



**DIRECTION GÉNÉRALE DES PRODUITS DE SANTÉ ET DES ALIMENTS**

**OTTAWA**

**DÉTECTION DES PARTICULES MÉTALLIQUES MAGNÉTIQUES ET DES  
SALETÉS LOURDES DANS LE CHOCOLAT ET LE CACAO  
(en remplacement de la méthode ExLB n° 1)**

**1.        APPLICATION**

La présente méthode a trait à l'échantillonnage et à l'examen du chocolat et du cacao en vue de vérifier s'ils contiennent des particules métalliques magnétiques et des saletés lourdes et ainsi déterminer leur conformité aux Articles 4, 5 et 7 de la Loi des aliments et drogues.

**2.        ÉCHANTILLONNAGE**

- 2.1        Un lot désigne la quantité (volume, poids, etc.) d'aliment qui est produite, entreposée ou expédiée dans les conditions les plus uniformes possibles, désignée, de préférence sur chaque contenant, par une marque ou un code commun et, dans tous les cas, composée d'une seule variété, catégorie ou type de produit provenant d'une seule source identifiable.
- 2.2        Prélever au hasard dans le lot trois unités d'échantillonnage d'au moins 100 g chacune de chocolat et d'au moins 50 g chacune de cacao à l'aide du matériel nécessaire et les placer dans les contenants appropriés. Trois unités d'échantillonnage constituent un échantillon.
- 2.3        Chaque unité d'échantillonnage doit être conservée à part des autres et on doit lui attribuer un numéro de 1 à 3. Des renseignements complets sur la taille du lot, le poids de chaque contenant, le pays d'origine, l'exportateur, l'importateur, le manufacturier canadien, l'identification du produit et du lot doivent être consignés et accompagner l'échantillon.
- 2.4        Examiner attentivement le lot entier afin de détecter toute infestation vivante. Le cas échéant, ne procéder au prélèvement des unités d'échantillonnage qu'après fumigation ou autre traitement efficace.

### 3. MÉTHODE

L'examen doit être effectué conformément aux instructions suivantes:

#### 3.1 Matériel et réactifs

- 3.1.1 Plaque chauffante à agitateur magnétique
- 3.1.2 Bâtons aimantés lisses recouverts de téflon (de 1 x 5 cm, de préférence)
- 3.1.3 Pincettes fines non magnétiques
- 3.1.4 Bêchers de verre (0,6 - 1,0 L) et couvercles appropriés
- 3.1.5 Tige de verre ou de plastique
- 3.1.6 Flacons-gicleurs
- 3.1.7 Aimant puissant
- 3.1.8 Appareil de filtration sous vide avec entonnoir Buchner ou Hirsch
- 3.1.9 Papier-filtre ligné (devrait être plus grand que l'entonnoir)
- 3.1.10 Papier-filtre sans cendre (devrait être plus grand que l'entonnoir)
- 3.1.11 Chloroforme ou trichloroéthylène
- 3.1.12 HCl 1N
- 3.1.13 Éthanol (95%)
- 3.1.14 Solution de laurylsulfate de sodium à 1% (détergent)
- 3.1.15 Eau filtrée ou distillée
- 3.1.16 Boîtes de Pétri
- 3.1.17 Ruban adhésif
- 3.1.18 Acétone
- 3.1.19 Sonde non magnétique fine (en platine ou en verre de préférence)
- 3.1.20 Mélange (1:1) glycérol - alcool (95%)
- 3.1.21 Microscope stéréoscopique (10-30x)
- 3.1.22 Creuset de platine
- 3.1.23 Four à moufle
- 3.1.24 Dessiccateur

#### 3.2 Préparation des unités d'analyse

- 3.2.1 Prélever au hasard 100 g de chocolat sur une unité d'échantillonnage. Ce 100 g constitue une unité d'analyse.
- 3.2.2 Prélever au hasard 50 g de cacao sur une unité d'échantillonnage. Ce 50 g constitue une unité d'analyse.
- 3.2.3 Répéter l'étape 3.2.1 ou 3.2.2 pour les deux unités d'échantillonnage qui restent.

### 3.3 Isolement - particules métalliques magnétiques

À NOTER: En raison de la fragilité et de l'oxydation rapide des particules métalliques, il est suggéré d'effectuer sans interruption les étapes 3.3.1 à 3.5.3.

- 3.3.1 Déposer une unité d'analyse dans un bécher.
- 3.3.2 Ajouter 250 ml de chloroforme ou de trichloroéthylène. Couvrir et mélanger à l'aide d'une tige de verre ou de plastique jusqu'à l'obtention d'une suspension homogène en chauffant, si nécessaire.
- 3.3.3 Laver un bâton aimanté avec HC1 1N pour enlever toute particule métallique. Rincer le bâton avec de l'eau pour enlever l'acide et sécher.
- 3.3.4 Déposer le bâton aimanté dans le bécher contenant la suspension de chocolat ou de cacao, couvrir le bécher et le placer sur la plaque chauffante à agitateur magnétique.
- 3.3.5 Placer sur feu doux et agiter la suspension pendant 10 minutes.
- 3.3.6 Cesser l'agitation et enlever le bécher de la plaque chauffante. Retirer le bâton aimanté de la suspension à l'aide d'un deuxième aimant placé à l'extérieur du bécher. Retirer le bâton aimanté à l'aide de pinces non magnétiques.
- 3.3.7 En utilisant des flacons-gicleurs, entraîner par rinçage dans un second bécher les particules magnétiques collées sur le bâton aimanté. Utiliser tout d'abord de petites quantités de chloroforme, puis de l'éthanol et ensuite de grandes quantités de détergent jusqu'à ce que toutes les particules soient entraînées. Rincer enfin le bâton aimanté avec de l'éthanol. Ajouter 20 à 25 ml de chloroforme aux liquides de lavage pour déloger les particules qui adhèrent au bécher.
- 3.3.8 Remettre le bâton aimanté dans la suspension de chocolat ou de cacao, couvrir le bécher et le déposer sur une plaque chauffante à agitateur magnétique.
- 3.3.9 Répéter à deux reprises les agitations et le lavage. Mettre les liquides de chacun des lavages dans un bécher distinct.
- 3.3.10 Filtrer les liquides de chaque lavage sur des papiers-filtres lignés distincts à l'aide du matériel de filtration sous vide.
- 3.3.11 Afin de dissocier toutes les petites particules qui se sont regroupées à cause de leur magnétisme, laver chaque papier-filtre avec un jet d'eau modérément fort. Laver le papier jusqu'à ce que tous les amas visibles soient séparés. Prendre garde de ne pas entraîner les particules à l'extérieur du papier-filtre.
- 3.3.12 Transférer les papiers-filtres dans des boîtes de Pétri et les humecter avec un mélange glycérol-alcool.

3.3.13 Pour faire en sorte qu'il n'y ait plus de particules sur le bâton aimanté, les entraîner par rinçage avec du chloroforme dans le dernier béccher de rinçage, essuyer le bâton aimanté pendant quelques secondes, puis en apposer les extrémités et les côtés sur la partie collante d'un morceau de ruban adhésif. Déposer le papier collant dans un béccher et ajouter une petite quantité de chloroforme ou d'acétone. Agiter le béccher jusqu'à ce que la colle soit dissoute. Filtrer le contenu sur le dernier papier-filtre. Vérifier s'il ne reste pas de particules sur le ruban adhésif.

#### 3.4 Examen - particules métalliques magnétiques

Examiner les papiers-filtres au microscope à 30x afin de déterminer s'ils ne contiennent pas de particules métalliques magnétiques.

#### 3.5 Inscription des résultats - particules métalliques magnétiques

3.5.1 Compter les particules métalliques magnétiques de chacun des calibres suivants: 0,5 à < 1,0 mm, 1,0 à < 2,0 mm,  $\geq$  à 2,0 mm, et inscrire les résultats.

3.5.2 Pour les particules de moins de 0,5 mm, évaluer leur nombre sur chaque plaque en comptant plusieurs zones, en faisant la moyenne et en la multipliant par le nombre total de zones microscopiques sur le papier-filtre.

3.5.3 Pour s'assurer qu'une particule douteuse ne consiste pas plutôt en un amas de particules, y toucher avec une sonde non magnétique. (Les particules peuvent a) demeurer entières, b) se séparer en plus petites parties ou c) se briser en une fine poussière (c'est-à-dire plus petites que 0,5 mm)).

#### 3.6 Isolement - saletés lourdes

3.6.1 Laisser reposer les suspensions de chocolat ou de cacao pendant 30 minutes.

3.6.2 Décanter avec soin la suspension de chocolat ou de cacao en laissant les résidus grossiers dans le béccher.

3.6.3 Laver les parois du béccher avec environ 50 ml de chloroforme et brasser vigoureusement pour déloger les particules de sable et de terre. Couvrir et laisser reposer 15 minutes en brassant occasionnellement.

3.6.4 Décanter comme il est indiqué à l'étape 3.6.2.

3.6.5 Répéter les étapes 3.6.3 et 3.6.4 jusqu'à ce qu'aucune particule ne flotte sur la couche de chloroforme.

3.6.6 Ajouter 400 à 600 ml d'éthanol dans le béccher, bien brasser et laisser reposer 10 minutes. Décanter comme il est écrit en 3.6.2. Répéter l'addition et décanter l'alcool une fois de plus.

3.6.7 Ajouter 400 à 600 ml d'eau chaude, brasser comme il faut pour dissoudre le sucre et laisser reposer pendant 10 minutes. Décanter comme il est indiqué à l'étape 3.6.2. Répéter l'addition et décanter l'eau une fois de plus.

3.6.8 Filtrer les résidus de béccher sur un papier-filtre prépesé sans cendre. Déposer le papier-filtre dans une boîte de Pétri.

#### 3.7 Examen - saletés lourdes

Examiner les particules de saletés lourdes au microscope à 30x. Déterminer s'il y a présence de particules de verre, de particules métalliques, non magnétiques, d'excrétions d'insectes ou de rongeurs, d'oeufs d'insectes et de larves d'insectes.

### 3.8 Inscription des résultats - saletés lourdes

3.8.1 Inscrire séparément le nombre et le calibre pour chaque catégorie de saletés lourdes décelée dans chaque unité d'analyse.

3.8.2 Sécher et peser le papier-filtre. Faire la différence de poids pour déterminer le poids des saletés lourdes. En présence d'une quantité appréciable de résidus, transférer le papier-filtre et son contenu dans un creuset prépesé et faire calciner dans un four à 550-600°C pendant deux heures. Laisser refroidir le matériel dans un dessiccateur et le peser. Faire la différence pour déterminer le poids des cendres.

## 4. INTERPRÉTATION

4.1 Les lignes directrices sont formulées suivant des plans d'échantillonnage de réception à trois classes par attribut. Voici la définition des symboles utilisés dans ces plans:

- n - Le nombre d'unités d'échantillonnage d'un lot qui doivent être analysées afin de répondre aux exigences du plan de réception; n représente la taille de l'échantillon.
- c - Le nombre maximum permis d'unités d'échantillonnage de qualité marginale dans chaque échantillon.
- m - Un critère qui, dans un plan de réception à trois classes distingue les unités de bonne qualité des unités de qualité marginale. En général, m représente un niveau acceptable, et les valeurs supérieures à m mais inférieures ou égales à M, sont de qualité marginale.
- M - Un critère qui distingue les unités de qualité marginale des unités de mauvaise qualité. Les valeurs supérieures à M, sont inacceptables.

### 4.2 Chocolat - particules métalliques magnétiques (0,5 - < 1,0 mm)

Le lot doit être considéré comme conforme aux Articles 4, 5 et 7 de la Loi des aliments et drogues lorsque:  $n=3$ ,  $c=2$ ,  $m=100$ ,  $M=300$ . Ce qui revient à dire que pas plus de 2 des 3 unités d'échantillonnage examinées peuvent contenir plus de 100 particules métalliques magnétiques (calibre 0,5 à 1,0 mm) et qu'aucune des trois unités d'échantillonnage examinées ne peut contenir plus de 300 particules métalliques magnétiques (calibre de 0,5 à 1,0 mm).

### 4.3 Chocolat - particules métalliques magnétiques (1,0 à < 2,0 mm)

Un lot doit être considéré comme conforme aux Articles 4, 5 et 7 de la Loi des aliments et drogues lorsque  $n=3$ ,  $c=2$ ,  $m=5$ ,  $M=10$ . Ce qui revient à dire que pas plus de 2 des 3 unités d'échantillonnage examinées peuvent contenir plus de 5 particules métalliques magnétiques (calibre de 1,0 à < 2,0 mm) et qu'aucune des trois unités d'échantillonnage examinées ne peut contenir plus de 10 particules métalliques magnétiques (calibre de 1,0 à < 2,0 mm).

### 4.4 Particules métalliques magnétiques ( $\geq$ 2,0 mm)

Un lot doit être considéré comme conforme aux Articles 4, 5 et 7 de la Loi des aliments et drogues lorsque  $n=3$ ,  $c=0$ ,  $m=0$ ,  $M=0$ . Ce qui revient à dire qu'aucune des trois unités d'échantillonnage examinées ne peut contenir de particules métalliques magnétiques  $\geq 2,0$  mm.

- 4.5 Tout lot qui fait l'objet d'une infestation vivante doit être considéré comme inacceptable.
- 4.6 S'il y a d'autres matières étrangères présentes, l'acceptabilité du lot sera jugée en fonction de toutes les matières étrangères présentes.