

## NORME RÉGIONALE POUR LA PÂTE DE SOJA FERMENTÉE AU PIMENT FORT (Asie<sup>1</sup>)

### CODEX STAN 294R-2009

#### 1. CHAMP D'APPLICATION

La présente norme s'applique au produit décrit à la section 2 ci-dessous et destiné à la consommation directe, y compris à la restauration collective ou, le cas échéant, au reconditionnement. Elle ne vise pas les produits destinés à une transformation ultérieure. La présente norme ne s'applique pas aux produits à base de pâte pimentée ou de sauce pimentée dont le piment rouge constitue le principal ingrédient.

#### 2. DESCRIPTION

##### 2.1 DEFINITION DU PRODUIT

La *pâte de soja fermentée au piment fort* est une pâte fermentée de couleur rouge ou rouge foncé préparée selon le procédé suivant:

- a) On prépare une pâte saccharifiée en saccharifiant de l'amidon de céréales avec de la poudre de malt ou en cultivant *Aspergillus* sp. (qui ne sont ni pathogènes ni toxigènes) dans des céréales ;
- b) On ajoute du sel à la préparation saccharifiée visée à l'alinéa a) ci-dessus. La préparation est ensuite fermentée et vieillie ;
- c) On mélange la préparation obtenue avec de la poudre de piment rouge. D'autres ingrédients peuvent être ajoutés avant ou après le processus de fermentation décrit à l'alinéa b) ci-dessus ;
- d) On traite le produit par la chaleur ou par d'autres moyens appropriés, avant ou après conditionnement dans un récipient hermétiquement scellé afin d'en empêcher la détérioration.

#### 3. FACTEURS ESSENTIELS DE COMPOSITION ET DE QUALITÉ

##### 3.1 COMPOSITION

###### 3.1.1 Ingrédients de base

- a) Céréales
- b) Piment rouge (*Capsicum annuum* L.) en poudre
- c) Sel
- d) Eau potable

###### 3.1.2 Ingrédients facultatifs

- a) *Meju*<sup>\*</sup> en poudre

\* Ce terme désigne la pâte de soja fermentée ou la préparation obtenue en mélangeant des fèves de soja et des céréales auxquelles on ajoute des micro-organismes (bactéries, moisissures et levures) à l'état naturel.

- b) Fèves de soja
- c) Sucres
- d) Alcool distillé dérivé de produits agricoles
- e) Sauce soja
- f) Pâte de soja fermentée
- g) Sauce de poisson
- h) Extrait de poissons et fruits de mer

<sup>1</sup> Les membres de la Commission du Codex Alimentarius de la région Asie figurent sur le site web du Codex : [http://www.codexalimentarius.net/web/members\\_area.jsp?lang=FR](http://www.codexalimentarius.net/web/members_area.jsp?lang=FR).

- i) Protéine de blé fermentée
- j) Riz fermenté
- k) Extrait de levure
- l) Protéines végétales hydrolysées
- m) Autres ingrédients

### 3.2 FACTEURS DE QUALITE

#### 3.2.1 Facteurs de qualité

- a) Capsaïcine 10 ppm au minimum (w/w)
- b) Protéines brutes 4 pour cent au minimum (w/w)
- c) Humidité 55 pour cent au maximum (w/w)

3.2.2 La pâte de soja fermentée au piment fort doit avoir une saveur et une odeur caractéristiques et présenter les qualités ci-dessous.

- a) Couleur: le produit doit avoir une couleur rouge ou rouge foncé due à la présence de piment rouge (*Capsicum annuum* L.).
- b) Saveur: le produit doit avoir une saveur épicée. Il peut aussi avoir un goût plus ou moins sucré ou salé.
- c) Texture: la viscosité du produit doit être normale.

### 3.3 CLASSIFICATION DES ARTICLES DEFECTUEUX

Tout récipient qui ne satisfait pas aux critères de qualité définis à la section 3.2 doit être considéré comme « défectueux ».

### 3.4 ACCEPTATION DES LOTS

Un lot est considéré comme répondant aux critères de qualité définis à la section 3.2 lorsque le nombre d'articles « défectueux », tels que définis à la section 3.3, ne dépasse pas le nombre limite d'acceptation c) du plan d'échantillonnage approprié.

## 4. ADDITIFS ALIMENTAIRES

Les additifs alimentaires énumérés ci-dessous peuvent être utilisés à concurrence des concentrations maximales autorisées.

### 4.1 CONSERVATEURS

N° de SIN	Nom des additifs alimentaires	Concentration maximale
200	Acide sorbique	1000 mg/kg comme acide sorbique seul ou en combinaison
202	Sorbate de potassium	
203	Sorbate de calcium	

### 4.2 EXHAUSTEURS D'AROME

N° de SIN	Nom des additifs alimentaires	Concentration maximale
621	Glutamate monosodique, L-	limitée par les BPF
508	Chlorure de potassium	limitée par les BPF

### 4.3 ANTIOXYDANT

N° de SIN	Nom des additifs alimentaires	Concentration maximale
325	Lactate de sodium	limitée par les BPF

### 4.4 REGULATEURS DE L'ACIDITE

N° de SIN	Nom des additifs alimentaires	Concentration maximale
296	Acide malique (DI-)	limitée par les BPF

339(i)	Phosphate de sodium dihydrogène	5 000 mg/kg seul ou en combinaison, comme phosphore
339(ii)	Phosphate disodique d'hydrogène	
340(i)	Phosphate de potassium dihydrogène	
340(ii)	Phosphate dipotassique d'hydrogène	
452(i)	Polyphosphate de sodium	
452(ii)	Polyphosphate de potassium	

#### 4.5 STABILISANTS

N° de SIN	Nom des additifs alimentaires	Concentration maximale
412	Gomme guar	limitée par les BPF
414	Gomme arabique (gomme d'acacia)	limitée par les BPF
415	Gomme xanthane	limitée par les BPF

#### 5. CONTAMINANTS

Les produits visés par les dispositions de la présente norme doivent être conformes aux limites maximales de la *Norme générale du Codex pour les contaminants et les toxines dans les aliments* (CODEX STAN 193-1995).

Les produits visés par les dispositions de la présente norme doivent être conformes aux limites maximales de résidus pour les pesticides fixées par la Commission du Codex Alimentarius.

#### 6. HYGIÈNE

**6.1** Il est recommandé que les produits visés par les dispositions de la présente norme soient préparés et manipulés conformément aux sections appropriées du *Code d'usages international recommandé - Principes généraux d'hygiène alimentaire* (CAC/RCP 1-1969) et aux autres textes pertinents du Codex tels que le Code d'usages en matière d'hygiène et d'autres Codes d'usages.

**6.2** Les produits doivent être conformes à tous les critères microbiologiques établis conformément aux *Principes pour l'établissement et l'application des critères microbiologiques pour les aliments* (CAC/GL 21-1997).

#### 7. POIDS ET MESURES

##### 7.1 POIDS MINIMAL

Dans le cas d'un produit dont le poids indiqué est inférieur à 1 kg, la tolérance est inférieure à 15 g. Dans le cas d'un produit dont le poids indiqué est compris entre 1 kg et 5 kg, le poids net du produit ne doit pas être inférieur à 98,5 pour cent du poids indiqué. Dans le cas d'un produit dont le poids indiqué est supérieur à 5 kg, le poids net du produit ne doit pas être inférieur à 99 pour cent du poids indiqué.

##### 7.2 CLASSIFICATION DES « ARTICLES DEFECTUEUX »

Tout récipient qui ne répond pas aux spécifications requises à la section 7.1 en ce qui concerne le poids minimal doit être considéré comme « défectueux ».

##### 7.3 ACCEPTATION DES LOTS

Un lot est considéré comme remplissant les conditions requises à la section 7.1 lorsque le nombre d'articles « défectueux », tels que définis à la section 7.2 ne dépasse pas le nombre limite d'acceptation c) du plan d'échantillonnage approprié.

#### 8. ÉTIQUETAGE

Outre les dispositions de la *Norme générale Codex pour l'étiquetage des denrées alimentaires préemballées* (CODEX STAN 1-1985), les dispositions spécifiques ci-après s'appliquent.

##### 8.1 NOM DU PRODUIT

**8.1.1** Le produit doit être désigné par le nom « pâte de soja fermentée au piment fort ».

**8.1.2** Le produit peut être désigné conformément aux législations nationales, de sorte que ses caractéristiques soient spécifiées.

## **8.2 ÉTIQUETAGE DES RECIPIENTS NON DESTINES A LA VENTE AU DETAIL**

Les informations relatives aux récipients non destinés à la vente au détail doivent figurer sur le récipient ou dans les documents d'accompagnement. Toutefois, le nom du produit, l'identification du lot de même que le nom et l'adresse du fabricant, du conditionneur ou du distributeur et les instructions d'entreposage doivent figurer sur le récipient. Une marque d'identification peut cependant être substituée à l'identification des lots, au nom et à l'adresse du fabricant, du conditionneur ou du distributeur, à condition que cette marque puisse être identifiée clairement par les documents d'accompagnement.

## **9. MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE**

### **9.1 ÉCHANTILLONNAGE**

L'échantillonnage doit être effectué comme suit:

- a) Les échantillons doivent être conservés à l'abri de la chaleur ;
- b) Des précautions particulières doivent être prises pour protéger les échantillons, le matériel d'échantillonnage et les récipients contenant les échantillons de toute pollution extérieure ;
- c) Les échantillons doivent être conservés dans un récipient propre et sec muni d'un couvercle. L'étiquetage des échantillons doit indiquer la date d'échantillonnage, le nom du fournisseur et d'autres informations détaillées sur le chargement.

### **9.2 METHODES D'ANALYSE**

#### **9.2.1 Détermination de la capsaïcine**

Selon la méthode AOAC 995.03 ou la méthode décrite en appendice.

#### **9.2.2 Détermination des protéines brutes**

Selon la méthode AOAC 984.13 (facteur de conversion de l'azote: 6,25).

#### **9.2.3 Détermination de l'humidité**

Selon la méthode AOAC 934.01.

**Appendice****Détermination de la capsaïcine dans la pâte de soja fermentée au piment fort par chromatographie en phase gazeuse (CG)****1. CHAMP D'APPLICATION**

La méthode permet de déterminer la teneur en capsaïcine de la pâte de soja fermentée au piment fort par chromatographie en phase gazeuse. La méthode utilise du squalène comme étalon interne. La concentration de la capsaïcine est exprimée en ppm.

**2. PRINCIPE**

Pour extraire la capsaïcine, il faut homogénéiser le mélange avec soin. Ensuite, on extrait la capsaïcine dans la pâte de soja fermentée au piment fort avec 100 pour cent de méthanol, et on procède à un fractionnement méthanol-hexane pour éliminer les substances hydrophiles et hydrophobes qui interfèrent à l'aide d'une ampoule à décanter. On extrait la capsaïcine présente dans une couche de méthanol avec du dichlorométhane (DCM) et le NaCl saturé, puis on concentre à l'aide d'un évaporateur rotatif. On prélève ensuite une partie de l'extrait de l'échantillon concentré et on le dissout complètement avec du DCM contenant du squalène comme étalon interne pour l'analyse par chromatographie en phase gazeuse.

**3. REACTIFS ET MATERIELS**

Durant l'analyse, sauf indication contraire, utiliser uniquement un réactif à usage analytique et de l'eau de degré 3 au minimum, conformément à ISO 3696.

**3.1 Réactifs**

3.1.1 Capsaïcine (99 + %,  $C_{18}H_{27}NO_3$ , Fw 305.42, CAS 404-86-4)

3.1.2 Squalène (CAS 111-02-4)

3.1.3 Hexane

3.1.4 Méthanol

3.1.5 Méthanol + Eau (80 + 20)

3.1.6 Dichlorométhane

3.1.7 Chlorure de sodium

3.1.8 Sulfate de sodium

**3.2 Préparation d'une solution type**

3.2.1 Solution de réserve de capsaïcine (A)

Peser environ 100 mg de capsaïcine pour obtenir 100 ml dans un flacon volumétrique avec DCM pour obtenir une solution (A) de quelque 1000 µg/ml.

3.2.2 Solution préparée de capsaïcine (B)

Préparer une solution B intermédiaire de 100 ml en diluant 10 ml de la solution A (3.2.1) avec 100 ml de DCM pour obtenir exactement 100 µg/ml dans du DCM.

3.2.3 Solution type interne préparée de squalène (C)

Peser environ 100 mg de squalène et mélanger 250 ml dans un flacon volumétrique avec du DCM pour obtenir une solution (C) d'environ 400 µg/ml dans du DCM.

**3.3 Solutions-étalons de capsaïcine**

Verser des volumes de la solution de 100 µg/ml (B, 3.2.2) dans un flacon à fond arrondi de 50 ml, faire sécher et ajouter 2 ml de solution type interne préparée (C, 3.2.3) pour obtenir 10,0 ; 50,0 ; 100,0 ; 300,0 ; 500,0 µg/ml de capsaïcine.

#### **4. APPAREILLAGE**

##### **4.1 Chromatographe en phase gazeuse avec détecteur à ionisation de flamme**

Les conditions suivantes ont été jugées appropriées:

4.1.1 Température de l'injecteur / détecteur: 320°C / 350°C.

4.1.2 Programme de température du four: 220°C pendant une minute, porter à 5°C/min à 250°C, maintenir pendant 13 minutes et porter à 280°C en maintenant 5 min à 20°C/min. Gaz vecteur hélium à 1,5 ml/minute.

4.1.3 Faire une injection à débit divisé de 1,0 uL avec un rapport de division de 1:5.

4.2 Colonne CG, 30 m x 0,32 µm, épaisseur de film 0,25 µm, HP-1 ou équivalent

4.3 Balance d'analyses, permettant de calculer les poids à 4 décimales près.

4.4 Agitateur-secoueur, capable d'atteindre 2 000 tours/minute

4.5 Centrifugeuse, capable d'atteindre 3 500 tours/minute

4.6 Papier filtre (Waterman N° 2 ou équivalent)

#### **5. ÉCHANTILLONS DE LABORATOIRE**

A la réception, attribuer un numéro unique à chaque échantillon. Entreposer l'échantillon de pâte de soja fermentée au piment fort à une température inférieure à 4°C. Tous les autres échantillons sont conservés à température ambiante dans un récipient hermétique avant d'être analysés.

#### **6. MARCHE A SUIVRE**

##### **6.1 Échantillon de laboratoire**

Hacher ou râper des échantillons jusqu'à obtention d'un mélange homogène. Tous les échantillons doivent être entreposés dans un récipient étanche et à température ambiante avant d'être analysés. Tous les échantillons doivent être mélangés avec soin jusqu'à obtention d'un produit homogène avant d'être analysés.

##### **6.2 Échantillon d'essai**

6.2.1 Mélanger avec soin l'échantillon. Le peser à 0,01 g près, et placer 10 g de pâte de soja fermentée au piment fort dans une bouteille centrifugeuse (250 mL, Nalgène).

6.2.2 Ajouter 50 ml de méthanol et agiter pendant 2 heures, extraire la capsaïcine.

6.2.3 Filtrer l'extrait avec le papier filtre Waterman N° 2 dans un flacon de 250 ml (Ext-A).

6.2.4 Ajouter encore 30 ml de méthanol au résidu et agiter pendant 1 heure, extraire la capsaïcine (Ext-B).

6.2.5 Répéter les étapes 6.2.3 à 6.2.4 (Ext-C).

6.2.6 Mélanger Ext-A, Ext-B et Ext-C dans une fiole à fond arrondi de 250 ml, pour obtenir une concentration d'environ 5 ml.

6.2.7 Dissoudre le concentré avec 20 ml de méthanol à 80 pour cent et 20 ml d'hexane.

6.2.8 Transférer la solution dans une ampoule à décanter de 250 ml.

6.2.9 Agiter et séparer en deux couches, une couche de méthanol (couche M1, supérieure) et une couche d'hexane (couche H1, inférieure).

6.2.10 Réserver la couche H1 dans un flacon de 100 ml et transférer la couche M1 (6.2.9) dans une ampoule à décanter et ajouter encore 20 ml d'hexane.

6.2.11 Répéter les étapes 6.2.9 à 6.2.10 (couche de M2 et couche de H2).

6.2.12 Répéter les étapes 6.2.9 à 6.2.10 (couche de M3 et couche de H3).

6.2.13 Mélanger la couche de H1, la couche de H2 et la couche de H3 (couche de HC) dans l'ampoule à décanter de 250 ml, ajouter 20 ml de méthanol à 80 pour cent agiter et séparer en deux couches, une couche de méthanol (M'1 couche inférieure) et une couche d'hexane (H'1- couche supérieure).

- 6.2.14 Réserver la couche M'1 dans le nouveau flacon de 250 ml.
- 6.2.15 Ajouter 20 ml de méthanol à 80 pour cent dans une ampoule à décanter contenant l couche de HC, agiter et séparer en deux couches (couche M'2 et couche H'2).
- 6.2.16 Mélanger toute la couche M dans la nouvelle ampoule à décanter (250 ml), ajouter 20 ml de NaCl saturé et 20 ml de DCM.
- 6.2.17 Secouer et séparer en deux couches (couche D1 et couche WM1) dans l'ampoule à décanter de 250 ml.
- 6.2.18 Transférer la couche D1 dans le nouveau flacon à fond arrondi de 250 ml.
- 6.2.19 Ajouter 20 ml de DCM dans l'ampoule à décanter (6.2.16), agiter et séparer en deux couches (couche D2 et couche WM1).
- 6.2.20 Répéter l'étape 6.2.16 (couche D3 et couche WM1).
- 6.2.21 Mélanger la couche D1, la couche D2 et la couche D3 dans le flacon à fond arrondi de 250 ml, en le concentrant (C-D)
- 6.2.22 Transférer le concentré (C-D, 6.2.21) dans un flacon à fond arrondi de 100 ml, le dissoudre complètement avec du DCM.
- 6.2.23 Poser environ 3 g de sulfate de sodium sur le papier filtre et déshydrater C-D en y faisant passer du sulfate de sodium.
- 6.2.24 Recueillir la couche de C-D déshydraté dans un flacon à fond arrondi de 50 ml et faire sécher à l'aide d'un évaporateur rotatif.
- 6.2.25 Dissoudre le concentré avec 2 ml de DCM contenant du squalène comme solution type interne (C, 3.2.3)
- 6.2.26 Analyser la solution de dosage par chromatographie en phase gazeuse.

## **7. CALCUL – METHODE DE L'ETALON INTERNE**

- 7.1** Mesurer la surface de la capsaïcine et les pics de squalène.
- 7.2** Calculer le rapport des surfaces de la capsaïcine et des pics de squalène.
- 7.3** Tracer un graphique d'étalonnage pour les étalons en représentant le rapport surface des pics/poids dans le microgramme de capsaïcine dans le flacon.
- 7.4** Calculer la pente de la courbe d'étalonnage.
- 7.5** Diviser le rapport de la surface du pic des inconnues par la valeur de la pente pour obtenir le poids de capsaïcine par flacon pour les échantillons inconnus.

## **8. PRESENTATION FINALE DES RESULTATS**

Les résultats sont exprimés en ppm et indiqués à deux chiffres près.

## **BLIBIOGRAPHIE**

1. W. Hawer and J. Ha et al.: Effective separation and quantitative analysis of major heat principles in red pepper by capillary GC, Food chemistry, 49, pages 99-103, 1994.
2. J. Jung and S. Kang: A new method for analysis of capsaicinoids content in microcapsule, Korean J. Food Sci. Technol., Volume 32, N°1, pages 42-49, 2000.
3. C.A. Reilly et al.: Quantitative analysis of capsaicinoids in fresh peppers, oleoresin capsicum and pepper spray products, J. of Forensic science, Volume 43, N° 3, pages 502-509, 2001.
4. Ha et al.: Gas Chromatography Analysis of Capsaicin in Gochujang, Journal of AOAC International Volume 91. N° 2, 2008.

**Annexe I**

Tableau 1. Résumé du test de reproductibilité pour des échantillons d'essai (en ppm)

Test N°	<i>Pâte de soja fermentée au piment fort - K</i>
1	64,7
2	69,0
3	70,6
4	71,8
5	70,5
Moyenne	69,3
Écart-type résiduel, %	3,99

Tableau 2. Résumé du test de récupération pour les échantillons d'essai (en %)

Test N°	<i>Pâte de soja fermentée au piment fort - K</i>
1	80,47
2	77,29
3	87,97
4	91,00
5	95,18
Moyenne	86,38
Écart-type résiduel, %	8,56

Annexe II

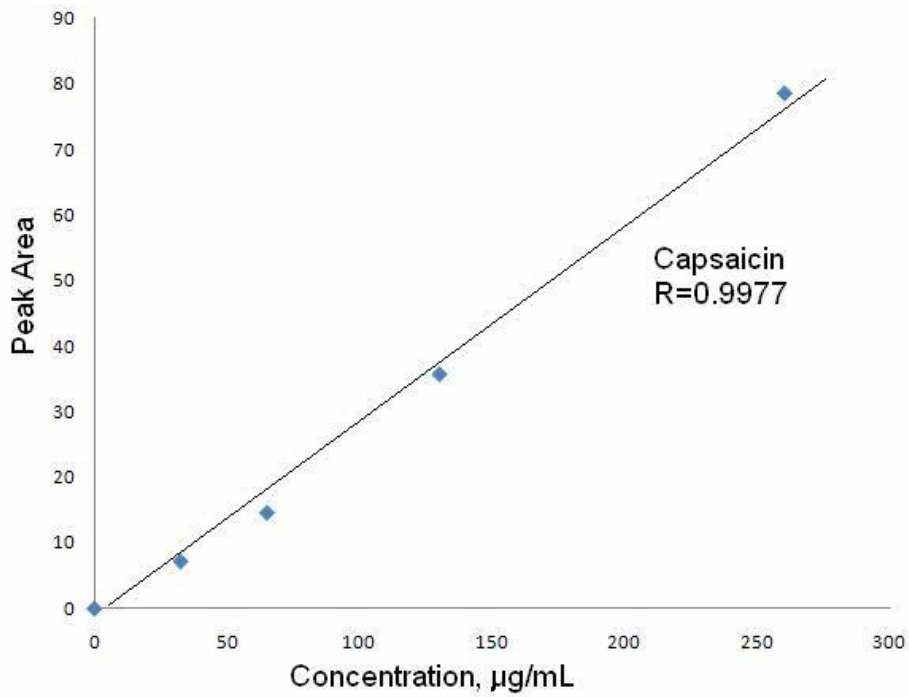


Fig.1. Courbe d'étalonnage de la capsaïcine selon la méthode de chromatographie en phase gazeuse

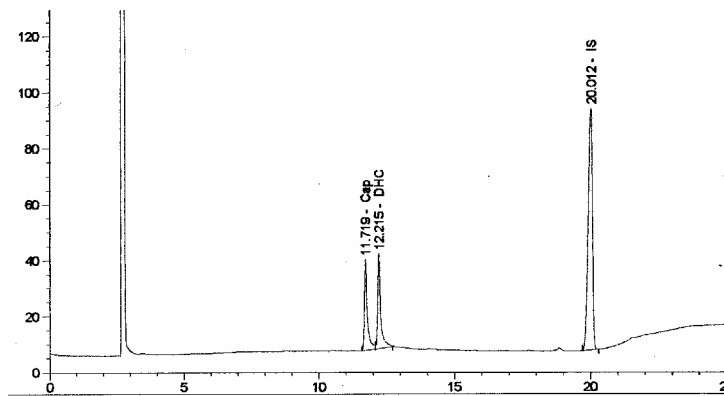


Fig. 2. Chromatogramme CG des étalons de capsaïcine

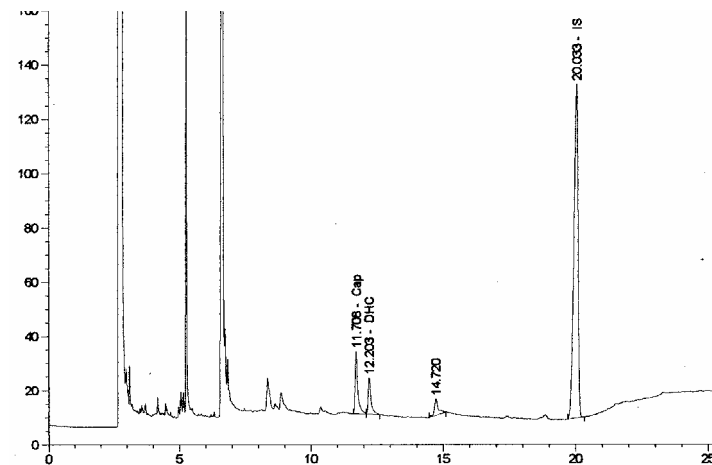


Fig. 3. Chromatogramme CG de la capsaïcine dans la pâte de soja fermentée au piment fort