



DIRECTION GÉNÉRALE DES PRODUITS DE SANTÉ ET DES ALIMENTS

OTTAWA

DÉTECTION DES MATIÈRES ÉTRANGÈRES DANS LE CAILLÉ DE SOJA (TOFU) SEC ET HUMIDE

**Division de la recherche, Bureau de dangers microbiens,
Direction des aliments, repère postale: 2204A2
Santé Canada, Ottawa (Ontario) K1A 0L2**

1. APPLICATION

Cette méthode s'applique à l'échantillonnage et à l'examen du tofu, opérations qui visent à vérifier s'il est contaminé par des insectes, des acariens, des poils de rongeurs et d'autres matières étrangères et à déterminer ainsi s'il est conforme aux articles 4, 5 et 7 de la Loi des aliments et drogues. Cette méthode remplace la méthode ExFLP-20 datée de septembre 1987.

2. DÉFINITION

Le lot est la quantité (volume, poids, etc.) de l'aliment qui est produite, entreposée ou expédiée dans les conditions les plus uniformes possibles, et désignée, de préférence sur chaque contenant, par une marque ou un code commun et, dans tous les cas, composée d'une seule variété, d'une seule catégorie ou d'un seul type de produit provenant d'une seule source identifiable.

3. ÉCHANTILLONNAGE

- 3.1 Examiner attentivement tout le lot afin d'y déceler toute infestation vivante. Il ne faut alors prélever les unités d'échantillonnage qu'après fumigation ou un autre traitement efficace.
- 3.2 Prélever au hasard dans le lot trois unités d'échantillonnage d'au moins 100 g chacune au moyen du matériel nécessaire et les déposer dans les contenants appropriés. Trois unités d'échantillonnage constituent un échantillon.
- 3.3 Il faut garder séparément chaque unité d'échantillonnage et lui attribuer un numéro de 1 à 3. Il faut consigner des renseignements complets sur la grosseur du lot, le poids de chaque contenant, le pays d'origine, l'exportateur, l'importateur, le fabricant canadien, le nom du produit, le numéro du lot, et les joindre à l'échantillon.

4. MATÉRIEL ET PRODUITS SPÉCIAUX

- 1) Balance
- 2) Deux béchers de 2,0 L avec couvercles (verres de montre)
- 3) Barreau d'agitateur magnétique lisse recouvert de téflon (1x5 cm)

- 4) Plaques chauffantes avec agitateur magnétique
- 5) Tamis standard américain n° 230
- 6) Plat peu profond d'au moins 20 cm de diamètre
- 7) Percolateur de 2 L avec niveaux préindiqués de 250 ml et 1 700 ml
- 8) Spatule en caoutchouc fixée à une longue tige de verre
- 9) Flacons-gicleurs
- 10) Appareil de filtration sous vide muni d'un entonnoir Buchner ou Hirsch (plaque perforée de 5-7 cm)
- 11) Papier-filtre ligné. Le papier-filtre doit être plus grand que l'entonnoir (7-9 cm).
- 12) Boîtes de Pétri correspondant à la taille du papier-filtre utilisé
- 13) Microscope stéréoscopique (10-30x)
- 14) Papier-filtre sans cendre. Le papier-filtre doit être plus grand que l'entonnoir (7-9 cm).
- 15) Four à séchage (40-60 °C)
- 16) Creuset
- 17) Dessiccateur
- 18) Four à moufle
- 19) HCl concentré
- 20) Solution antimousse. Antimousse "B" - (BDH Chemicals)
- 21) Détergent, solution de laurylsulfate de sodium à 1 %
- 22) Huile minérale. Huile de paraffine, blanche, légère, viscosité universelle de Saybolt 125/135 (38 °C), densité relative 0,840-0,860 (24 °C)
- 23) Alcool : éthanol à 95 % ou isopropanol à 99 %
- 24) Mélange (1:1) glycérol-alcool (95 %)
- 25) Chloroforme (CHCl₃)

5. MARCHE À SUIVRE

L'analyse doit se dérouler conformément aux instructions suivantes.

5.1 Préparation des unités d'analyse

- 5.1.1 Prélever au hasard 100 g de tofu sur une unité d'échantillonnage. Ces 100 g constituent une unité d'analyse.
- 5.1.2 Répéter l'étape 5.1.1 pour les deux unités d'échantillonnage qui restent.

5.2 Isolement - Saletés légères

- 5.2.1 Déposer une unité d'analyse dans un bécher de 2 L. Ajouter 1 L de HCl (70 ml d'acide chlorhydrique concentré + 930 ml d'eau) et 0,3 ml de solution antimousse et un barreau d'agitateur magnétique.
- 5.2.2 Faire bouillir en agitant constamment la solution jusqu'à ce que le mélange soit finement dispersé (15 min ou plus).
- 5.2.3 S'il y a des matières grasses qui flottent à la surface de la suspension de HCl, il faut dégraisser de la façon suivante. Humecter un tamis n° 230 avec de l'eau chaude du robinet (50-70 °C), jusqu'à la disparition de tout le liquide et d'une partie des particules fines. Déposer le tamis dans un plat peu profond, recouvrir d'une couche d'environ 2 cm de détergent chaud (solution de lauryl-sulfate de sodium à 1 %) (50 à 70 °C), laisser reposer pendant 5 minutes, laisser le liquide s'écouler et mouiller le tamis avec de l'eau chaude du robinet jusqu'à ce que toute la mousse soit disparue. Il ne faut pas laisser la mousse déborder du tamis. Répéter le dégraissage au moins une fois ou jusqu'à ce qu'il ne reste plus de matières grasses visibles. Transférer dans le bécher initial les substances retenues sur le tamis en utilisant de l'eau chaude (50-70 °C) et diluer à environ 1 L. Porter le contenu au point d'ébullition.
- 5.2.4 Ajouter 50 ml d'huile minérale et porter de nouveau au point d'ébullition.
- 5.2.5 Déposer le bécher sur un agitateur magnétique (froid) et agiter pendant 5 minutes à la vitesse maximale qui ne produit pas d'éclaboussures visibles ou audibles.
- 5.2.6 Verser sans tarder le contenu du bécher dans un percolateur contenant environ 250 ml d'eau. Utiliser de l'eau chaude du robinet pour rincer le contenu du bécher dans un percolateur. Bien transférer tout son contenu, y compris les saletés lourdes. Ajouter de l'eau chaude du robinet au percolateur pour en porter le contenu à 1 700 ml. Après une minute, brasser le contenu du percolateur avec une baguette de verre.
- 5.2.7 Utiliser des flacons-gicleurs pour rincer dans un bécher les particules magnétiques adhérant au barreau d'agitateur magnétique. Utiliser d'abord de l'eau, puis de l'alcool et, enfin, du détergent, jusqu'à ce qu'il ne reste plus de particules sur le barreau d'agitateur. Filtrer les eaux de rinçage sur du papier-filtre ligné en utilisant l'appareil de filtration sous vide. Déposer le papier-filtre dans une boîte de Pétri et humecter le papier avec un mélange glycérol-alcool.
- 5.2.8 Après deux minutes, laisser couler dans un bécher de 2 L l'interface d'huile contenue dans le percolateur, jusqu'à ce que le percolateur n'en contienne plus que 250 ml. Conserver le contenu du bécher pour la détermination des saletés lourde.
- 5.2.9 Remplir de nouveau le percolateur en versant de l'eau chaude du robinet sur ses parois pour détacher la matière qui y adhère et ajouter du liquide pour porter le volume à 1 700 ml.
- 5.2.10 Après 2 à 3 minutes, vider le contenu du percolateur en laissant baisser le niveau jusqu'à 250 ml, jeter les eaux de rinçage et répéter l'opération au moins deux autres fois. La couche du bas ne devrait contenir presque aucune matière en suspension après le remplissage. Si elle en contient encore, répéter l'opération au moins une fois.
- 5.2.11 Pour finir, laisser écouler l'interface huile-eau jusqu'à ce que le percolateur ne contienne plus que 250 ml et vider le liquide qui reste dans le bécher initial. Utiliser des flacons-gicleurs pour rincer sans tarder les parois du percolateur : utiliser successivement des volumes d'au moins 50 ml d'eau chaude du robinet, d'alcool et d'eau chaude du robinet. Utiliser du détergent au besoin.
- 5.2.12 Utiliser un appareil de filtration sous vide pour filtrer le contenu du bécher sur du papier-filtre ligné. Utiliser au moins 50 ml d'eau, d'alcool, de détergent avec ou sans eau. Utiliser au besoin une spatule en caoutchouc pour nettoyer les parois du bécher.

5.2.13 Déposer les papiers-filtres dans des boîtes de Pétri et les humecter avec un mélange glycérol-alcool.

5.3 Examen - Saletés légères

Examiner les papiers-filtres au microscope à 30x pour déterminer s'ils contiennent des matières étrangères.

5.4 Inscription des résultats - Saletés légères : ExFLP-20

5.4.1 Consigner le nombre d'insectes entiers et d'équivalents d'insectes, pour chaque unité d'analyse. Un équivalent d'insecte est un morceau d'insecte qui contient plus que la moitié de la tête. La tête doit comprendre tout le lobe frontal.

5.4.2. Consigner le nombre et l'échelle de grandeur de chaque catégorie de fragments d'insecte, de poils de rongeurs et d'autres types de saletés légères décelées. Il faut le faire pour chaque unité d'analyse.

5.5 Isolement - Saletés lourdes

5.5.1 Brasser le contenu du bécher, conservé à l'étape 5.2.8 lors de l'isolement des saletés légères, avec une spatule en caoutchouc pendant 30 secondes et laisser reposer la suspension sans la perturber pendant 30 minutes.

5.5.2 Décantier les substances alimentaires en suspension sans perturber celles qui sont au fond.

5.5.3 Ajouter au bécher 400-500 ml d'eau, brasser pendant 30 secondes et laisser reposer pendant 10 minutes.

5.5.4 Répéter les étapes 5.5.2 et 5.5.3 jusqu'à ce que presque toutes les substances végétales aient été décantées.

5.5.5 En présence de saletés lourdes, ajouter 100-200 ml de CHCl_3 , agiter pendant 30 secondes, laisser reposer pendant 10 minutes et décantier ensuite la couche aqueuse (couche du haut) sans troubler l'interface CHCl_3 -eau.

5.5.6 Filtrer le contenu du bécher sur un papier-filtre prépesé, séché au four et sans cendre. Déposer le papier-filtre dans une boîte de Pétri.

5.6 Examen - Saletés lourdes

Examiner le papier-filtre au microscope à 30x afin de déterminer s'il contient des excréments de rongeurs, des excréments d'insectes, des larves d'insectes, des œufs d'insectes et d'autres contaminants organiques.

5.7 Inscription des résultats - Saletés lourdes : ExFLP-20

5.7.1 Consigner le nombre et l'échelle de grandeur de chaque catégorie de saletés lourdes. Il faut le faire pour chaque unité d'analyse.

5.7.2 Faire sécher le papier-filtre au four et peser. Calculer par différence le poids des saletés lourdes et consigner ce renseignement.

5.7.3 S'il reste des résidus pour la peine, déposer le papier-filtre et son contenu dans un creuset prépesé et faire calciner dans un four à moufle à environ 500 °C pendant deux heures. Laisser refroidir dans un dessiccateur et peser. Calculer par différence le poids des cendres et consigner ce renseignement.

6. INTERPRÉTATION

- 6.1 Voir le tableau 2 du document «Direction générale de la protection de la santé. Sommaire des normes et des lignes directrices concernant l'innocuité», volume 1 du Compendium des méthodes pour l'analyse biologique, où l'on trouve les lignes directrices de la DGPS sur les différents types de substances étrangères dans le caillé de soja (tofu) sec et humide.
- 6.2 En cas de doute quant à l'acceptabilité du lot, communiquer avec la Division de l'évaluation, Bureau de dangers microbiens, Direction des aliments, Direction générale de la protection de la santé (téléphone : (613) 957-0349; télécopieur : (613) 952-6400).