3	45,7
	1 t			70,1	29,9
Mélange naturel : 4 000 ppm	50 kg	77,7	22,3	44,2	55,8
	1 t			79,6	20,4

12. Les essais d'échauffement spontané effectués avec les plus faibles concentrations d'antioxydants dans les sacs de 50 kg (EQ 300 ppm, BHT 2 000 ppm et Mélange naturel 2 000 ppm) ont tous été négatifs, ce qui signifie qu'aucun de ces traitements ne présentait de propriétés d'échauffement spontané au bout de 6 mois. Les résultats d'essais d'échauffement spontané à 12 mois pour tous les échantillons n'étaient pas encore disponibles à la date de

rédaction de ce document (6 septembre 2016)[2]. L'échantillon à faible dosage d'éthoxyquine (300 ppm) a passé l'essai à 6 mois avec succès, ce qui indique que des concentrations d'éthoxyquine inférieures aux concentrations actuelles permettraient de stabiliser efficacement la farine de poisson. Les concentrations prescrites actuellement dans la disposition spéciale 945 du Code IMDG sont de 400 à 1 000 mg/kg (ppm) d'éthoxyquine.

13. L'essai à la bombe à oxygène est utilisé pour prédire la stabilité et évaluer les systèmes antioxydants dans les graisses et les produits finis. L'absorption d'oxygène par l'échantillon est mesurée dans un système fermé. La vitesse à laquelle l'oxygène est consommé indique la stabilité à l'oxydation du produit soumis à l'essai et mesure la stabilité du produit complet sans extraction préalable de la graisse. Une courte période d'induction (en heures) indique une absorption plus rapide de l'oxygène et un produit moins stable alors qu'une période d'absorption plus longue est le signe d'un produit plus stable. L'essai à la bombe à oxygène a démontré une bonne corrélation avec la durée de conservation du produit et les résultats de l'essai accéléré Schaal Oven[3].

14. Il a été démontré que l'éthoxyquine (même au faible dosage de 300 ppm) était l'antioxydant le plus efficace avec la période d'induction la plus longue (9,5 h). [Le faible niveau d'antioxydant apparaît clairement dans le traitement avec l'éthoxyquine à 600 ppm, bien que le temps d'induction pour l'échantillon de 1 t à 600 ppm (2,7 h) soit sensiblement le même que pour les échantillons traités avec le BHT à 2 000 ppm et à 4 000 ppm (2,4 ; 2,6 ; et 2,8 ; 2,9 h respectivement). La différence entre les deux traitements par l'éthoxyquine à 600 ppm (1,2 h et 2,7 h) pourrait être due à une répartition inégale de l'antioxydant dans la farine de poisson, ou contenu légèrement plus élevé de 50 ppm dans le sac de 1 t que celui de 30 ppm dans le sac de 50 kg.] Chose surprenante, le mélange d'antioxydant semble avoir donné des résultats légèrement meilleurs que le BHT.

15. Il y a production de chaleur lorsqu'il y une oxydation rapide et importante de la farine de poisson par réaction exothermique de l'oxygène avec les acides gras hautement polyinsaturés (en particulier les acides eicosapentaénoïque (EPA) et docosahexaénoïque (DHA) ce qui cause la combustion spontanée de la farine de poisson. Pour que celle-ci puisse se produire, il doit y avoir une oxydation importante de la farine de poisson étant donné qu'en l'absence d'oxydation ou avec un faible taux d'oxydation, la farine de poisson ne s'échauffera pas suffisamment pour entrer en combustion. Les antioxydants agissent en ralentissant la vitesse d'oxydation par réaction avec les radicaux libres, qui se forment après réaction avec l'oxygène, ce qui arrête la réaction en chaîne d'oxydation.

16. Des analyses qui indiquent l'état d'oxydation de la farine de poisson fournissent donc des informations importantes sur le potentiel de combustion des farines de poisson. La combustion spontanée ne se produira pas si le taux d'oxydation de l'huile est bas. Une mesure utile de l'oxydation de la farine de poisson consiste à déterminer la diminution des concentrations d'acides gras polyinsaturés au cours du stockage[4]. Un graphique comparatif des niveaux d'acides gras oméga-3 polyinsaturés pour les différents traitements antioxydants pendant le stockage est présenté sur la figure 1, ainsi que les valeurs d'acides gras oméga-3 et taux de diminution dans le tableau 4.

[2] Nous espérons pouvoir présenter les donnée à la réunion du 28 novembre 2016, pour autant que le programme de l'ordre du jour le permette.

[3] Methods to Access Quality and Stability of Oils and fat-containing Foods, (1995). Eds : Warner, K and Michael Eskin, N.A., AOCS Press, Champaign, Illinois, pp. 183-184.

[4] De Koning, A.J., (1998). A new method for measuring efficacies of antioxidants in fishmeal. International Journal of Food Properties, Vol 1, Issue 3, pp. 255-261.

Figure 1
Niveaux d'acides gras oméga-3 pour tous les différents traitements antioxydants pendant la période de stockage de 12 mois

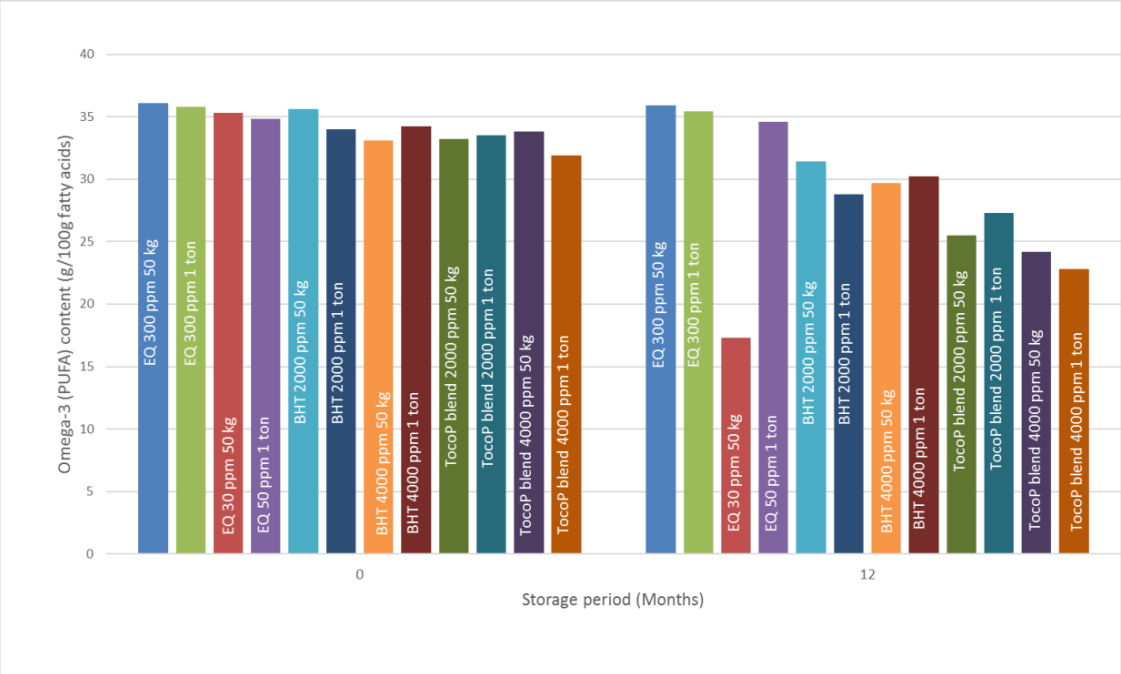


Tableau 4
Valeurs d'acides gras oméga-3 et taux de diminution pendant la période de stockage de 12 mois

Traitement antioxydant	Taille du sac de stockage	Jour 0	12 mois	
		Teneur en acides gras omega-3 (g/100g)	Teneur résiduelle en acides gras omega-3 (g/100g)	Taux de diminution en omega-3 (%)
Ethoxyquine : 300 ppm	50 kg	36,1	35,9	0,6
	1 t	35,8	35,4	1,1
Ethoxyquine : 30-50 ppm	50kg 30 ppm EQ	35,3	17,3	51,0
	1 t 50 ppm EQ	34,8	34,6	0,6
BHT : 2 000 ppm	50 kg	35,6	31,4	11,8
	1 t	34,0	28,8	15,3
BHT : 4 000 ppm	50 kg	33,1	29,7	10,3
	1 t	34,2	30,2	11,7
Mélange antioxydant naturel : 2 000 ppm	50 kg	33,2	25,5	23,2
	1 t	33,5	27,3	18,5
Mélange antioxydant naturel : 4 000 ppm	50 kg	33,8	24,2	28,4
	1 t	31,9	22,8	28,5

17. Le traitement par l'éthoxyquine à 300 ppm (en sacs de 50 kg et de 1 t) a manifestement protégé la farine de poisson contre l'oxydation, comme démontré par la diminution négligeable (0,6 % et 1,1 %, respectivement) de la teneur en acides gras oméga-3 par oxydation au cours de la période de stockage de 12 mois. Dans le cas du traitement par l'EQ pour lequel la valeur de 30 ppm EQ était mesurée dans les sacs de 50 kg au début de l'essai, il a été observé une diminution marquée (51 %) en acides gras oméga-3 indiquant une oxydation importante. Toutefois, lors du traitement par l'EQ avec une valeur mesurée de 50 ppm EQ dans les sacs de 1 t il est apparu qu'avec une teneur même seulement un peu plus élevée, combinée avec des sacs de stockage de plus grande taille, on obtenait une diminution de 0,6 % seulement de la teneur en acides gras oméga-3. L'efficacité du traitement EQ à 50 ppm indique clairement combien l'EQ est efficace comme antioxydant même à des niveaux de dosage faibles.

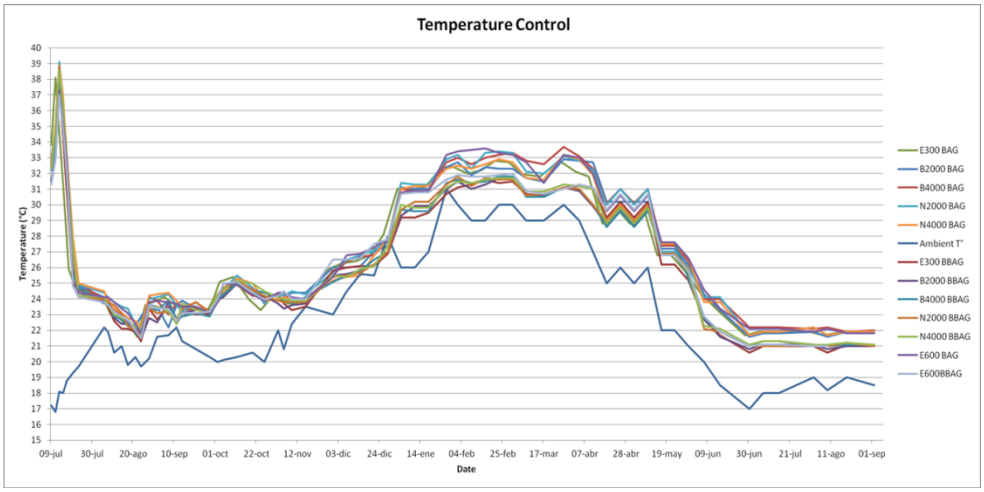
18. Les concentrations d'acides gras oméga-3 dans les échantillons de farine de poisson traités au BHT ont diminué d'une valeur comprise entre 10,3 et 15,3 % avec une faible différence entre les effets des deux concentrations de traitement (2 000 ppm et 4 000 ppm), et de la taille des emballages de stockage.

19. Les concentrations d'acides gras oméga-3 dans des échantillons de farine de poisson traités au mélange antioxydant naturel avaient diminué d'une valeur comprise entre 18,5 % et 28,5 %, une oxydation légèrement plus élevée des acides gras oméga-3 étant observée avec le niveau de dosage plus élevé (4 000 ppm). Selon les résultats d'oxydation des acides gras oméga-3 le mélange antioxydant naturel serait légèrement moins efficace que le BHT.

20. Un graphique des températures des échantillons de traitement de la farine de poisson prises au cours de la période de stockage enregistrées en même temps que les valeurs de la température ambiante est reproduit à la figure 2. En dehors de la pointe initiale de température normale après production aucun des échantillons de traitement de farine de poisson ne s'est échauffé à plus de 35 °C ou à plus de 5 °C au-dessus de la température ambiante, comme prescrit par la DS 300. Même les échantillons à faible dosage d'éthoxyquine (30-50 ppm) n'ont pas montré d'échauffement au cours de la période de stockage de 12 mois. Aussi bien le traitement au niveau de dosage inférieur à l'éthoxyquine, au BHT, ainsi qu'au mélange antioxydant naturel ont protégé la farine de poisson contre l'échauffement et la combustion éventuelle.

Figure 2

Graphique des températures des échantillons de traitement de la farine de poisson et des températures ambiantes au cours de la même période (BAG = sac de 50 kg ; BBAG = sac de 1 t ; E = Ethoxyquine ; B = BHT ; N = mélange antioxydant naturel)



21. Les résultats indiquent donc qu'en raison de la vitesse d'oxydation très faible du traitement à l'éthoxyquine à 300 ppm, celui-ci aura pour effet de stabiliser la farine de poisson sur une période de 12 mois. Les antioxydants alternatifs mis à l'essai peuvent également être utilisés pour stabiliser les farines de poisson compte tenu des niveaux élevés d'antioxydant résiduel obtenus ainsi que de la protection efficace contre l'oxydation qu'ils apportent, comme indiqué par les faibles taux de diminution des acides gras oméga-3 au cours de la période de stockage de 12 mois.

22. L'éthoxyquine s'est avérée comme la plus efficace parmi les antioxydants synthétiques disponibles[5, 6, 7]. Elle ne doit pas seulement sa grande efficacité à sa nature chimique mais aussi au fait que ses produits d'oxydation possèdent également des propriétés antioxydantes puissantes[8, 9]. Deux d'entre eux, le dimère d'éthoxyquine et une quinolone se sont révélés avoir une efficacité correspondant à respectivement 69 % et 80 % de celle de l'éthoxyquine[5, 10]. L'efficacité des produits d'oxydation et du BHT dans la farine de poisson comparée à celle de l'éthoxyquine est indiquée au tableau 5. L'activité du BHT représente environ 2/3 de celle de l'éthoxyquine dans la farine de poisson et 3/4 dans l'huile de poisson. L'efficacité du même antioxydant est différente dans la farine de poisson et dans l'huile de poisson et il convient donc d'évaluer les antioxydants selon l'utilisation qui en sera faite.

Tableau 5
Valeurs d'efficacité des produits d'oxydation de l'éthoxyquine et du BHT comparées à celle de l'éthoxyquine[5]

Antioxydant	**Valeurs d'efficacité (%)**	
	Farine de poisson	**Huile de poisson**
Éthoxyquine	100	100
Dimère d'EQ	69	35
Quinolone	80	74
BHT	67	77

23. La vitesse de dégradation du dimère est beaucoup plus basse que celle de l'éthoxyquine, ce qui signifie que même lorsque les niveaux d'éthoxyquine ont sensiblement diminué ceux du dimère restent suffisamment élevés pour agir comme antioxydant et protéger la farine de poisson.

[5] Aquaculture development and coordination programme, (1980). Fish feed technology, FAO Fisheries and Aquaculture department. Downloaded on 23 March 2016 from http://www.fao.org/docrep/x5738e/x5738e0b.htm.

[6] Blaszczyzyk, A., Augustyniak, A. and Skolimowski, J. Ethoxyquin : An antioxidant used in animal feed., International Journal of Food Science, Volume 2013 (2013), Article ID 585931, 12 pages http://dx.doi.org/10.1155/2013/585931.

[7] Lundebye, A.-K., Hovea, H., Mage, A., Bohne, V.J.B. and Hamre, K., (2010). Levels of synthetic antioxidants (ethoxyquin, butylated hydroxytoluene and butylated hydroxyanisole) in fish feed and commercially farmed fish. Food Additives and Contaminants, Vol. 27, No. 12, 1652-1657.

[8] De Koning, A.J., (2002). The antioxidant ethoxyquin and its analogues : A Review. International Journal of Food Properties, Vol 5, Issue 2, pp. 451-461.

[9] Thorrison, S., (1987). Antioxidant properties of ethoxyquin and some of its oxidation products. PhD Thesis, Faculty of Science, University of St Andrews, United Kingdom.

[10] De Koning, A.J., (1996). Determination of the antioxidant efficacies in fish meal of two oxidation products of ethoxyquin. International Fishmeal and Fish oil manufacturers Association, Research Report, 1996-4.

24. Lors d'une étude antérieure sur la stabilité à long terme de la farine de poisson, au cours de laquelle de la farine réactive dosée à 400-1 000 mg/kg d'éthoxyquine était stockée dans des seaux en polypropylène d'environ 5 kg à 25 °C pendant plus d'un an, on a déterminé la concentration d'éthoxyquine ainsi que des produits d'oxydation, de dimère d'éthoxyquine et de quilonone[11]. Le tableau 5 donne les concentrations de l'éthoxyquine et de ses produits d'oxydation ainsi que les équivalents totaux d'éthoxyquine (basés sur la valeur d'efficacité comparée à celle de l'éthoxyquine) à la fin de l'essai.

Tableau 6
Valeurs des concentrations d'éthoxyquine, de quinolone et de dimère d'éthoxyquine au cours d'un essai de stockage de la farine de poisson à 25 °C

Type de farine et concentration d'éthoxyquine ajoutée à l'usine ou en laboratoire	Durée de stockage (jours)	Éthoxyquine mg/kg	Quinolone mg/kg	Dimère d'éthoxyquine mg/kg	Équivalents totaux d'EQ (sur la base de l'efficacité dans l'huile de poisson) mg/kg	Équivalents totaux d'EQ (sur la base de l'efficacité dans la farine de poisson) mg/kg
Anchois/pilchard : ±400 ppm EQ	573	61	4	120	104	116
Farine de chinchard : ±1 000 ppm EQ	453	150	5	102	188	198
Anchois : 400 ppm EQ	244	323	14	74	358	364
Anchois : 400 ppm EQ	347	87	22	96	136	133
Anchois : 400 ppm EQ	365	20	2	76	47	55

25. Comme il a déjà été souligné, les antioxydants ont une efficacité différente selon qu'ils sont présents dans l'huile de poisson ou dans la farine de poisson. Les équivalents d'EQ totaux (basés sur l'efficacité dans l'huile de poisson) qui figurent au tableau 5 ont été déterminés à partir de données disponibles à l'époque et par calcul des activités antioxydantes des produits d'oxydation de l'éthoxyquine dans l'huile de poisson. Des travaux ultérieurs[5] ont déterminé les activités antioxydantes sur la base de la farine de poisson et ont utilisé les résultats obtenus pour calculer les équivalents totaux d'EQ (sur la base de l'efficacité dans la farine de poisson) le dernier jour de l'entreposage. Pour tenir compte des variations d'efficacité d'une farine à l'autre, une marge de sécurité a été calculée pour la variation statistique des résultats (limite de confiance inférieure de 90 % pour une farine donnée utilisée, ce qui donne des efficacités relatives de 63 % pour la quinolone et de 44 % pour le dimère). La formule utilisée pour calculer les équivalents d'éthoxyquine était la suivante :

Valeur équivalente totale d'EQ = EQ + (0,63 x quinolone) + (0,44 x dimère d'EQ)

26. Il est clair que les produits d'oxydation contribuent de manière non négligeable à l'efficacité de l'éthoxyquine et qu'il faut tenir compte de ces antioxydants supplémentaires lorsqu'on fixe le taux d'éthoxyquine au moment du transport. Les produits d'oxydation peuvent apporter un surcroît de protection allant de 16 % (dans le cas d'une farine de poisson qui a été entreposée pendant une période courte) à 73 % par rapport à l'éthoxyquine seule. La concentration d'antioxydant spécifiée de 100 ppm au moment de l'expédition

[11] De Koning, A.J. and Van der Merwe, G.H. (1992). Determination of ethoxyquin and two of its oxidation products in fishmeal by Gas Chromatography, Analyst, Vol 117, pp. 1571-1576.

pourrait donc être ajustée pour tenir compte de l'activité antioxydante additionnelle de l'éthoxyquine avec ses produits d'oxydation par rapport aux antioxydants de substitution.

27. La prescription actuelle de 100 ppm d'éthoxyquine résiduelle dans la farine de poisson correspond à 25-10 %, respectivement, de la valeur prescrite de dosage d'éthoxyquine de 400-1 000 ppm dans le Code IMDG. Selon les données du tableau 5 l'éthoxyquine résiduelle représente entre 40 et 88 % de l'activité antioxydante totale après une longue période de stockage (8,5-20,5 mois). Par conséquent une valeur de 60 ppm d'éthoxyquine résiduelle correspondrait en fait à 68-150 ppm d'antioxydant actif. Cette gamme d'antioxydant résiduel total équivaudra donc à 23-50 % restants du niveau efficace inférieur de dosage éprouvé en EQ de 300 ppm. En outre, il ne faut pas perdre de vue que les essais ont montré que la faible dose de 50 ppm d'éthoxyquine pouvait protéger activement les farines de poisson contre l'oxydation, comme le prouvent la période d'induction similaire au BHT dans le test à la bombe d'oxygène et la diminution limitée des acides gras oméga-3, comme avec l'éthoxyquine de 300 ppm. Une concentration résiduelle de 60 ppm d'éthoxyquine, qui représente près de 2/3 de la quantité d'antioxydants alternatifs moins actifs tels que le BHT, fournirait donc une protection efficace contre l'oxydation. Il a été démontré que le BHT a à peu près 2/3 (tableau 5) de l'activité de l'éthoxyquine et qu'il en faut donc une concentration résiduelle de 100 ppm dans la farine de poisson au moment de l'expédition. Par conséquent, un niveau résiduel inférieur pour l'éthoxyquine devrait être autorisé compte tenu de l'efficacité comparable obtenue.

28. Les antioxydants de substitution naturels sont de plus en plus demandés par les fabricants d'aliments pour animaux et ils sont utilisés dans le secteur en expansion de l'aquaculture biologique, ainsi que dans les aliments pour animaux de compagnie sensibles à l'éthoxyquine.

Les tocophérols ont été utilisés sans problèmes sur dérogations spéciales depuis 1995 pour l'expédition et le stockage de la farine de poisson stabilisée.

- Les résultats d'essais d'échauffement spontané concernant la stabilisation de la farine de poisson par traitement aux tocophérols ont mis en évidence la sécurité offerte par ce traitement (les preuves seront présentées ultérieurement dès qu'elles seront disponibles).
- Des dérogations spéciales (autorisations) ont été accordées par les autorités suivantes pour permettre l'utilisation de tocophérols au lieu d'antioxydants synthétiques pour stabiliser la farine de poisson :

  Autorité australienne de sécurité maritime ;

  Marine chilienne ;

  Autorité portuaire de Brême (Allemagne) ;

  Service public fédéral Mobilité et Transports, Contrôle de la navigation (Belgique) ;

  Département des transports des États-Unis d'Amérique ;

  Garde côtière des États-Unis d'Amérique.

Proposition

Les dispositions spéciales ci-après concernant la farine de poisson (ONU 2216) figurent dans la version actuelle (Rev. 19) du Règlement type des Nations Unies :

29 Cette matière n'est pas soumise à l'étiquetage, mais elle doit être marquée du numéro de la classe ou division.

117 Les dispositions du présent Règlement ne s'appliquent qu'en cas de transport par voie maritime.

300 La farine de poisson, les déchets de poisson et la farine de krill ne doivent pas être transportés si leur température au moment du chargement est supérieure à 35 °C, ou à 5 °C au-dessus de la température ambiante, la valeur la plus élevée étant retenue.

308 La farine de poisson ou les déchets de poisson doivent contenir au moins 100 ppm (mg/kg) d'antioxydant (éthoxyquine) au moment de l'envoi.

Le Code IMDG comporte, outre les dispositions spéciales ci-dessus, les dispositions spéciales suivantes :

907 L'envoi doit être accompagné d'un certificat délivré par une autorité reconnue précisant la teneur en humidité ; la teneur en matières grasses ; des détails concernant le traitement antioxydant pour des farines de plus de 6 mois (pour le numéro ONU 2216 seulement) ; la concentration d'antioxydant au moment de l'envoi, qui doit être supérieure à 100 mg/kg (pour le numéro ONU 2216 seulement) ; l'emballage, le nombre de sacs et la masse totale de l'envoi ; la température de la farine de poisson au moment du départ de l'usine et la date de production.

Aucun vieillissement ni maturation n'est requis avant le chargement. La farine de poisson relevant du numéro ONU 1374 doit avoir été vieillie pendant au moins 28 jours avant d'être chargée. Lorsque la farine est conditionnée dans des récipients, ils doivent être remplis de manière à ce que l'espace libre soit réduit au minimum.

928 Les dispositions de ce code ne s'appliquent pas :

à la farine de poisson acidifiée et mouillée avec plus de 40 % d'eau (en masse) indépendamment d'autres facteurs ; aux envois de farine de poisson qui sont accompagnés d'un certificat délivré par une autorité compétente reconnue du pays d'expédition ou par une autre autorité reconnue certifiant que le produit ne possède pas de propriétés d'auto-échauffement lorsqu'il est transporté emballé ; ou à de la farine de poisson « blanc » dont le taux d'humidité ne dépasse pas 12 % et la teneur en matières grasses ne dépasse pas 5 % en masse.

945 Pour qu'il ne se produise pas de combustion spontanée, la farine de poisson doit être stabilisée par application efficace en cours de fabrication de 400 à 1 000 mg/kg (ppm) d'éthoxyquine ou de buthylhydroxytoluène (BHT) liquide, ou encore de 1 000 à 4 000 mg/kg (ppm) de BHT en poudre. La période écoulée entre cette application et l'expédition du produit ne doit pas dépasser 12 mois.

L'IFFO recommande de modifier provisoirement la disposition spéciale 308 comme suit, pour l'harmoniser avec la disposition spéciale 945 du Code IMDG :

SP 308 Afin de prévenir toute combustion spontanée de la farine de poisson, il faut la stabiliser par application efficace en cours de fabrication d'éthoxyquine, de buthylhydroxytoluène (BHT) ou de tocophérols (également utilisés dans un mélange avec de l'extrait de romarin). La période écoulée entre cette application et l'expédition du produit ne doit pas dépasser 12 mois. Les déchets de poisson ou la farine de poisson doivent contenir au moins 60 ppm (mg/kg) d'éthoxyquine et 100 ppm (mg/kg) d'autres oxydants au moment de l'expédition.