

**Surveillance du**  
**marché des dentifrices**  
**Actions conduites par les laboratoires de l’Afssaps**  
**Direction des Laboratoires et des Contrôles (DLC)**  
**Site de Montpellier**

**1- Introduction :**

Entre les mois de mai et juillet 2007, des alertes provenant de différentes autorités sanitaires concernant des dentifrices ont été déclenchées au niveau mondial dénonçant à la fois la présence de diéthylène glycol (DEG) à des teneurs comprises entre 2 et 14% et des contaminations microbiennes. Certains messages d’alerte suspectaient également des contrefaçons de la marque Colgate. L’origine chinoise de la plupart de ces dentifrices suspects a rapidement été soulignée. Le DEG, toxique en cas d’ingestion et solvant connu pour ses propriétés d’antigel, aurait été substitué à la glycérine dans des dentifrices. Dans ce contexte d’urgence, l’Afssaps a sollicité les services de la DGCCRF afin de procéder à des prélèvements de dentifrices sur le territoire national en vue de contrôler leur qualité en laboratoire, dans le cadre d’une surveillance du marché.

**2- Surveillance du marché français**

**1- Origines des prélèvements de dentifrices et laboratoires impliqués:**

Les échantillons de dentifrices inclus dans cette enquête ont été prélevés par les services de la DGCCRF, des Douanes ou de l’inspection de l’Afssaps. Un total de **157** échantillons de dentifrices prélevés sur le territoire national (lieux de vente ou entreprises) a donc été analysé en 2007.

Les contrôles en laboratoire ont été mis en œuvre à la fois par le laboratoire de l’Afssaps (DLC – site de Montpellier) et par le SCL (Services commun des laboratoires des fraudes et des douanes, site d’Oullins). Le premier laboratoire sollicité a été celui de la DLC qui a assuré l’ensemble des contrôles des échantillons prélevés de fin juillet à fin août 2007. Le SCL après avoir mis en place la méthode début septembre a réalisé une partie des contrôles des dentifrices du marché français. (Cf tableau n°1)

La DLC a reçu, entre le 24 juillet et fin août 2007, un flux de produits de 123 échantillons de dentifrices. Une stratégie de mise en contrôle a été appliquée avec une priorité donnée aux échantillons d’origine chinoise et à ceux provenant des Douanes. L’enquête a été poursuivie jusqu’à fin 2007 et le nombre total d’échantillons contrôlés par la DLC a été de 130. Le SCL a contrôlé 27 échantillons entre septembre et décembre 2007.

Tableau n°1 : Nombre d’échantillons de dentifrices prélevés et contrôlés en laboratoire en 2007

Contrôle en laboratoire	DLC (Afssaps)	SCL (DGCCRF)	Total
<b>Prélèvements</b>			
<b>DGCCRF</b>	<b>92</b>	<b>27</b>	<b>119</b>
<b>Afssaps</b>	<b>32</b>		<b>32</b>
<b>Douanes</b>	<b>6</b>		<b>6</b>
<b>TOTAL</b>	<b>130</b>	<b>27</b>	<b>157</b>

## Commentaires :

Les signaux d'alerte étaient doubles : d'une part, une suspicion de présence anormale de DEG et/ou une contamination microbienne ; d'autre part, des risques de contrefaçon de la marque Colgate. A partir de ces éléments, les inspecteurs des services de la DGCCRF ont particulièrement ciblé leurs prélèvements sur la marque Colgate. Il en découle que la marque Colgate est sur-représentée dans cet échantillonnage avec 59 échantillons (38%) sur un total de 157. L'autre facteur de risque identifié est l'origine chinoise de la fabrication, celle-ci représente 23 échantillons (15%). Cet échantillonnage révèle également une grande dispersion des lieux de fabrication puisque plus de 15 pays ont pu être identifiés.

Tableau n°2 : Nombre d'échantillons de dentifrices contrôlés en lien avec leur marque et leur origine de fabrication

Marque	Colgate	Autres	Total
<b>Origine fabrication</b>			
<b>Chinoise</b>	2	21	23 (15%)
<b>Autres *ou non indiquée</b>	57	77	134 (85%)
<b>TOTAL</b>	59 (38%)	98 (62%)	157

\* origine de fabrication extrêmement variée (Plus de 15 pays)

## 2- contrôles réalisés par la DLC site de Montpellier :

Les 130 échantillons reçus sur le site ont fait l'objet pour une partie d'entre eux d'un examen de l'étiquetage (84 échantillons – 65 %) et pour l'ensemble de contrôles en laboratoire incluant des essais en physico-chimie (126 échantillons – 97 %) et en microbiologie (53 échantillons, 41 %, cf. tableau n°3). Un tableau de suivi des échantillons reçus a été mis à jour régulièrement et diffusé au sein de l'Afssaps et de la DGCCRF.

- **méthode de contrôle en physico-chimie : DEG**

Aucune méthode officielle ou normative n'était disponible pour le contrôle du DEG. Une recherche bibliographique a permis de sélectionner la méthode proposée par la FDA et accessible sur son site internet. Cette méthode par GC/MS (chromatographie gazeuse – spectrométrie de masse) éditée en juin 2007 par la FDA a été appliquée pour l'analyse de l'ensemble des échantillons reçus avec une validation par échantillon (méthode des ajouts dosés).

Les teneurs en DEG dans les dentifrices supérieures à 1% ont été notifiées non conformes.

- **méthode de contrôle en microbiologie**

Les contrôles de la contamination microbienne ont été mis en œuvre selon la Pharmacopée Européenne (édition en vigueur- chapitres 2.6.12 et 2.6.13). Les critères de conformité retenus suivent les recommandations du comité d'experts européens de décembre 2006 : le nombre total de micro-organismes  $\leq 10^3$  ufc/g ou ml et absence de micro-organismes spécifiés.

Tableau n°3 : synthèse sur les contrôles effectués :

Type de contrôles réalisés	Recherche DEG	Microbiologique	Etiquetage
<b>Nb échantillons</b> <b>Nb produits (%)</b>			
<b>130</b> <b>69</b>	<b>126 (97%)</b> <b>67 (97%)</b>	<b>53 (41%)</b> <b>33 (48%)</b>	<b>84 (65%)</b> <b>49 (71%)</b>

### 3 - Résultats

Sur l'ensemble des 157 échantillons testés issus du marché français, une présence de DEG à des teneurs comprises entre 1,8% et 9% a été décelée sur 14 échantillons (9 produits). Des problèmes de qualité microbiologique ont été également mis en évidence ; ainsi 5 échantillons de dentifrice (3 produits) ont présenté des taux de contaminations élevés, compris entre  $3.10^6$  et  $2.10^7$  germes/ gramme, incluant notamment la présence d'une bactérie pathogène (*Pseudomonas aeruginosa*).

**Ainsi, dans cette enquête comprenant 157 échantillons de dentifrices, les non conformités analytiques ont concernées 19 échantillons : 14 pour des teneurs en DEG > 1% et 5 pour des motifs de mauvaise qualité microbiologique, ce qui représente 11 dentifrices différents. Dix de ces dentifrices étaient d'origine chinoise, pour le dernier dentifrice le pays de fabrication est inconnu (réf n°1).**

Les contrôles portant sur l'étiquetage ont mis en évidence des non conformités. Les principales non conformités d'étiquetage étaient : absences de la mention de présence de mono fluorure, du nom et de l'adresse du responsable de la mise sur le marché ainsi que du numéro de lot. Le nombre de dentifrices concernés par ces non respects de la réglementation en matière d'étiquetage est particulièrement important car il concerne 31 dentifrices sur les 49 dont l'étiquetage a été étudié. Les non respects d'étiquetage sont des observations courantes relevées par les services d'inspection de l'Afssaps et font habituellement l'objet de rappel des règles aux fabricants.

D'après les éléments transmis à l'Afssaps, il est à préciser qu'aucune contrefaçon de dentifrice n'a été identifiée sur le territoire national.

Tableau n°4 : synthèse des résultats ajustés sur les laboratoires impliqués et l'origine des prélèvements :

Laboratoire de contrôles			
Origine prélèvements Nb non-conformité : NC	DLC (Afssaps)	SCL (DGCCRF/Douanes)	Total
DGCCRF	92	27	119
NC	3	1	4
AFSSAPS	32		32
NC	15		15
DOUANES	6		6
NC	0		0
TOTAL	130	27	157
NC	18	1	19 (12%)

### 3- Conclusion

Cette enquête de surveillance du marché français des dentifrices, réalisée en urgence conjointement par l'Afssaps et les services de la DGCCRF et des Douanes, a permis de procéder en moins de 2 mois aux retraits de 11 dentifrices du territoire national (cf réf n°1). Ce travail atteste des capacités de réactivité du système de surveillance des cosmétiques et l'intérêt de la bonne coopération entre les services de l'Etat. Il souligne, également, l'importance de l'analyse des signaux d'alerte qui, dans ce cas, a été particulièrement pertinente car sur les 11 dentifrices qui ont fait l'objet de mesures de police sanitaire, 10 étaient d'origine chinoise. La surveillance du marché français sera poursuivie en 2008 car régulièrement des dentifrices à risque sont retirés du marché européen.

Ref 1: [http://www.afssaps.fr/var/afssaps\\_site/storage/original/application/8cc0b22bf6855a1c3fb17f6d246aeca9.pdf](http://www.afssaps.fr/var/afssaps_site/storage/original/application/8cc0b22bf6855a1c3fb17f6d246aeca9.pdf)