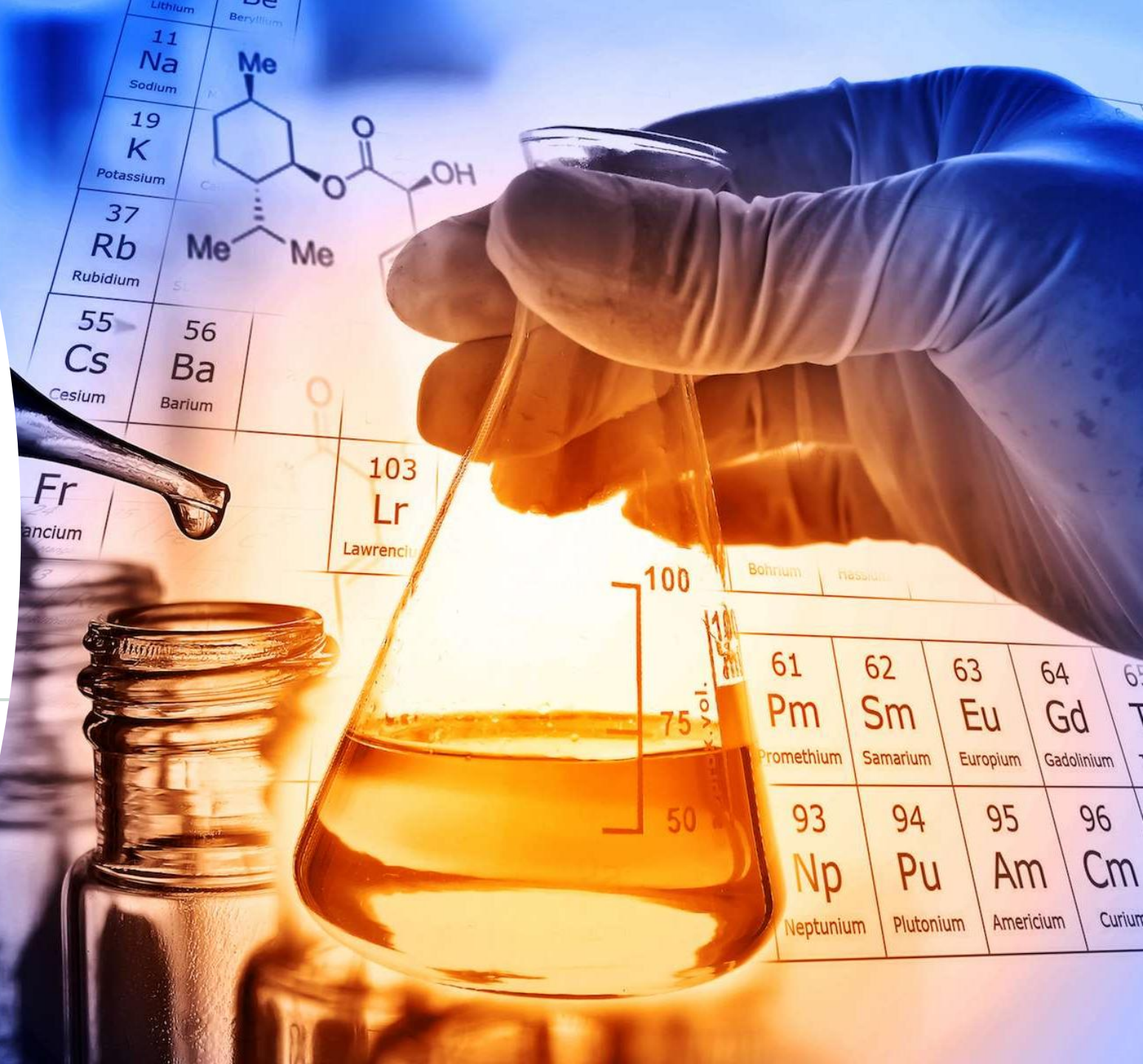


Etat d'avancement des travaux sur l'implémentation de la norme ISO 17034

Caterina MAZZONI

Journée technique BIPEA, Paris le 17/11/2023



Plan BIPEA 2020-2025

Consolider la reconnaissance et le rayonnement scientifique du BIPEA

- Production de MRC sélectivement et accréditation 17034,
- Poursuite de la participation à des manifestations scientifiques, rédactions de posters et d'articles,
- Poursuite des études au support des laboratoires.

Méthodologie – choix du MRC

- Matrice :
 - **Blé dur** avec 3 taux cibles, idéalement
 - 12%,
 - 14%,
 - 16%.
- Mesurandes :
 - Critère principale : **teneur en protéines** (méthode Dumas et Kjeldahl).
 - Critères secondaires : teneur en eau et taux de cendres.

Méthodologie – Méthodes de mesure

- **Teneur en protéines :**
 - Méthode **DUMAS** selon la norme ISO 16634-2 - Produits alimentaires — Détermination de la teneur en azote total par combustion selon le principe Dumas et calcul de la teneur en protéines brutes — Partie 2 : Céréales, légumineuses et produits céréaliers de mouture.
 - Méthode **KJELDAHL** selon la norme ISO 20483 - Céréales et légumineuses — Détermination de la teneur en azote et calcul de la teneur en protéines brutes — Méthode de Kjeldahl.
- **Teneur en eau :** méthode ISO 712 - Céréales et produits céréaliers — Détermination de la teneur en eau — Méthode de référence.
- **Taux de cendres :** méthode ISO 2171 - Céréales, légumineuses et produits dérivés — Dosage du taux de cendres par incinération.

Méthodologie - Etapes

- **Etude de faisabilité** sur des essais du circuit 06 « blé dur »
- **Vérification** systématique des lots réceptionnés et sélectionnés:
 - Analyses : protéines (Kjeldahl et Dumas), eau, cendres, impuretés,
 - Validation du lot en fonction des résultats d'analyses.
- **Préparation des échantillons** selon nos procédures validées dans le cadre des EIL
- Contrôle de l'**homogénéité** des échantillons
- Evaluation et surveillance de la **stabilité** des échantillons
- **Caractérisation** des MRC par un ou des essais interlaboratoires
- Elaboration des **certificats** et documents annexes.

Méthodologie – Contrôles d'homogénéité

■ Contrôles d'homogénéité :

- Choix des critères : teneur en protéines (méthode Dumas et Kjeldahl), teneur en eau et taux de cendres.
- Choix du laboratoire sous-traitant accrédité selon la norme ISO 17025.
- Vérification de l'homogénéité des échantillons par des **études expérimentales** sur **10 échantillons** sous la forme finale analysés en double, prélevés aléatoirement sur le lot d'échantillons fabriqués, conformément aux exigences de l'annexe B de la norme ISO 13528. Les résultats sont traités à l'aide d'outils statistiques suivants :
 - Etude des rapports entre l'écart-type inter-échantillons (s_s) et la demi-tolérance (VT/2) appliquée pour chaque critère dans le cadre du circuit Bipea « Blé dur » : $s_s \leq 0.3*(VT/2)$
 - Test de Fisher pour l'analyse de variance : **valeur F observée < valeur F critique**
 - Test d'inhomogénéité significative : **variance entre les échantillons < valeur c critique**

Méthodologie – Contrôles de stabilité

- **Evaluation et surveillance de la stabilité**

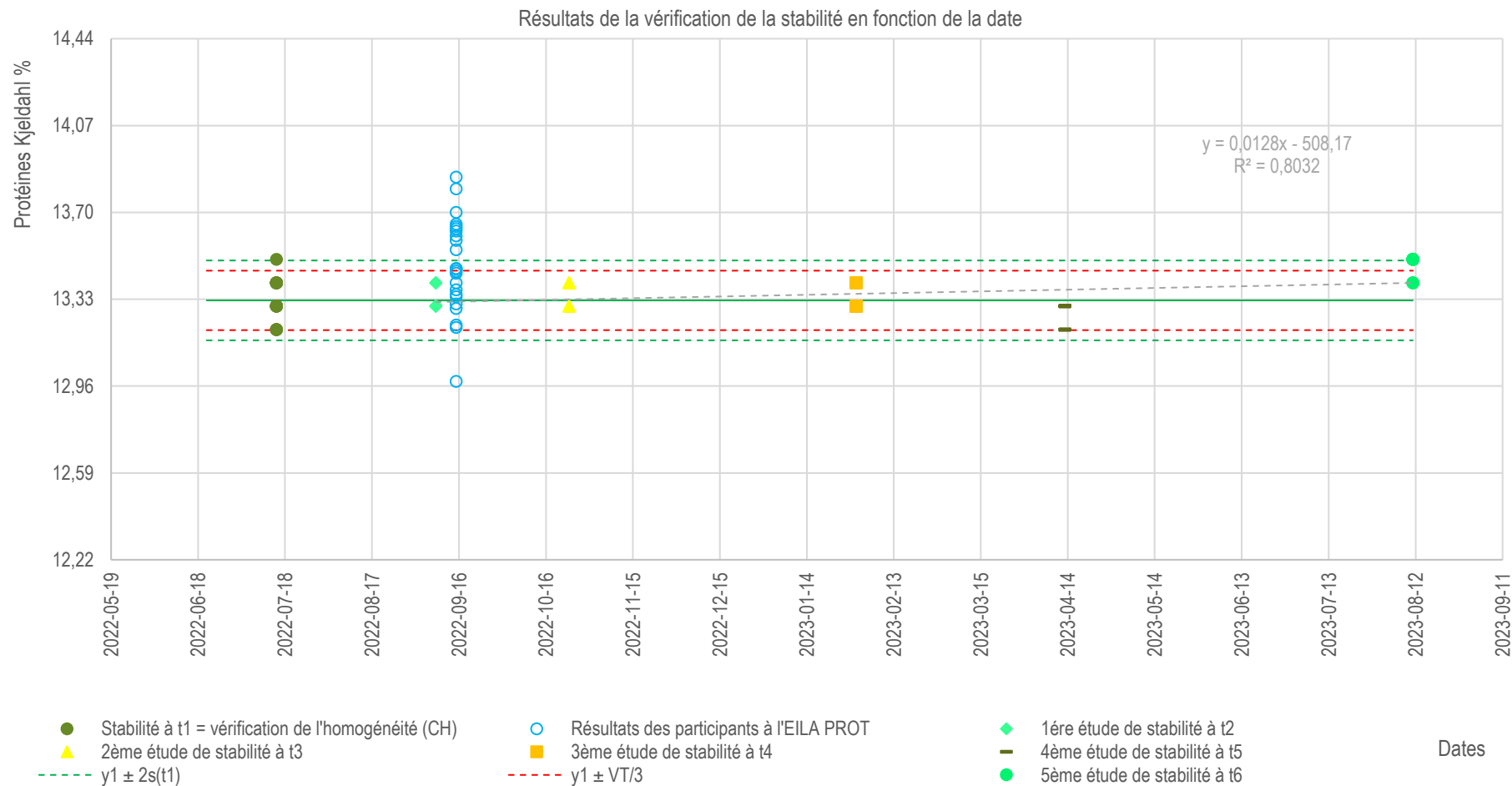
- Evaluation initiale par extrapolation de résultats obtenus dans le cadre du circuit 06 « Blé dur ».
- Tout au long de la durée de vie du matériau (surveillance) :
 - La stabilité des échantillons de blé dur sera vérifiée sur les échantillons sous leur forme finale conservés à $(5 \pm 3) ^\circ\text{C}$ à :
 - **1 mois, 3 mois, 6 mois, 12 mois et 24 mois.**
 - Pour chaque essai, 5 échantillons sont envoyés au laboratoire sous-traitant pour analyse dans les mêmes conditions que le contrôle d'homogénéité (t_i).

Méthodologie – Etude de faisabilité

- Evaluation et surveillance de la stabilité – évaluation initiale par extrapolation de résultats
 - des études de stabilité ont été réalisées sur les fabrications de blé dur des essais de mai et septembre 2022 (circuit 06) :
 - Essai de mai 2022 : stabilité à 3 mois, 5 mois et 7 mois.
 - Essai de septembre 2022 : stabilité à 1 mois, 3 mois, 6 mois et 12 mois.

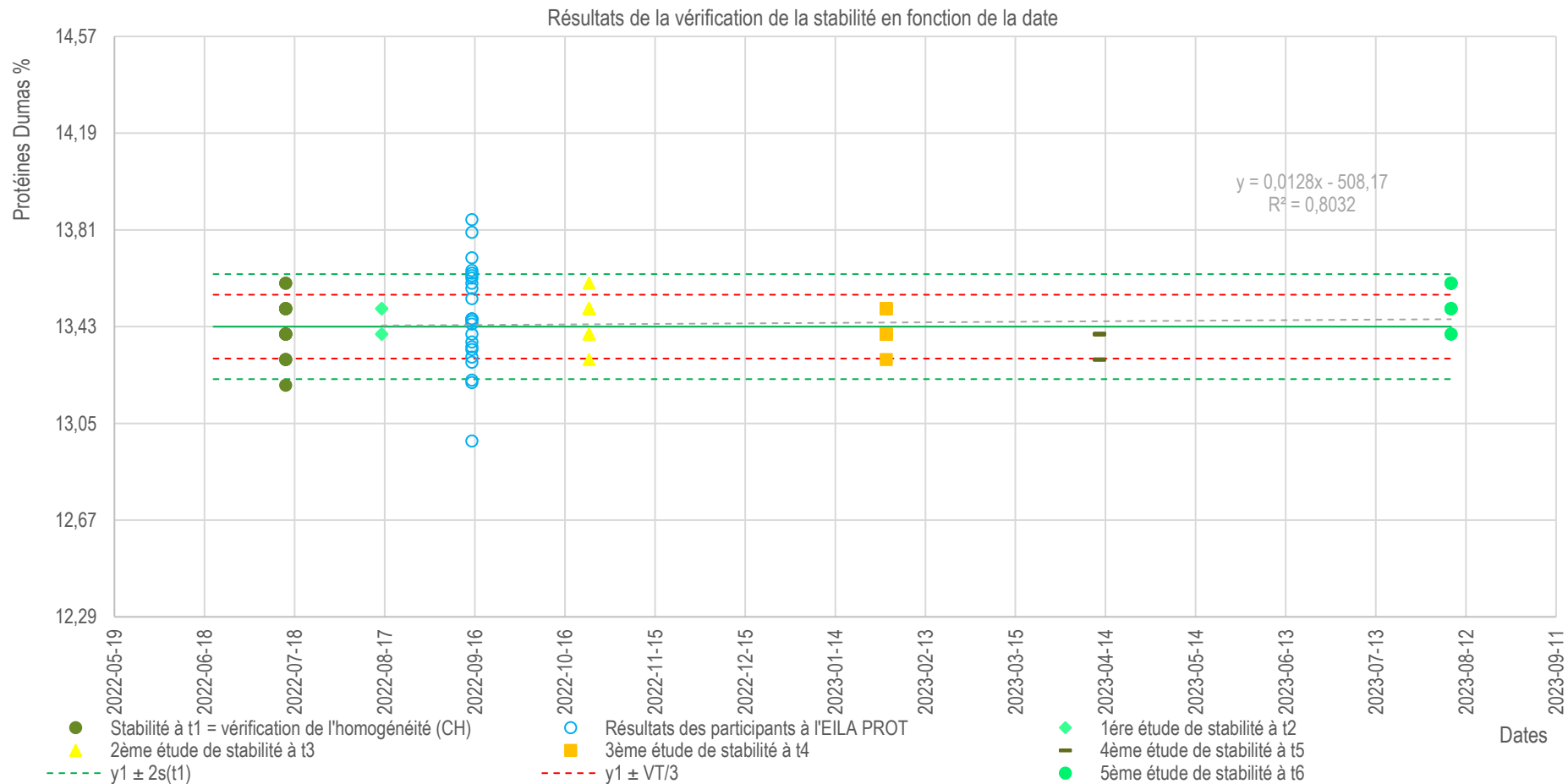
Méthodologie – Etude de faisabilité

■ Circuit 06 - Essai de septembre 2022 – Etudes de stabilité - Protéines Kjeldahl



Méthodologie – Etude de faisabilité

■ Circuit 06 - Essai de septembre 2022 – Etudes de stabilité - Protéines Dumas



Méthodologie – Etude pour un MRC candidat

- Choix du lot de blé dur:
 - Taux de protéines indiqué sur le lot : 14%
 - Caractérisation
 - Validation

C.	Analyses	Normes	Résultats	Unités	Date
	ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES				
☉	Teneur en Eau	NF EN ISO 712	13.02	%	25/01/2023
☉	Protéines (Nx5.7) / M.S	NF EN ISO 16634-2	14.0	%	31/01/2023
☉	Protéines (Nx5.7) / M.S	NF EN ISO 20483	13.9	%	31/01/2023
	Cendres / M.S	NF ISO 2171	1.83	%	31/01/2023
	TAUX D'IMPURETES				
☉	Grains Brisés	NF EN 15587	1.2	%	31/01/2023
	Grains Germés		0.0	%	31/01/2023
	Grains Mouchetés		0.3	%	31/01/2023
	dont Grains Colorés du Germe		0.1	%	31/01/2023
	Grains Fusariés		0.0	%	31/01/2023
	Grains Miltadinés	NF V03 779	3.2	%	31/01/2023
	Impuretés Constituées par des Grains		2.1	%	31/01/2023
	. grains échaudés		1.19	%	31/01/2023
	. autres céréales		0.52	%	31/01/2023
	. attaqués par les déprédateurs		0.42	%	31/01/2023
	. chauffés par séchage		0.00	%	31/01/2023
	Impuretés Diverses		0.1	%	31/01/2023
	. graines nuisibles		0.00	%	31/01/2023
	. graines étrangères		0.04	%	31/01/2023
	. grains avariés		0.00	%	31/01/2023
	. impuretés proprement dites		0.01	%	31/01/2023
	. balles		0.00	%	31/01/2023

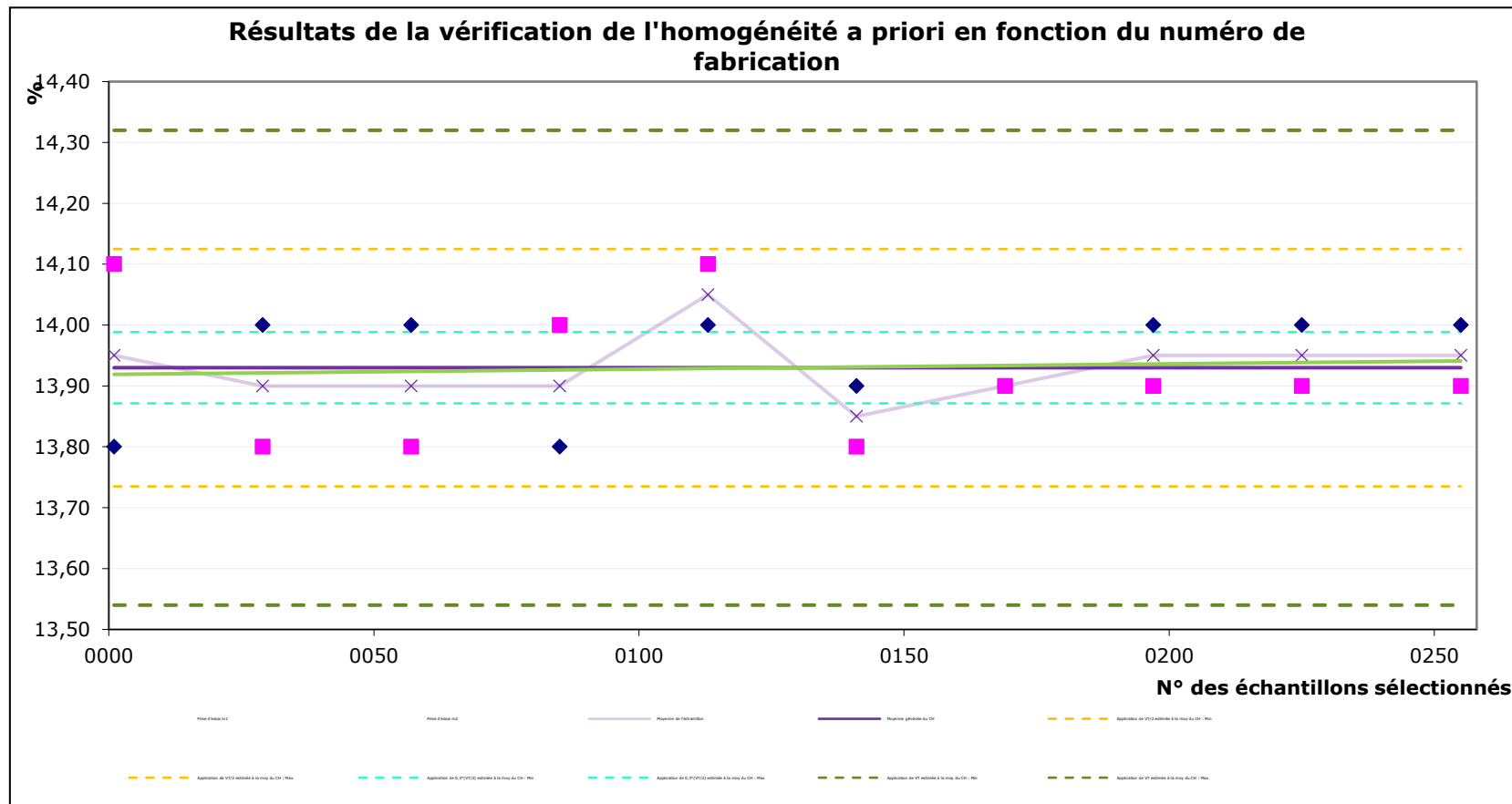
Méthodologie – Etude pour un MRC candidat

- **Fabrication des échantillons:**
 - Procédure de fabrication : carrousel
 - **256** échantillons ont été fabriqués dont :
 - 20 échantillons pour le CH
 - **100** échantillons pour les CS
 - 20 échantillons pour la caractérisation



Méthodologie – Etude pour un MRC candidat

■ Contrôle d'homogénéité – Teneur en protéines Dumas



Méthodologie – Etude pour un MRC candidat

- **Caractérisation**
 - **9 laboratoires accrédités de 3 pays différents ont participé à l'essai interlaboratoires**
 - un ou plusieurs échantillons ont été envoyé à analyser en fonction du plan d'expériences. Dans le cas où plusieurs échantillons sont envoyés à un même laboratoire, celui-ci s'engage à traiter chaque échantillon séparément dans **les conditions de reproductibilité** (opérateurs différents avec des équipements différents ou jours d'analyse différents).
 - une lettre d'engagement est demandée à chaque laboratoire
 - Tous les laboratoires ont envoyé les résultats et les certificats d'analyses sous un délai d'un mois

Méthodologie – Etude pour un MRC candidat

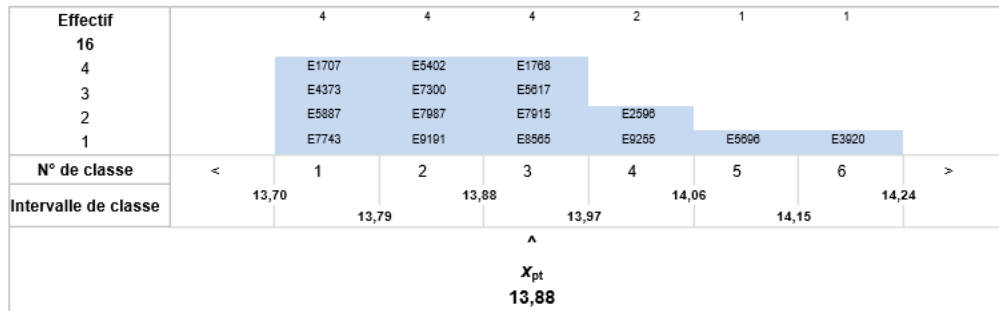
■ Caractérisation : résultats

Histogramme du critère PROT888 - TENEUR en PROTEINES - - %

Histogram for criteria PROT888 - PROTEIN CONTENT - - %

Tous laboratoires

All laboratories



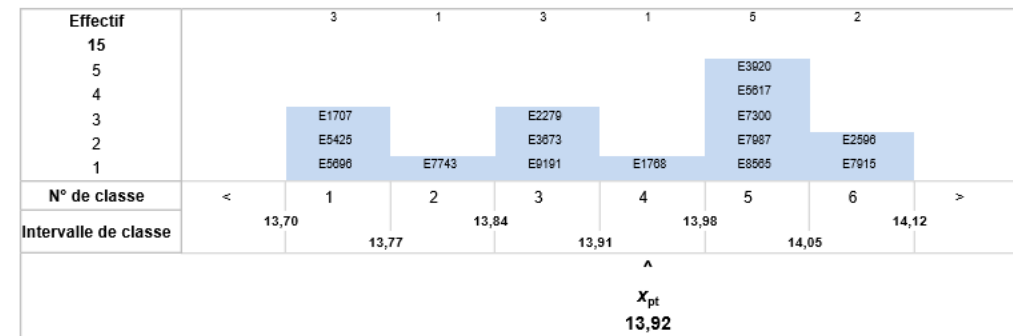
MÉTHODES	
K / NF EN ISO 20483	
x_m^e	13,88
$u(x_m^e)$	0,05
s_m^e	0,15
p_m	16

Histogramme du critère PROD888 - TENEUR en PROTEINES - - %

Histogram for criteria PROD888 - PROTEIN CONTENT - - %

Tous laboratoires

All laboratories



MÉTHODES	
D / NF EN ISO 16634-2	
x_m^e	13,92
$u(x_m^e)$	0,05
s_m^e	0,16
p_m	15

Méthodologie – Etude pour un MRC candidat

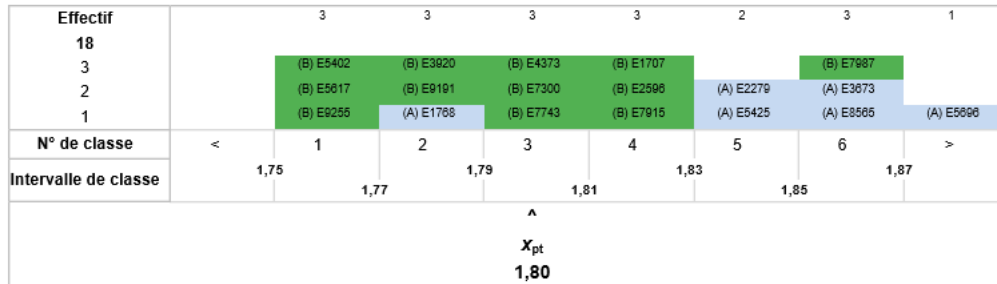
■ Caractérisation : résultats

Histogramme du critère CEND888 - TENEUR en CENDRES sur MS - - %

Histogram for criteria CEND888 - ASH CONTENT on DM basis - - %

Tous laboratoires

All laboratories



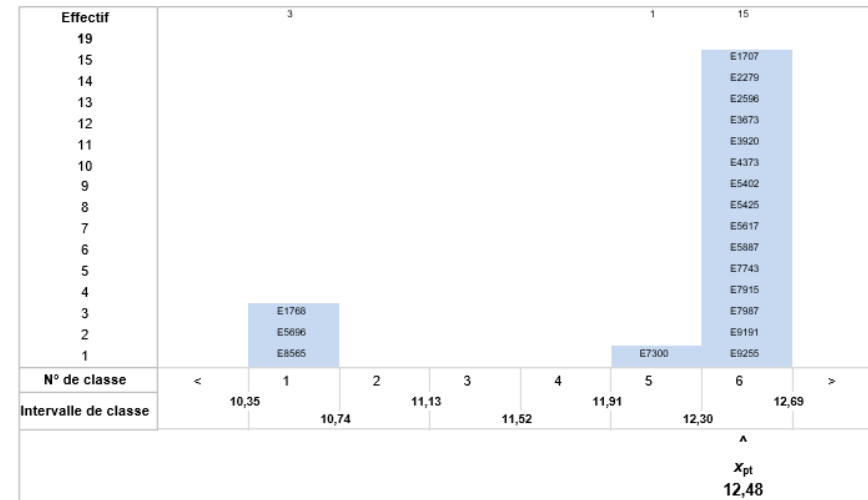
	MÉTHODES	
	A / NF EN ISO 2171 - INCI550	B / NF EN ISO 2171 - INCI600
x_m^*	1,86	1,79
$u(x_m^*)$	0,04	0,01
s_m^*	0,07	0,03
p_m	6	12

Histogramme du critère EAU888 - TENEUR en EAU - - %

Histogram for criteria EAU888 - MOISTURE CONTENT - - %

Tous laboratoires

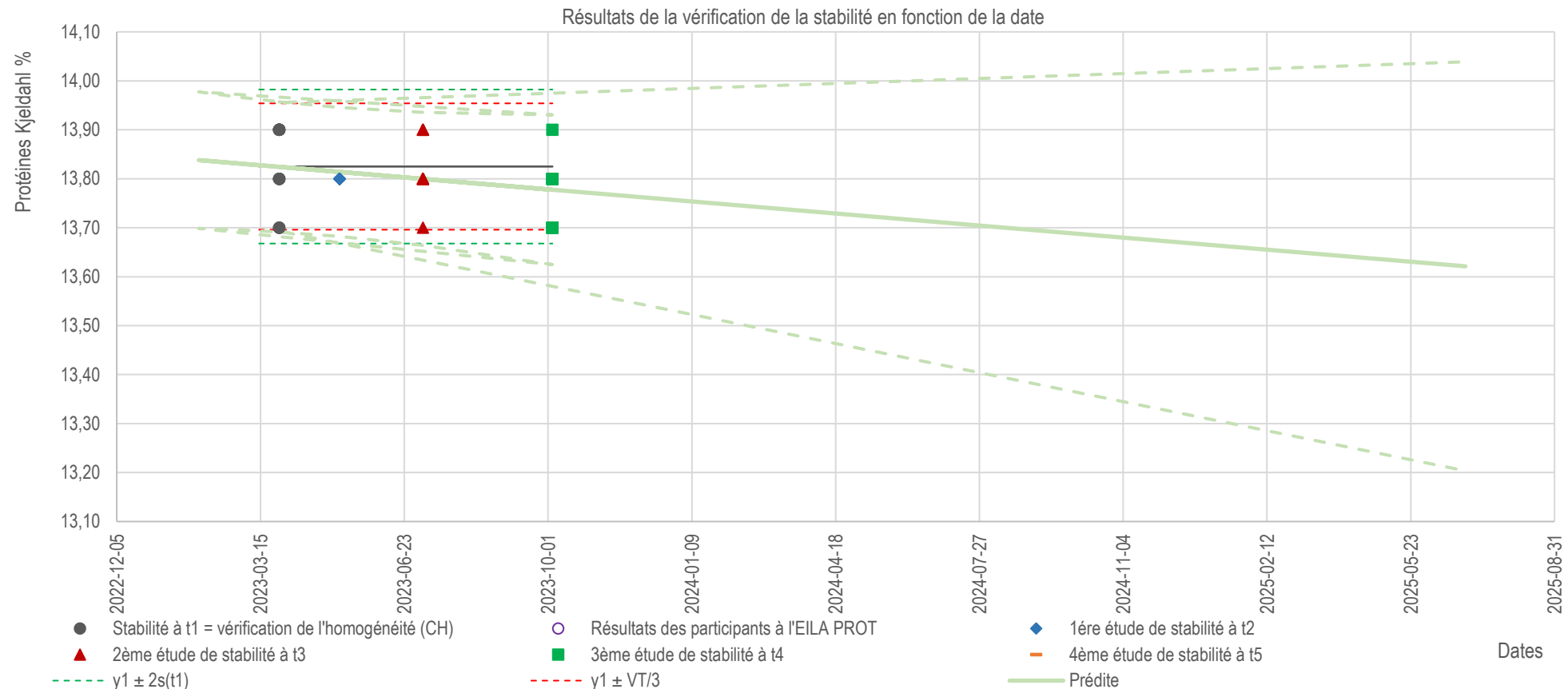
All laboratories



	MÉTHODES
	I / NF EN ISO 712
x_m^*	12,43
$u(x_m^*)$	0,05
s_m^*	0,19
p_m	19

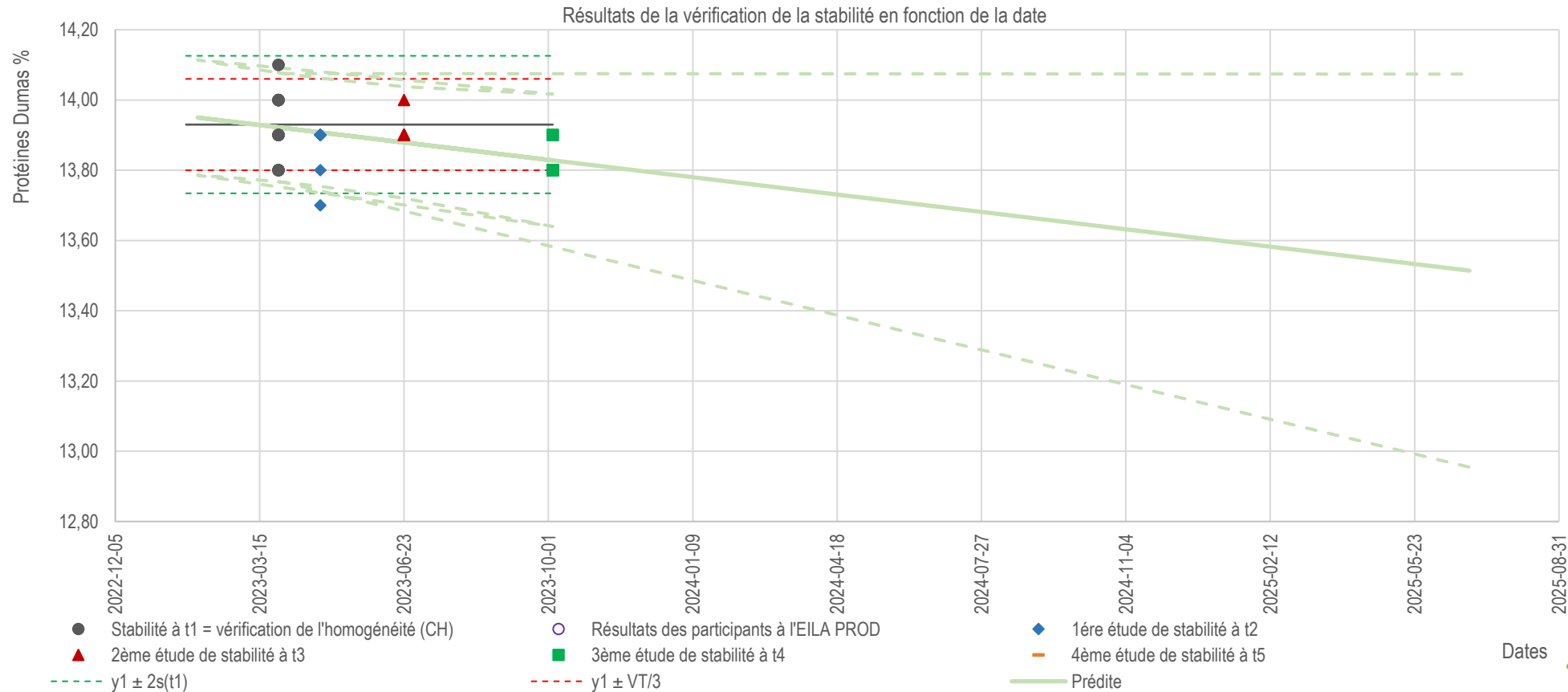
Méthodologie – Etude pour un MRC candidat

■ Evaluation de la stabilité – Teneur en protéines – Kjeldahl (1, 3 et 6 mois)



Méthodologie – Etude pour un MRC candidat

■ Evaluation de la stabilité – Teneur en protéines – Dumas (1, 3 et 6 mois)



Méthodologie – Elaboration d'un certificat



REFERENCE MATERIAL CERTIFICATE | Revision no.01 – September 2023

CAP18 – 189, rue d'Aubervilliers
75018 Paris – France
Tel: +33 (0)1 40 05 26 30.
Fax: +33 (0)1 42 09 26 85.
contact@bipea.org
www.bipea.org

REFERENCE NUMBER:	202304-02888-01
DATE OF THE TEST:	April 2023
DESCRIPTION OF TEST MATERIAL:	DURUM WHEAT
WEIGHT:	500 g approximately
STORAGE INSTRUCTION:	(5±3) °C
VALID UNTIL:	April 2025 (upcoming)

Note: Bipea Certified Reference Materials (CRM) are samples that have been manufactured as the same way as the samples used in our regular proficiency testing programs. These samples are characterized by certified assigned values, with their uncertainties published below.

ANALYTE	CERTIFIED VALUES		USED METHODS
	Unit	Value	
PROTEIN CONTENT	%	13.88 ± 0.16 (k = 2)	NF EN ISO 20483: Cereals and pulses - Determination of the nitrogen content and calculation of the crude protein content - Kjeldahl method. NF EN ISO 16634-2: Determination of the total nitrogen content by combustion according to the Dumas principle and calculation of the crude protein content - Part 2: Cereals, pulses and milled cereal products
PROTEIN CONTENT	%	13.92 ± 0.17 (k = 2)	
VALUES FOR INFORMATION PURPOSE			USED METHODS
MOISTURE CONTENT	%	12.48 ± 0.12 (k = 2)	NF EN ISO 712: Cereals and cereal products - Determination of moisture content - Reference method
ASH CONTENT on DM basis	%	1.80 ± 0.03 (k = 2)	NF EN ISO 2171: Cereals, pulses and by-products - Determination of ash yield by incineration

The certified value is estimated at the end of the interlaboratory comparison, using consensus values, which come from the results of known and controlled laboratories. Each laboratory is required to give one result per sample under independent conditions. The estimator used is the mean with the robust algorithm A from ISO 13528 standard.

REFERENCE MATERIAL DESCRIPTION

Samples: natural real durum wheat. The products are packed in special sealed aluminum bags.

INSTRUCTIONS FOR REFERENCE MATERIAL USE

Safety information: The usual laboratory safety precautions apply.

Storage: Keep at (5±3) °C. Store sample hermetically closed until the analysis. After opening, put the sample in a watertight container (glass bottle) and choose a suitable container for the size of the sample (filled around 2/3) to avoid oxidation and evaporation.

Methodological advice: Prior to use the sample should be allowed to equilibrate to ambient temperature to avoid condensation of moisture on the cold seeds. Let the container open as shortly as possible and perform quickly all the steps of the determination.

Recommendations for analysis: Fully homogenize the samples before taking subsamples for analysis, because during production or shipment the particles can segregate based on their size or their density. If several assays are carried out on the same test material, the samples should be prepared and analyzed one after the other. This is to avoid leaving the container open to the atmosphere for an extended period of time.

Minimum amount to be used: according to the NF EN ISO 16634-2 and the NF EN ISO 20483 standards depending on intended use.

Important: Bipea cannot be held responsible for changes that happen during storage of the material in the laboratory, especially for opened samples.

Paris, September 2023
Bipea
Abdelkader BOUBETRA
Scientific and Technical Manager

Signature: _____

End of the certificate. •

Projet de certificat élaborée en accord avec les prescriptions de l'ISO/GUIDE 31:2015 - Matériaux de référence — Contenu des certificats, des étiquettes et de la documentation d'accompagnement



Conclusion

- Implémentation de l'ISO 17034 dans le SMQ
- Suivi de la stabilité des échantillons fabriqués à long terme
- Un dossier de recevabilité transmis au COFRAC en juillet 2023
- Un audit interne programmé pour janvier 2024
- Recherche de lot de blé dur à faible et forte teneur en protéines
-

Merci de votre attention – Questions?