



DIRECTION GÉNÉRALE DE LA PROTECTION DE LA SANTÉ

OTTAWA

**DÉTECTION DES MATIÈRES ÉTRANGÈRES DANS LA SAUCE SOJA
ET DANS LES SAUCES DE SOJA FERMENTÉ**

M.-A. Rivers

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

1. APPLICATION

La présente méthode s'applique au prélèvement d'échantillons des sauces soja et des sauces de soja fermenté et à la détection de toutes matières étrangères de ces produits afin d'en déterminer la conformité aux articles 4, 5 et 7 de la Loi sur les aliments et drogues. La présente méthode remplace la méthode ExFLB n° 12 de Gardiner et McClymont Peace.

2. DÉFINITION DES TERMES

Un lot est la quantité d'un aliment (mesurée en volume, en poids ou autrement) produit, entreposé et (ou) expédié dans des conditions qui sont les plus uniformes possible, de préférence désigné par une marque ou un code commun à tous les contenants qui le constituent. Le lot ne doit en aucun cas comprendre plus d'une variété, d'une catégorie ou d'un type de produit provenant d'une source identifiable unique.

3. PRÉLÈVEMENT DES ÉCHANTILLONS

3.1 Prélever au hasard dans le lot trois unités d'échantillonnage pour l'analyse des saletés légères et trois autres pour l'analyse des saletés lourdes. Utiliser à cette fin les contenants et l'équipement d'échantillonnage appropriés. Pour l'analyse des saletés légères, tout le contenu d'une bouteille forme une unité d'échantillonnage. Chaque unité, pour l'analyse tant des saletés légères que des saletés lourdes, doit peser au moins 100 g. Trois unités composent ce qu'on appelle un échantillon.

3.2 Identifier par les chiffres 1, 2 et 3 ces trois unités qui doivent rester distinctes. Noter les renseignements concernant la taille du lot, le poids de chaque contenant, le pays d'origine, les noms de l'exportateur et de l'importateur, ou celui du fabricant canadien, ainsi que les marques d'identification du produit et du lot; ces renseignements doivent accompagner l'échantillon.

4. MATÉRIEL ET ÉQUIPEMENT SPÉCIAL

- 1) Balance
- 2) Bêchers de 1 L
- 3) Tige magnétique à surface lisse recouverte de téflon (1 x 5 cm)

- 4) Plaque chauffante avec agitateur
- 5) Tamis n° 230 (norme américaine)
- 6) Fiole collectrice Wildman de 2 L (ACAO 945.75 h(4), 15^e éd.)
- 7) Spatule de caoutchouc fixée à une tige de verre
- 8) Flacons-laveurs
- 9) Dispositif de filtration sous vide muni d'un entonnoir Buchner ou Hirsch (plaque perforée de 5-7 cm)
- 10) Papier-filtre ligné de dimension plus grande que la plaque de l'entonnoir (7-9 cm)
- 11) Boîtes de Pétri de dimension appropriée au papier-filtre utilisé
- 12) Microscope stéréoscopique (30x-70x)
- 13) Papier-filtre sans cendre, de dimension plus grande que la plaque de l'entonnoir (7-9 cm)
- 14) Etuve (40-60 °C)
- 15) Creuset
- 16) Dessiccateur
- 17) Four à moufle
- 18) Isopropanol (99 % et 40 %)
- 19) Éthanol (95 % et 60 %)
- 20) Heptane
- 21) Solution de Tween 80 dans l'isopropanol à 40 %. Ajouter 210 mL d'isopropanol 40 % à 40 mL de polysorbate 80 (ICI United States Inc.) et mélanger
- 22) Solution d'EDTA tétrasodique dans l'isopropanol. Dissoudre 5 g de Na₄EDTA dans 100 mL de H₂O, ajouter 150 mL d'isopropanol à 99 % et mélanger
- 23) Mélanger 1:1 (v/v) de la solution de Tween 80 dans l'isopropanol à 40 % et de la solution d'EDTA tétrasodique dans l'isopropanol. Mélanger juste avant d'utiliser.
- 24) Huile de flottation, 85 mL d'huile de paraffine blanche, légère, de viscosité Saybolt universelle 125/135, et 15 mL d'heptane
- 25) Mélange 1:1 (v/v) glycérol-éthanol (95 %)
- 26) Solution de NaCl 15 % chaude (45-55 °C)

5. **MODE OPÉRATOIRE**

L'analyse se fera conformément aux instructions suivantes :

5.1 **Unités d'analyse**

- 5.1.1 Pour l'analyse des saletés légères l'unité d'analyse comprend tout le contenu d'une bouteille.
- 5.1.2 Pour les saletés lourdes, agiter le contenant pour remettre tout le contenu en suspension. Prélever une unité d'analyse de 100 g; et répéter cette démarche avec les deux autres unités d'échantillonnage.

5.2 Séparation : Sauce soja - Saletés légères

- 5.2.1 Passer tout le contenu de la bouteille à travers un tamis n° 230 à l'aide d'un fort jet d'eau courante chaude (45-55 °C).
- 5.2.2 Rincer l'intérieur de la bouteille à l'eau en agitant pour déloger toutes les particules restantes. Verser le contenu sur le tamis n° 230. Rincer la bouteille au moins trois autres fois. Laver le contenu du tamis jusqu'à ce que l'eau de lavage soit claire.
- 5.2.3 Transférer quantitativement le contenu du tamis dans un bécher et filtrer sur papier-filtre ligné.
- 5.2.4 Répéter l'opération avec les deux autres unités d'analyse.

5.3 Séparation : Sauce à saveur d'huîtres - Saletés légères

- 5.3.1 Passer le contenu de la bouteille ou du contenant à travers un tamis n° 230. Laver le contenu avec un fort jet d'eau courante chaude (45-55 °C) jusqu'à ce que l'eau de lavage soit claire.
- 5.3.2 Transférer quantitativement le contenu du tamis dans une fiole collectrice de 2 L avec de l'eau. Diluer à 800 mL avec de l'eau.
- 5.3.3 Ajouter une ligne magnétique et 50 mL d'heptane.
- 5.3.4 Porter lentement l'agitateur à la vitesse maximale qui ne produit aucune éclaboussure audible ou visible ni d'émulsion permanente. Toutes les matières doivent être en suspension et une partie de la tige magnétique doit être visible au fond du vortex. Agiter pendant 5 minutes.
- 5.3.5 Ajouter lentement de l'eau dégazéifiée le long de la tige collectrice, en maintenant continuellement l'obturateur légèrement au-dessus de la couche d'heptane. Une fois l'obturateur presque entièrement relevé, continuer d'ajouter l'eau jusqu'à ce que toute la couche d'heptane dépasse l'obturateur d'environ 1 cm.
- 5.3.6 Agiter l'obturateur dans la partie inférieure de la fiole collectrice de façon à mettre les sédiments en suspension.
- 5.3.7 Laisser reposer le mélange 30 min en agitant la couche inférieure occasionnellement durant les 20 premières minutes.
- 5.3.8 Faire tourner lentement la tige pour enlever les sédiments qui pourraient s'être posés sur le dessus de l'obturateur et, en même temps, relever doucement la tige à sa position la plus haute. Dans cette position, rincer la tige et le col de la fiole à l'eau. Maintenir l'obturateur en place et verser le liquide ainsi piégé dans un bécher.
- 5.3.9 Rincer les matières qui adhèrent à la tige et au col de la fiole avec de l'eau et verser le liquide de rinçage dans le bécher.
- 5.3.10 Abaisser doucement la tige sans perdre de liquide. Prendre garde aux éclaboussures qui peuvent se produire surtout lorsque l'obturateur adhère au col de la fiole.
- 5.3.11 Filtrer le contenu du bécher sur un papier-filtre ligné à l'aide d'un dispositif de filtration sous vide.

- 5.3.12 Ajouter 35 mL d'heptane dans la fiole collectrice. Remuer vigoureusement à la main dans un mouvement de rotation durant 1 minute.
- 5.3.13 Laisser reposer le mélange 30 min en agitant la couche inférieure occasionnellement durant les 20 premières minutes.
- 5.3.14 Verser dans le bécher, en rinçant la tige et le col de la fiole à l'eau, puis à l'éthanol (à 95 %).
- 5.3.15 Filtrer quantitativement le contenu sur un second papier-filtre ligné.
- 5.3.16 Répéter le procédé pour les autres unités d'analyse.
- 5.3.17 Transférer les papiers-filtres dans des boîtes de Pétri et humidifier avec le mélange glycérol-éthanol.

5.4 Séparation : Sauces de soja fermenté - Saletés légères

- 5.4.1 Vider tout le contenu de la bouteille ou du contenant dans un bécher de capacité appropriée. Ajouter un volume d'eau et 1/2 volume (volume original de l'échantillon) d'isopropanol à 99 % et une tige magnétique.
- 5.4.2 Placer sur une plaque chauffante avec agitateur et faire bouillir pendant 10 min avec agitation magnétique continue.
- 5.4.3 Tamiser en milieu humide le contenu du bécher jusqu'à ce que l'eau de lavage soit claire.
- 5.4.4 Transférer le contenu du tamis humide dans une fiole collectrice de 2 L avec de l'éthanol à 60 %. Rincer les parois de la fiole avec de l'éthanol à 60 % et porter le volume à 800 mL.
- 5.4.5 Ajouter 100 mL du mélange 1:1 de la solution de Tween 80 dans l'isopropanol 40 % et de la solution d'EDTA tétrasodique dans l'isopropanol, en le faisant couler lentement le long de la tige collectrice et en maintenant le haut de l'obturateur légèrement dans la couche d'éthanol à 60 %. Remuer doucement à la main durant 1 min.
- 5.4.6 Laisser reposer 1 min.
- 5.4.7 Ajouter lentement 50 mL d'huile de flottation en la faisant couler le long de la tige collectrice, et en maintenant le haut de l'obturateur légèrement au dessus de la couche d'éthanol à 60 %.
- 5.4.8 Porter lentement l'agitateur à la vitesse maximale qui ne produit aucune éclaboussure audible ou visible ni d'émulsion permanente. Toutes les matières doivent être en suspension et une partie de la tige magnétique doit être visible au fond du vortex. Remuer pendant 5 min.
- 5.4.9 Ajouter lentement de l'éthanol à 60 % dégazéifié le long de la tige collectrice, en maintenant l'obturateur légèrement au dessus de la couche d'huile. Une fois l'obturateur presque entièrement relevé, continuer de verser l'éthanol jusqu'à ce que toute la couche d'huile dépasse d'environ 1 cm l'obturateur complètement relevé.
- 5.4.10 Agiter l'obturateur dans la partie inférieure de la fiole collectrice de façon à mettre les sédiments en suspension.
- 5.4.11 Laisser reposer le mélange 30 min en agitant la couche de fond de façon intermittente durant les 20 premières minutes.
- 5.4.12 Continuer comme pour la séparation des saletés légères de la sauce à saveur d'huître en répétant les étapes 4.3.8 à 4.3.16. À l'étape 12, ajouter 35 mL d'huile de flottation au lieu de l'heptane.

5.5 Examen

5.5.1 Examiner les papiers-filtres au microscope stéréoscopique à un grossissement de 30x afin de détecter tous les types de matières étrangères. Utiliser un grossissement supérieur (70x) seulement pour confirmer la nature des particules douteuses à 30x.

5.6 Séparation : Toutes les sauces - saletés lourdes

5.6.1 Agiter le contenant afin de remettre le produit en suspension. Transférer l'unité d'analyse dans un bécher de 1 L. Ajouter 200 mL d'eau et agiter vigoureusement à la main à l'aide d'une spatule de caoutchouc durant 30 s, et laisser reposer la suspension pendant 5 min.

5.6.2 Décanter les matières alimentaires en suspension sans remuer les saletés lourdes dans le fond.

5.6.3 Ajouter 200 mL d'eau et agiter à nouveau. Laisser reposer 5 min et décanter comme à l'étape 2.

5.6.4 Ajouter 200 mL d'une solution de NaCl 15 % chaude (45-55 °C), laisser reposer 5 min, puis décanter sans remuer le fond.

5.6.5 Répéter une autre fois l'étape 4.

5.6.6 Enlever le NaCl et les tissus végétaux restants en lavant les matières lourdes plusieurs fois à l'eau.

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

5.6.8 Examiner le papier-filtre à l'aide d'un microscope stéréoscopique à un grossissement de 30x pour y déceler les excréments de rongeurs et d'insectes, les larves et les oeufs d'insectes et autres saletés organiques.

5.6.9 Faire sécher le papier-filtre au four à 40-60 °C et peser. Déterminer le poids des saletés lourdes par soustraction.

5.6.10 Si les résidus sont trouvés en quantité mesurable, placer le papier-filtre avec son contenu dans un creuset prépesé et réduire en cendres dans un four à moufle à environ 500 °C durant deux heures. Laisser refroidir les cendres dans un Dessiccateur et peser. Déterminer le poids par soustraction.

5.6.11 Répéter les opérations avec les unités d'analyse restantes.

5.7 Consignation des résultats : ExFLP-10

5.7.1 Enregistrer par unité d'analyse le nombre et l'échelle des dimensions de toutes les matières étrangères récupérées par la méthode d'extraction des saletés légères.

5.7.2 Enregistrer la quantité (mg) de saletés lourdes trouvées.

6. INTERPRÉTATION

6.1 La DGPS n'a pas adopté de lignes directrices précises dans le cas de ces produits. L'acceptation des lots dépend de la teneur totale en matières étrangères.

6.2 S'il y a des doutes quant à l'acceptabilité du lot, s'adresser à la Division de l'évaluation du Bureau des dangers microbiens, Direction générale de la protection de la santé (téléphone : (613) 957-0349 ou FAX : (613) 952-6400).