



DIRECTION GÉNÉRALE DE LA PROTECTION DE LA SANTÉ

OTTAWA

DÉTECTION DES MATIÈRES ÉTRANGÈRES DANS
LES RAISINS SECS ET LES RAISINS DE CORINTHE

M.-A. Rivers

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

1. **APPLICATION**

La présente méthode s'applique à l'examen des raisins secs et des raisins de Corinthe pour vérifier s'ils sont contaminés par des insectes, des acariens, des moisissures, des poils, des fibres, du sable, de la terre et d'autres matières étrangères, et ainsi déterminer leur conformité aux articles 4, 5 et 7 de la *Loi sur les aliments et drogues*. La présente méthode remplace la méthode ExFLP-13 de septembre 1987. Les raisins secs, qui sont le fruit du *Vitis vinifera* (L.), peuvent être produits par séchage au soleil ou par déshydratation artificielle. La déshydratation artificielle peut comprendre une lessive ou un trempage au soufre. Les raisins secs peuvent être infestés par plusieurs acariens et insectes d'entreposage. En voici quelques exemples : *Cadra figulilella* (Gregson) - pyrale des raisins, *Plodia interpunctella* (Hübner) - pyrale indienne de la farine, *Carpophilus hemipterus* (L.) - carpophile, *Oryzaephilus surinamensis* (L.) - cucujidé dentelé des grains, *Carpoglyphus lactis* (L.) - acarien des fruits secs. Les excréments et les poils de rongeurs sont aussi des contaminants communément retrouvés dans les raisins secs et les raisins de Corinthe.

2. **DÉFINITION**

Un lot est la quantité (en volume, en poids, etc.) d'un aliment produit, entreposé ou expédié dans des conditions aussi uniformes que possible et, de préférence, identifié par un code ou une marque commune à tous les contenants et qui, dans tous les cas, ne se compose que d'une variété, une catégorie ou un type de produit provenant d'une source unique identifiable.

3. **PRÉLÈVEMENT DES ÉCHANTILLONS**

- 3.1 Examiner minutieusement le lot entier pour y détecter toute infestation par des organismes vivants. Le cas échéant, n'échantillonner qu'après fumigation ou autre traitement efficace.
- 3.2 Prélever au hasard sur le lot trois unités d'échantillonnage d'au moins 400 g chacune à l'aide de l'instrument nécessaire et les placer dans les contenants appropriés.
- 3.3 Garder chaque unité d'échantillonnage séparément et étiqueter chacune d'elles (1, 2, 3, etc.). Consigner tous les renseignements concernant la taille du lot, le poids de chaque contenant, le pays d'origine, l'exportateur, l'importateur, le nom du produit et le numéro du lot, et les joindre à l'échantillon.

4. MATÉRIEL ET ÉQUIPEMENT SPÉCIAL - MOISSURES

- 1) Microscope stéréoscopique (10-30X);
- 2) microscope composé (100X);
- 3) loupe (3-5x);
- 4) solution oxydante : préparer une solution aqueuse fraîche contenant du peroxyde d'hydrogène à 5 % (H_2O_2) et l'hydroxyde d'ammonium à 1 % (NH_4OH);
- 5) cristallisoirs de verre (70 x 50 mm);
- 6) papier noir glacé;
- 7) béchers (250 mL et 500 mL);
- 8) plaque chauffante;
- 9) plateau de couleur pâle.

5. MODE OPÉRATOIRE - MOISSURES

L'examen se fera conformément aux instructions suivantes.

5.1 Préparation des unités d'analyse

- 5.1.1 Bien mélanger une unité d'échantillonnage et prélever cent fruits entiers. Un morceau de fruit plus gros qu'un demi-fruit doit être considéré comme un fruit entier. Si un morceau plus petit qu'un demi-fruit est prélevé, le remplacer par un fruit entier. Ces cent fruits constituent une unité d'analyse.
- 5.1.2 Répéter l'étape 5.1.1 pour les deux unités d'échantillonnage qui restent.

5.2 Examen visant à détecter des moisissures viables - Raisins secs et raisins de Corinthe séchés naturellement

(s'applique aux fruits qui n'ont pas été blanchis lors d'un traitement de lessive ou d'un traitement à l'huile ou à la chaleur). Poursuivre cette partie seulement si le compte des moisissures viables est nécessaire. Cependant, tous les fruits doivent être analysés comme au paragraphe 5.3 pour le compte total des moisissures.

- 5.2.1 Déposer dix à quinze fruits à la fois dans un cristallisoir de verre.
- 5.2.2 Couvrir les fruits avec la solution oxydante fraîche.
- 5.2.3 Déposer le cristallisoir sur un papier noir glacé et compter le nombre de fruits qui dégagent une quantité appréciable de bulles d'oxygène.
- 5.2.4 Retirer les fruits et vérifier la présence de filaments de moisissures en transférant les parties suspectes (ou un échantillon représentatif de ces parties, si elles sont trop importantes) sur une plaque de verre et en les observant au microscope composé (100X). Les levures réagiront aussi avec le peroxyde d'hydrogène. Il ne faut pas les considérer comme des défauts.
- 5.2.5 Inscrire le nombre de raisins ayant des moisissures viables.
- 5.2.6 Répéter l'analyse pour les fruits qui restent dans l'unité d'analyse.

5.3 Examen visant à détecter des moisissures viables - Raisins secs et raisins de Corinthe séchés naturellement

- 5.3.1 Déposer les fruits dans un bécber de taille adéquate, les couvrir d'eau, les chauffer jusqu'à ébullition et laisser mijoter pendant cinq minutes.
- 5.3.2 Éliminer l'eau et déposer les fruits sur un plateau de couleur pâle.
- 5.3.3 Examiner les fruits individuellement avec une loupe afin de détecter la présence de moisissures réelles ou présumées d'une longueur égale ou supérieure à 2,5 mm, pour une moisissure ou un agrégat de moisissures.
- 5.3.4 Vérifier la présence de filaments de moisissures en suivant les instructions données en 5.2.4.

5.4 Classification

Classer un fruit comme étant moisi s'il contient, suivant la section 5.3, des zones moisies de plus de 2,5 mm de long, pour une moisissure ou un agrégat de moisissures.

5.5 Calculs et consignation des résultats - Moisissures (ExFLP-13)

Consigner le nombre de fruits moisis, tel que déterminé en 5.2 et 5.3 pour chaque unité d'analyse.

6. MATÉRIEL ET ÉQUIPEMENT SPÉCIAL - SALETÉS LÉGÈRES

- 1) Béchers (1 L);
- 2) bain-marie;
- 3) agitateur muni d'une plaque chauffante;
- 4) tige de verre;
- 5) papier-filtre ligné (9 cm) (S&S n° 8);
- 6) entonnoir Buchner ou Hirsch (plaque perforée de 7 cm);
- 7) appareil de filtration par aspiration;
- 8) flacons-laveurs;
- 9) tamis normalisés U.-S. n^{os} 8, 140 et 230;
- 10) fiole collectrice Wildman de 2 L;
- 11) barreau magnétique;
- 12) microscope stéréoscopique (10-30X);
- 13) huile de flottation (15 mL de kérosène inodore et 85 mL d'huile minérale. L'huile minérale doit être composée de paraffine blanche, légère, de viscosité Saybolt entre 125 et 135, à 38 °C);
- 14) chloroforme;
- 15) isopropanol;
- 16) HCl concentré;
- 17) agent de clarification : un mélange 1:1 de glycérol-alcool (95 %);
- 18) boîtes de Pétri (10 cm de diamètre);

7. MODE OPÉRATOIRE - SALETÉS LÉGÈRES (Bibliographie : 11.1)

L'examen se fera conformément aux instructions suivantes.

7.1 Préparation des unités d'analyse

7.1.1 Bien mélanger une unité d'échantillonnage et en prélever 225 g. Cette quantité de 225 g constitue une unité d'analyse.

7.1.2 Répéter l'étape 7.1.1 pour les deux autres unités d'échantillonnage qui restent.

7.2 Isolement - Saletés légères

7.2.1 Ajouter 500 mL de CHCl_3 à une unité d'analyse de 225 g dans un bécher de 1 L et faire chauffer au bain-marie pendant dix minutes en conservant le volume de CHCl_3 à environ 500 mL. En retenant les fruits avec une tige de verre, décanter le CHCl_3 sur un papier-filtre ligné garnissant un entonnoir Buchner ou Hirsch. Conserver le papier.

7.2.2 Faire chauffer encore l'unité dans du CHCl_3 pendant dix minutes et décanter encore une fois.

7.2.3 Rincer le papier-filtre avec de l'eau afin de remettre les résidus qu'il retient dans le bécher contenant les fruits. Avec de l'eau chaude (55 à 70 °C), porter le liquide contenu dans le bécher à un volume de 700 mL et réhydrater les fruits au bain-marie pendant 30 minutes.

7.2.4 Tamiser les résidus par petites quantités sur un tamis normalisé n° 8 placé dans un tamis normalisé n° 140. Bien laver chaque petite quantité avec un jet d'eau chaude et frotter doucement les fruits contre le tamis avec les doigts.

7.2.5 Humecter les résidus sur le tamis n° 140 avec une solution aqueuse d'isopropanol à 25 %, les transférer dans une fiole collectrice de 2 L avec de l'isopropanol à 25 % et porter le volume à 1 L. Ajouter 70 mL de HCl et un barreau magnétique. Chauffer jusqu'à ébullition et laisser bouillir pendant dix minutes tout en agitant lentement à l'aide du barreau magnétique.

7.2.6 Refroidir à moins de 25 °C dans un bain d'eau.

7.2.7 Ajouter 40 mL d'huile de flottation et agiter magnétiquement pendant cinq minutes à la vitesse maximale sans produire d'éclaboussures visibles ou audibles.

7.2.8 Mélanger doucement le contenu pendant dix à quinze secondes avec la tige de verre et laisser reposer le tout pendant une minute. Faire couler lentement une solution aqueuse d'isopropanol désaéré à 25 % le long de la tige dans la fiole en maintenant le dessus de l'obturateur juste au-dessus de la couche d'huile. Lorsque l'obturateur est presque à sa position maximale, continuer à ajouter de l'isopropanol jusqu'à ce que la couche d'huile atteigne environ un cm au-dessus de l'obturateur lorsque ce dernier est à sa hauteur maximale. Laisser reposer pendant quinze minutes en agitant doucement deux à trois fois pendant les dix premières minutes.

7.2.9 Verser la couche d'huile dans un bécher et la filtrer sur un papier-filtre ligné.

7.2.10 Ajouter 25 mL d'huile de flottation à la fiole et agiter doucement à la main pendant une minute. Laisser reposer pendant une minute. Remuer doucement la couche huile-alcool en montant et descendant la tige de l'agitateur afin de faciliter le dépôt des fines particules végétales. Laisser reposer pendant dix minutes.

7.2.11 Verser le liquide piégé dans un bécher une seconde fois. Bien rincer le col de la fiole avec de l'isopropanol (à 99 %). Filtrer les résidus piégés sur un second papier-filtre ligné.

7.2.12 S'il est difficile de filtrer le résultat du second isolement, verser les résidus piégés sur un tamis normalisé U.-S. n° 230 et rincer tour à tour avec de l'isopropanol non dilué et de l'eau chaude. Entraîner dans un bécher les résidus retenus sur le tamis avec de l'eau chaude. Ajouter 7 mL de HCl par 100 mL d'eau. Faire bouillir pendant dix minutes et filtrer sur un papier-filtre ligné.

7.3 Examen - Saletés légères

7.3.1 Examiner chaque papier-filtre au microscope à 30X pour y déceler la présence d'insectes ou de parties d'insectes, d'acariens, d'oeufs, de poils de rongeurs ou d'un autre animal, de plumes, de fibres, de papier, de paille, de ficelle, de morceaux de plastique, etc.

7.3.2 Pour les formes équivalentes d'insectes entiers, compter les têtes complètes des adultes, pupes, larves et les exuvies, les têtes incomplètes des adultes, pupes, larves et les exuvies lorsqu'au moins la moitié de la tête est présente. Ces têtes doivent comprendre tout le lobe frontal ou dans le cas des asticots, tout le crochet buccal.

7.3.3 Pour toutes les autres matières étrangères, faire le compte et noter les variations de taille (en mm) pour chaque type.

7.3.4 Identifier tout insecte, fragment d'insecte ou autre matière étrangère rencontrée, si possible.

7.4 Consignation des résultats - Saletés légères (ExFLP-13)

7.4.1 Consigner le nombre et les variations de taille (en mm) pour chaque type de matière étrangère rencontrée, tel que décrite en 7.3 pour chaque unité d'analyse séparément.

7.4.2 Identifier tout insecte ou fragment d'insecte, ou toute autre matière étrangère, si possible, et les consigner.

8. MATÉRIEL ET ÉQUIPEMENT SPÉCIAL - SALETÉS LOURDES

- 1) Bêchers (~1 L);
- 2) plaque chauffante;
- 3) détergent (domestique);
- 4) tamis normalisés U.-S. n° 8, 20 et 230;
- 5) solution de chlorure de sodium à 15 % (entre 50 et 60 °C);
- 6) eau distillée ou filtrée;
- 7) appareil de filtration par aspiration;
- 8) papier-filtre sans cendre;
- 9) microscope stéréoscopique (10-30X);
- 10) creusets tarés;
- 11) four à moufle (500 à 600 °C);
- 12) balance analytique.

9. MODE OPÉRATOIRE - SALETÉS LOURDES (Bibliographie 11.2)

L'examen se fera conformément aux instructions suivantes.

9.1 Préparation des unités d'analyse

9.1.1 Bien mélanger une unité d'échantillonnage et en prélever 100 g. Cette quantité de 100 g constitue une unité d'analyse.

9.1.2 Répéter l'étape 9.1.1 pour chacune des deux autres unités d'échantillonnage.

9.2 Isolement - Saletés lourdes

9.2.1 Déposer une unité d'analyse de 100 g dans un bécher (~ 1L).

9.2.2 Couvrir les fruits avec environ 500 mL d'eau. Ajouter cinq gouttes de détergent, porter à ébullition et laisser chauffer, à feu doux, sur la plaque chauffante, pendant au moins vingt minutes.

9.2.3 Laver les fruits dans les tamis placés les uns dans les autres, le tamis n° 8 étant sur le dessus, le tamis n° 20 au milieu et le tamis n° 230 dans le fond. Vaporiser de l'eau et frotter les fruits pour libérer les saletés lourdes.

9.2.4 Retirer le tamis n° 8 et bien rincer afin de recueillir les résidus sur le tamis n° 20.

9.2.5 Recueillir toutes les matières qui passent à travers le tamis n° 20 sur le tamis n° 230. Transférer le contenu du tamis n° 230 dans un bécher de 1 L en utilisant le jet d'eau d'un flacon-laveur.

9.2.6 Laisser reposer les matières pendant environ cinq minutes afin de permettre aux matières plus lourdes de se déposer dans le fond du bécher et la chair de fruit plus légère de flotter.

9.2.7 Décanter la majeure partie de l'eau et de la chair de fruit qui flotte; conserver les saletés lourdes dans le bécher.

9.2.8 Ajouter environ 200 mL de solution chaude de chlorure de sodium à 15 %, laisser reposer pendant cinq minutes et décanter encore une fois le liquide et les matières plus légères. Retirer le NaCl qui reste en lavant plusieurs fois les saletés lourdes avec de l'eau chaude.

9.2.9 Filtrer les résidus sur du papier-filtre sans cendre pesé au préalable.

9.2.10 Examiner le papier-filtre au microscope à 30X afin de détecter la présence de morceaux d'excréments de rongeurs, de larves, d'oeufs et d'autres saletés lourdes organiques, et noter les résultats.

9.2.11 Transférer le papier-filtre et son contenu dans un creuset taré, le faire brûler dans un four à moufle à une température de 500 à 600 °C, laisser refroidir et peser.

9.2.12 Déterminer le poids en mg des saletés lourdes carbonisées par 100 g d'unité d'analyse, au dixième de mg près.

9.2.13 Répéter la procédure d'isolement pour les deux autres unités d'analyse.

9.3 Consignation des résultats - Saletés lourdes (ExFLP-13)

- 9.3.1 Indiquer le nombre et la plage de taille (en mm) des morceaux d'excréments de rongeurs, de larves, d'oeufs et autres matières étrangères organiques pour chaque unité d'analyse séparément.
- 9.3.2 Consigner le poids des saletés lourdes carbonisées pour chaque unité d'analyse.

10. INTERPRÉTATION

- 10.1 Voir le tableau 2 de la partie intitulée «Normes et lignes directrices de la Direction de la protection de la santé concernant la sécurité microbiologique et la propreté générale des aliments - Aperçu» dans le volume 1 du Compendium des méthodes pour les lignes directrices de la DGPS concernant différents types de matières étrangères dans les raisins secs et les raisins de Corinthe.
- 10.2 Si vous avez des questions concernant l'acceptabilité d'un lot, communiquez avec la division de l'Évaluation, Bureau des dangers microbiens, Direction des aliments, Direction générale de la protection de la santé. Téléphone : (613) 957-0349. Télécopieur : (613) 952-6400.

11. BIBLIOGRAPHIE

- 11.1 Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists (AOAC), 1990, 15^e éd., (969.42), 2200, boul. Wilson, Arlington VA 22201, É.-U.
- 11.2 Determination of Mineral Impurities (Sand Test) in Raisins (CCA/MR51-1974). 1979, Commission du Codex Alimentarius, Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture et Organisation mondiale de la santé, Rome.