



DIRECTION GÉNÉRALE DE LA PROTECTION DE LA SANTÉ

OTTAWA

DÉTECTION DES MATIÈRES ÉTRANGÈRES DANS LA FARINE DE BLÉ BLANCHE

M.-A. Rivers

**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 de la farine de blé blanche, opérations qui visent à vérifier si elle est contaminée par des insectes, des poils de rongeurs et d'autres matières étrangères et à déterminer aussi si elle est conforme aux articles 4, 5 et 7 de la Loi des aliments et drogues. Cette méthode remplace la méthode ExFLP-19 datée de septembre 1987.

2. DÉFINITION

Le lot est une quantité (volume, poids, etc.) de l'aliment qui est produite, entreposée ou expédiée dans les conditions les plus uniformes possible 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 50g 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 chaque unité d'échantillonnage séparément 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. MATÉRIELS ET PRODUITS SPÉCIAUX

- 1) Balance
- 2) Deux béciers de 2,0 L avec couvercles (verres de montre)
- 3) Autoclave. Soit un autoclave à évacuation lente (pouvant faire baisser la pression de 1,15 à 0 kg par cm² en 15 à 20 minutes) ou b) sans évacuation lente (laisser refroidir à 0 kg par cm² avant d'ouvrir ou de laisser échapper la vapeur)

- 4) Barreau d'agitateur magnétique lisse recouvert de téflon (1 x 5 cm)
- 5) Plaque chauffante avec agitateur magnétique
- 6) Tamis standard américain n° 230
- 7) Plat peu profond d'au moins 20 cm de diamètre
- 8) Percolateur de 2 L avec niveaux préindiqués de 250 et de 1 700 ml ou muni d'un entonnoir Kilborn de 1 L.
- 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 de la taille du papier-filtre utilisé
- 13) Spatule en caoutchouc fixée à une longue tige de verre
- 14) Microscope stéréoscopique (10-30x)
- 15) Papier-filtre sans cendre. Le papier-filtre doit être plus grand que l'entonnoir (7-9 cm).
- 16) Four à séchage (40 à 60 °C)
- 17) Creuset
- 18) Dessiccateur
- 19) Four à moufle
- 20) HCl concentré
- 21) Solution antimousse. Antimousse «B» - BDH Chemicals
- 22) Détergent, solution de laurylsulfate de sodium à 1 %
- 23) Huile minérale. Huile de paraffine, blanche, légère - viscosité universelle de Saybolt 125/135 (à 38 °C), densité relative : 0,840-0,860 (24 °C)
- 24) Alcool : éthanol à 95 % ou isopropanol à 99 %
- 25) Mélange (1:1) glycérol-alcool (95 %)
- 26) 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 50 g de farine de blé blanc sur une unité d'échantillonnage. Ces 50 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.

5.2.2 Faire digérer conformément à l'étape a) ou b) ci-dessous. Si la méthode a) ne permet pas de faire digérer la farine comme il se doit (présence de grumeaux dans la suspension), utiliser plutôt la méthode b).

a) Ajouter à la farine 600 ml de HCl (18 ml d'acide chlorhydrique concentré plus 582 ml d'eau) et 0,3 ml de solution antimousse. Couvrir avec un couvercle. Déposer le bécher dans un contenant plus grand au cas où il se briserait. Passer à l'autoclave pendant 5 min à 121 °C. Attention : examiner périodiquement l'autoclave pour y déceler toute trace de corrosion.

b) Ajouter à la farine 1 L de HCl (50 ml d'acide chlorhydrique concentré et 950 ml d'eau) et 0,3 ml de solution antimousse. Faire digérer en faisant bouillir le mélange pendant 10 min sur une plaque chauffante à agitateur en maintenant une agitation magnétique constante.

5.2.3 S'il y a des matières grasses qui flottent à la surface de la suspension de HCl ou s'il y a trop de tissus qui flottent à l'interface huile-eau (étape 5.2.11 ci-dessous), dégraisser de la façon suivante. Humecter la farine contenue dans un tamis n° 230 avec de l'eau chaude du robinet (50-70 °C), jusqu'à ce que l'eau de rinçage soit claire. Déposer le tamis dans un plat peu profond, recouvrir le résidu d'environ 2 cm de détergent chaud (solution de laurylsulfate de sodium à 1 %) (50 à 70 °C), laisser reposer pendant 5 minutes, laisser égoutter et mouiller le tamis avec de l'eau chaude du robinet jusqu'à ce qu'il ne reste plus aucune mousse. 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 600 ml.

5.2.4 Ajouter un barreau d'agitateur magnétique (s'il n'est pas déjà présent) et 50 ml d'huile minérale.

5.2.5 Agiter magnétiquement pendant 5 minutes à la vitesse maximale qui ne produit pas d'éclaboussures visibles ou audibles.

5.2.6 Vider sans tarder le contenu du bécher dans un percolateur ou un entonnoir Kilborn contenant environ 250 ml d'eau. Utiliser de l'eau chaude du robinet pour rincer le contenu du bécher dans le 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 ou pour porter celui de l'entonnoir Kilborn à 850 ml.

5.2.7 Utiliser des flacons-gicleurs pour rincer dans un bécher les particules magnétiques adhérant au barreau d'agitateur. 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 avec un mélange glycérol-alcool.

5.2.8 Laisser reposer le contenu du percolateur ou de l'entonnoir Kilborn pendant 30 minutes. Brasser plusieurs fois délicatement avec une longue baguette de verre pendant les 10 premières

minutes.

- 5.2.9 Laisser écouler la couche inférieure dans un bécher de 2 L, jusqu'à environ 3 cm de l'interface. Garder le contenu du bécher pour la détermination des saletés lourdes.
- 5.2.10 Remplir de nouveau le percolateur ou l'entonnoir en y versant de l'eau froide du robinet sur les parois pour en détacher toute substance qui y adhère.
- 5.2.11 Après 2 ou 3 minutes, vider le contenu du percolateur ou de l'entonnoir jusqu'à environ 3 cm de l'interface, jeter les eaux de rinçage et remplir de nouveau au moins deux fois pour recommencer le processus. La couche inférieure ne devrait contenir presque aucune matière en suspension après le remplissage. Si elle en contient encore, répéter l'opération au moins une fois.
- 5.2.12 Pour finir, laisser écouler le mélange huile-eau jusqu'à 3 cm de l'interface et laisser écouler le contenu 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 encore d'eau chaude du robinet. Utiliser du détergent au besoin.
- 5.2.13 Si la farine n'a pas été dégraissée (comme à l'étape 5.2.3), ajouter du HCl dans le bécher de façon à obtenir un volume d'environ 3 % (v/v) et faire bouillir pendant 3 à 4 minutes sur une plaque chauffante.
- 5.2.14 Utiliser un appareil de filtration sous vide pour filtrer la solution sur du papier-filtre ligné. Utiliser au moins 50 ml d'eau chaude, d'alcool et d'eau ou de détergent. Utiliser au besoin une spatule en caoutchouc pour nettoyer les parois du bécher.
- 5.2.15 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 toutes les matières étrangères qu'ils contiennent.

5.4 **Inscription des résultats - Saletés légères : ExFLP-19**

5.4.1 Classer et consigner les fragments d'insectes en deux catégories :

- a) fragments d'insectes avant la mouture ($\leq 0,2$ mm);
- b) fragments d'insectes après la mouture ($> 0,2$ mm).

Les tableaux 1 à 3 contiennent des exemples d'insectes qui peuvent infester la farine. Lorsque la taille d'un fragment d'insecte semble très près de 0,2 mm, indiquer que le fragment est plus petit que 0,2 mm.

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

5.5 **Isolement - Saletés lourdes**

5.5.1 Utiliser une spatule en caoutchouc pour agiter pendant 30 secondes le contenu du bécher conservé à l'étape 5.2.9 et laisser reposer la suspension pendant 30 minutes.

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

- 5.5.3 Ajouter 400-500 ml d'eau, agiter 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 S'il y a des saletés lourdes, ajouter 100-200 ml de CHCl_3 , agiter pendant 30 secondes, laisser reposer pendant 10 minutes et décanter ensuite la couche aqueuse (couche supérieure) sans troubler ni jeter 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 30 x 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-19**

- 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 le résultat.
- 5.7.3 S'il reste des résidus pour la farine, 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 la farine de blé blanche.
- 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).

7. **RÉFÉRENCES**

- 7.1 Miller, M. 1972. Collaborative study of a new method for the extraction of filth from white flour. J. Assoc. Off. Anal. Chem. 55: 514-515.
- 7.2 Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists. (AOAC), 1990, 15^eéd., Arlington, Va 22201 É.-U.

TABLEAU 1

Exemples d'insectes qui s'attaquent aux cultures dans les champs

<u>Nom commun</u>	<u>Ordre</u>
légionnaires Lépidoptères
trenthèdes Hyménoptères
vers du joint du blé Hyménoptères
chalcidiens Hyménoptères
sauterelles Orthoptères
pucerons Homoptères
punaises Hémiptères
mouches de Hesse Diptères
larves mineuses Diptères
thrips Thysanoptères

TABLEAU 2

Exemples d'insectes qui attaquent les céréales entières (non endommagées) entreposées. Ces insectes peuvent aussi attaquer les céréales dans les champs de pays chauds.

<u>Espèce</u>	<u>Famille</u>	<u>Nom commun</u>
ORDRE: Coléoptères		
<u>Rhyzopertha dominica</u> (Fabricius)	Bostrichidae	petit perceur des céréales
<u>Sitophilus granarius</u> (L.)	Charançons	calandre des grains
<u>Sitophilus oryzae</u> (L.)	Charançons	charançon du riz
<u>Sitophilus zeamais</u> Motschulsky	Charançons	charançon du maïs
ORDRE : Lépidoptères		
<u>Sitotroga cerealella</u> (Olivier)	Gelechiidae	alucite des grains

TABLEAU 3

Insectes courants qui s'attaquent aux céréales endommagées et moulues

<u>Espèce</u>	<u>Famille</u>	<u>Nom commun</u>
ORDRE: Coléoptères		
<i>Alphitobius diaperinus</i> (Panzer)	Ténébrions	petit ténébrion mat
<i>Cryptolestes capensis</i> (Waltl)	Cucujidés	cucujide du Cap
<i>Cryptolestes ferrugineus</i> (Stephens)	Cucujidés	sylvain de Surinam
<i>Cryptolestes pusillus</i> (Schonherr)	Cucujidés	cucujide plat
<i>Cryptolestes turcicus</i> (Grouvelle)	Cucujidés	cucujide turc
<i>Gnathocerus cornutus</i> (Fabricius)	Ténébrions	gnathocère cornu
<i>Lasioderma serricorne</i> (Fabricius)	Anobiidae	lasioderme du tabac
<i>Latheticus oryzae</i> (Waterhouse)	Ténébrions	ténébrion du riz
<i>Oryzaephilus mercator</i> (Fauvel)	Cucujidés	cucujide des grains oléagineux
<i>Oryzaephilus surinamensis</i> (L.)	Cucujidés	cucujide dentelé du grain
<i>Ptinus ocellus</i> (Brown)	Ptines	ptine ocellé
<i>Stegobium paniceum</i> (L.)	Anobiidés	stégobie des pharmacies
<i>Tenebrio molitor</i> (L.)	Ténébrions	ténébrion meunier
<i>Tenebrio obscurus</i> (Fabricius)	Ténébrions	ténébrion obscur
<i>Tenebroides mauritanicus</i> (L.)	Trogositidae	cadelle
<i>Tribolium castaneum</i> (Herbst)	Ténébrions	tribolium rouge de la farine
<i>Tribolium confusum</i> (Jacquelin du Val)	Ténébrions	tribolium brun de la farine
<i>Trogoderma granarium</i> (Everts)	Dermestidés	dermeste des grains

ORDRE : Lépidoptères

<i>Anagasta kuehniella</i> (Zeller)	Pyrales	pyrale méditerranéenne de la farine
<i>Cadra cautella</i> (Walker)	Pyrales	pyrale des amandes
<i>Corcyra cephalonica</i> (Stainton)	Pyrales	pyrale du riz
<i>Ephestia elutella</i> (Hübner)	Pyrales	pyrale du tabac
<i>Plodia interpunctella</i> (Hübner)	Pyrales	pyrale indienne de la farine
<i>Sitotroga cerealella</i> (Olivier)	Gelechiidae	alucite des grains

À noter: Il ne faut pas tolérer les insectes comme les blattes et les mouches qui sont associés aux égouts, aux excréments et à la saleté en général.