



DIRECTION GÉNÉRALE DES PRODUITS DE SANTÉ ET DES ALIMENTS

OTTAWA

DÉTECTION DE SALETÉS LÉGÈRES DANS LE RIZ BRUN

**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'échantillonnage du riz brun et à la recherche des saletés légères dans ce produit afin d'en déterminer la conformité aux articles 4, 5 et 7 de la Loi sur les aliments et drogues. Cette méthode remplace la méthode ExFLB n° 13 de Gardiner.

2. DÉFINITION DES TERMES

2.1 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, désigné de préférence 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 Examiner soigneusement tout le lot pour y vérifier la présence d'infestation vivante. Le cas échéant, ne pas procéder à l'échantillonnage avant la fumigation ou l'application d'un autre traitement efficace.
- 3.2 Prélever au hasard dans le lot trois unités d'échantillonnage d'au moins 100 g chacune en employant les contenants et l'équipement d'échantillonnage appropriés. Les trois unités composent ce qu'on appelle un échantillon.
- 3.3 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) Bécher de 2,0 L muni d'un couvercle (verre de montre)
- 3) Tige magnétique à surface lisse, enduite de téflon (1 x 5 cm)

- 4) Plaque chauffante avec agitateur
- 5) Tamis normalisé U.S. No. 140
- 6) Gros entonnoir de verre (environ 14 cm de diam.)
- 7) Fiole collectrice Wildman de 2 L (AOAC 945.75 h(4), 15^e éd.)
- 8) Flacons-laveurs
- 9) Dispositif de filtration sous vide avec entonnoir Buchner ou Hirsch (plaque perforée de 5-7 cm)
- 10) Papier-filtre ligné. Le papier-filtre doit être plus grand que la plaque de l'entonnoir (7-9 cm)
- 11) Boîtes de Pétri pouvant contenir le papier-filtre utilisé
- 12) Microscope stéréoscopique (30x)
- 13) HC1 concentré
- 14) Éthanol à 60% et 95%
- 15) Solution de Tween 80 dans l'éthanol à 60%. Ajouter 210 mL d'une solution d'éthanol à 60 % dans 40 mL de polysorbate 80 (ICI United States, Inc.) et bien mélanger
- 16) Solution d'EDTA tétrasodique dans l'éthanol. Dissoudre 5 g de Na₄EDTA dans 100 mL d'eau, ajouter 150 mL d'éthanol à 95% et bien mélanger
- 17) Mélange 1:1 (v/v) de la solution de Tween 80 dans l'éthanol à 60% et de la solution d'EDTA tétrasodique dans l'éthanol. Mélanger juste avant d'utiliser.
- 18) Huile minérale. Huile de paraffine, blanche, légère, de viscosité Saybolt universelle de 125/135 (38°C), et de densité de 0,840-0,860 (24°C)
- 19) Mélange 1:1 de glycérol et d'alcool à 95%

5. MODE OPÉRATOIRE

L'analyse se fera conformément aux instructions suivantes :

5.1 Unités d'analyse

- 5.1.1 Prélever au hasard une quantité de 100 g dans une unité d'échantillonnage. Cette quantité constitue l'unité d'analyse.
- 5.1.2 Répéter l'étape 5.1.1 avec les deux autres unités d'échantillonnage.

5.2 Isolation des saletés légères

- 5.2.1 Transférer l'unité d'analyse dans un bécher de 2 L. Ajouter 1 L de HCl dilué (50 mL de HCl concentré et 950 mL d'eau) et une barre magnétique. Recouvrir d'un verre de montre.
- 5.2.2 Chauffer à ébullition sur la plaque chauffante en agitant pendant 30 min.
- 5.2.3 Tamiser en milieu humide le contenu du bécher à travers un tamis No. 140 en lavant avec de l'eau chaude (50-70°C) jusqu'à ce que l'eau de lavage soit limpide.

- 5.2.4 Transférer quantitativement le contenu du tamis dans une fiole collectrice de 2 L à l'aide d'un gros entonnoir (introduire l'extrémité de la tige de l'obturateur dans le tube de l'entonnoir); utiliser de l'éthanol à 60% pour cette opération. Rincer les parois de la fiole avec de l'éthanol à 60% et porter le volume à 800 mL.
- 5.2.5 Ajouter 100 mL d'une solution 1:1 de Tween 80 dans l'éthanol à 60% et d'EDTA tétrasodique dans l'alcool en la faisant couler lentement le long de la tige de l'obturateur, et en maintenant celui-ci juste au-dessous de la couche d'éthanol à 60%. Remuer doucement à la main pendant une min.
- 5.2.6 Laisser reposer pendant 4 min.
- 5.2.7 Ajouter lentement 50 mL d'huile minérale en la faisant couler le long de la tige de l'obturateur et en maintenant ce dernier juste au-dessus de la couche d'éthanol à 60%.
- 5.2.8 Placer sur une plaque chauffante chaude et porter graduellement l'agitateur à une 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 barre magnétique doit être visible au fond du vortex. Agiter pendant 5 min.
- 5.2.9 Ajouter lentement de l'éthanol à 60% dégazéifié en le faisant couler le long de la tige de l'obturateur, et en maintenant ce dernier juste au-dessus de la couche d'huile. Lorsque l'obturateur est presque à sa hauteur maximale, continuer d'ajouter de l'éthanol à 60% jusqu'à ce que toute la couche d'huile dépasse l'obturateur d'environ 1 cm.
- 5.2.10 Agiter lentement l'obturateur en un mouvement circulaire dans la partie inférieure de la fiole collectrice pour remettre les sédiments en suspension.
- 5.2.11 Laisser reposer le mélange pendant 30 min. en agitant occasionnellement la couche inférieure pendant les 20 premières minutes.
- 5.2.12 Faire tourner lentement la tige pour enlever les sédiments qui pourraient s'être posés sur l'obturateur tout en soulevant lentement la tige jusqu'à ce qu'elle soit rendue à sa position la plus élevée. Dans cette position, rincer la tige et le col de la fiole avec de l'éthanol à 60%. En maintenant l'obturateur en place, verser le liquide ainsi piégé dans un bécher.
- 5.2.13 Rincer les matières qui se trouvent sur la tige et sur le col de la fiole avec de l'éthanol à 60% et ajouter au bécher.
- 5.2.14 Abaisser lentement la tige sans perdre de liquide. Prendre garde aux éclaboussures qui peuvent se produire surtout lorsque l'obturateur adhère au col de la fiole.
- 5.2.15 Filtrer quantitativement le contenu du bécher sur un papier-filtre ligné à l'aide d'un appareil de filtration sous vide.
- 5.2.16 Ajouter 35 mL d'huile minérale à la fiole collectrice. Agiter à la main vigoureusement, d'un mouvement rotatif allant de haut en bas, pendant 1 min.
- 5.2.17 Laisser le mélange reposer pendant 30 min. en agitant la couche inférieure de façon intermittente pendant les 20 premières minutes.
- 5.2.18 Verser le contenu piégé dans un bécher, rincer la tige et le col de la fiole d'abord avec de l'éthanol à 60%, puis de l'éthanol à 95%.
- 5.2.19 Filtrer quantitativement le contenu sur un deuxième papier-filtre ligné.
- 5.2.20 Répéter l'extraction pour les autres unités d'analyse.

5.2.21 Placer les papiers-filtres dans des boîtes de Pétri et humidifier avec le mélange glycérol-éthanol.

5.3 Examen

5.3.1 Au moyen d'un microscope stéréoscopique, examiner les papiers-filtres à un grossissement de 30x pour y déceler les matières étrangères de toute nature. N'utiliser un grossissement supérieur (70x) que pour confirmer la nature des particules douteuses.

5.4 Consignation des résultats : ExFLP-12

5.4.1 Indiquer le nombre et l'échelle des dimensions de tous les types de matières étrangères trouvés dans chacune des unités d'analyse prise séparément.

5.4.2 Les matières étrangères qui nous intéressent particulièrement sont les insectes entiers ou les formes équivalentes d'insectes, les fragments d'insectes et les poils de rongeurs.

5.4.3 Le tableau 1 donne la liste des espèces les plus courantes d'insectes trouvées dans les produits entreposés.

6. INTERPRÉTATION

6.1 Consulter le tableau 2 des «méthodes d'analyse concernant les matières étrangères dans les aliments» de la DGPS qui se trouve dans le volume 1 du Compendium de méthodes pour l'analyse microbiologique pour y trouver les lignes directrices relatives à différents types de matières étrangères dans le riz brun.

Tableau 1

Insectes que l'on retrouve communément dans
les produits entreposés et qui infestent le riz

Espèce	Famille	Nom commun
Coleoptera		
<u>Ahasverus advena</u> (Waltl)	Cucujidae	cucujidé des grains
<u>Alphitobius diaperinus</u> (Panzer)	Tenebrionidae	petit ténébrion mat
<u>Alphitobius laevigatus</u> (Fabricius)	Tenebrionidae	ténébrion du champignon
<u>Anthrenus museorum</u> L.	Dermeestidae	anthrène des musées
<u>Anthrenus verbasci</u> (L.)	Dermeestidae	anthrène bigarré des tapis
<u>Araecerus fasciculatus</u> (De Geer)	Anthribidae	anthrife fasciculé
<u>Carpophilus dimidiatus</u> (Fabricius)	Nitidulidae	nitidule du maïs
<u>Carpophilus hemipterus</u> (L.)	Nitidulidae	carpophile
<u>Cryptolestes ferrugineus</u> (Stephens)	Cucujidae	cucujidé roux
<u>Cryptolestes pusilloides</u> (Steel & Howe)	Cucujidae	
<u>Cryptolestes pusillus</u> (Schönherr)	Cucujidae	cucujidé plat
<u>Dinoderus minutus</u> (Fabricius)	Bostrichidae	
<u>Latheticus oryzae</u> (Waterhouse)	Tenebrionidae	ténébrion du riz
<u>Lophocateres pusillus</u> (Klug)	Trogositidae	
<u>Murmidius segregatus</u> Waterhouse	Cerylonidae	
<u>Necrobia rufipes</u> (De Geer)	Cleridae	nécrobie à pattes rousses
<u>Oryzaephilus mercator</u> (Fauvel)	Cucujidae	cucujidé des grains oléagineux
<u>Oryzaephilus surinamensis</u> (L.)	Cucujidae	cucujidé dentelé des grains
<u>Palorus ratzeburgi</u> (Wissmann)	Tenebrionidae	ténébrion de Ratzeburg
<u>Palorus subdepressus</u> (Wollaston)	Tenebrionidae	
<u>Ptinus ocellus</u> Brown	Ptinidae	ptine ocellé
<u>Rhyzopertha dominica</u> (Fabricius)	Bostrichidae	petit perceur des céréales
<u>Sitophilus granarius</u> (L.)	Curculionidae	calandre des grains
<u>Sitophilus oryzae</u> (L.)	Curculionidae	Charançon du riz
<u>Sitophilus zeamais</u> Motschulsky	Curculionidae	Charançon du maïs
<u>Tenebroides mauritanicus</u> (L.)	Trogositidae	cadelle
<u>Thorictodes heydeni</u> (Reitter)	Thorictidae	
<u>Tribolium castaneum</u> (Herbst)	Ténébrionidés	tribolium rouge de la farine
<u>Tribolium confusum</u> (Jacquelin de Val)	Ténébrionidés	tribolium brun de la farine
<u>Trogoderma granarium</u> (Everts)	Dermeestidés	dermeste des grains

Espèce	Famille	Nom commun
<u>Typhaea Stercorea</u> (L.)	Mycétophagidés	mycétophage des céréales
ORDRE : Lepidoptera		
<u>Cadra cautella</u> (Walker)	Pyralidés	pyrale des amandes
<u>Corcyra cephalonica</u> (Stainton)	Pyralidés	teigne du riz
<u>Doloessa viridis</u> (Zeller)	Pyralidés	
<u>Plodia interpunctella</u> (H ⁻ bner)	Pyralidés	pyrale indienne de la farine
<u>Setomorpha rutella</u> (Zeller)	Tinéidés	
<u>Sitotroga cerealella</u> (Oliver)	Géléchiidés	alucite des grains
ORDRE : Psocoptera		
<u>Liposcelis entomophilus</u> (Enderlein)	Liposcélidés	psoque