



African Food Tradition rEvisited by Research
FP7 n°245025

Start date of project: **01/09/2010**
Duration: **45 months**

Deliverable number: D.1.2.3.14.

Title of deliverable: Results of Calibration Test

Deliverable type (Report, Prototype, Demonstration, Other): Report

Dissemination level (PU, PP, RE, CO)*: PU

Contractual date of delivery: February 2011

Actual date of delivery: January 2012

Work-package contributing to the deliverable: WP4

Organisation name of lead contractor for this deliverable: CIRAD

Authors: Christian MESTRES; Thierry GOLI, Michel RIVIER; Laetitia MESTRES;
Valérie SCISLOWSKI

This document has been sent to:

The coordinator by WP Leader	Date: January 2012
To the Commission by the Coordinator	Date: January 2012

* PU: Public; PP: Restricted to other programme participants (including the Commission Services); RE: Restricted to a group specified by the consortium (including the Commission Services); CO: Confidential, only for members of the consortium (including the Commission Services)

Results of Calibration Test

Date: 20/01/2012

Version : 1

Results of Calibration Test for Group 1

Table of contents

1	Introduction	2
2	Methodology	2
3	Analysis and interpretation of results	3
4	Conclusion	5

Results of Calibration Test

Date: 20/01/2012

Version : 1

1 INTRODUCTION

The calibration test involved 5 laboratories for Group 1: CIRAD (France), UAC/FSA (Benin), FRI (Ghana), NRC and FAAU (Egypt). As we wanted to test accuracy and precision (Figure 1), we decided to use certified tests materials, as close as possible to our products.

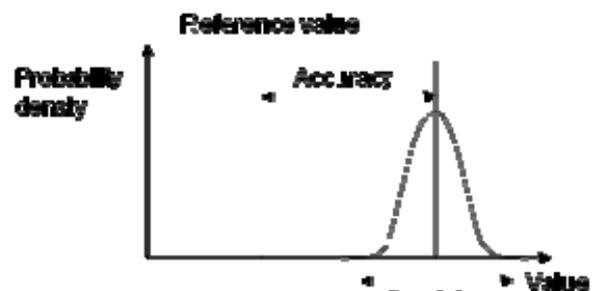


Figure 1. Accuracy and precision

2 METHODOLOGY

We choose to analyze 4 certified tests materials with given characteristics as indicated in table 1. CIRAD provided these samples to the partners in September during annual meeting in Montpellier (**Table 1**), with the associated SOPs (**Table 2**) and a result table sheet to fill in with the results.

Test material	Provider	Quantity (g) (for each partner)	Moisture	Ash	Nitrogen	Total Fibre	Total fat	Starch	Fat acidity	Particle size
Porridge oats	FAPAS	37,5	X	X	X	X	X			
Breadcrumbs	FAPAS	37,5	X	X	X	X		X		
Semolina 1	BIPEA	100	X	X	X				X	X
Semolina 2	BIPEA	100	X	X	X				X	X

Tableau 1: List of test materials and characteristics to analyze

Character	SOP		CIRAD	UAC/FSA	FRI	NRC	FAAU
Moisture	Chem-Cere-007	Chem-Cere-02	X	X	X	X	
Ash	Chem-Cere-17			X	X	X	
Nitrogen	Chem-Cere-22		X	X	X	X	
Total Fibre	Chem-Cere-028			X	X	X	
Total fat	Chem-Cere-23	Chem-Cere-13	X	X	X	X	
Starch	Chem-Cere-10	Chem-Cere-11	X	X	X	X	X
Fat acidity	Chem-Cere-16		X	X	X	X	X
Particle size	Phys-Cere-004		X	X	X	X	X

Table 2. List of SOPs to be used and of analyses to be performed by each partner

Results of Calibration Test

Date: 20/01/2012

Version : 1

3 ANALYSIS AND INTERPRETATION OF RESULTS

Results are presented in table 3, with assigned value and satisfactory range given by the provider of the test material.

Analyte Units	Moisture ^{30°C} g/100g	Ash g/100g	Nitrogen g/100g	Total Fibre g/100g	Total fat g/100g	
Assigned value	10,95	1,59	1,77	9,35	7,39	
Satisfactory range	10,34 - 11,57	1,47 - 1,71	1,64 - 1,90		6,5 - 8,27	
CIRAD	10,89		1,78		6,27	
UAC/FSA	9,38	1,54	1,87		6,34	
NRC	10,08	1,23	1,59	1,80		
FAAU						
FRI	9,5	1,60	1,99	4,22	7,0	
Analyte Units	Moisture at 105°C g/100g	Moisture at 130°C g/100g	Ash g/100g	Nitrogen g/100g	Total Fibre g/100g	Starch g/100g
Assigned value	4,86	5,33	2,8	2,24	5,92	60,1
Satisfactory range	4,55 - 5,16	5,00 - 5,67	2,61 - 3,00	2,08 - 2,4		54,1 - 66,1
CIRAD		5,83		2,23		50,6
UAC/FSA	4,91		2,72	2,41		
NRC	5,71		2,50	1,67	0,77	
FAAU						
FRI	5,0		2,85	2,38	0,75	52,4
Analyte Units	Moisture g/100g	Ash % db	Proteins N x 5,7, % db	Fat acidity mg/100g	Particle size %	
Assigned value	10,39	0,8	13,13	15,5	96,5	
Satisfactory range	10,19 - 10,59	0,76 - 0,84	12,76 - 13,50			
CIRAD	10,34		12,86	29,4	96,3	
UAC/FSA	9,41	0,85	13,69			
NRC	9,66	0,61	10,21		96,4	
FAAU						
FRI	9,8	0,82	13,76	30,0		
Analyte Units	Moisture g/100g	Ash % db	Proteins N x 5,7, % db	Fat acidity mg/100g	Particle size %	
Assigned value	10,22	0,96	13,39	29,7	98,3	
Satisfactory range		0,92 - 1,00	13,02 - 13,76			
CIRAD	9,98		13,25	44,2	98,7	
UAC/FSA	9,51	0,91	13,20			
NRC	9,27	0,71	11,16		98,4	
FAAU						
FRI	9,1	1,01	13,96	45,0		

Table 3. Results of analyses concerning porridge oats, breadcrumbs and semolina 1 and 2

Results of Calibration Test

Date: 20/01/2012

Version : 1

Not all the results are available at this date. This is mainly due to the fact that partners have been mobilized by surveys and are presently engaged in carrying out sensory and value chain analysis of traditional products.

Results outside acceptability range are highlighted in red. Gathering all the data, we calculated the mean distance between assigned value and measured value for each partner (Table 4).

Analyte	Moisture	Ash	Proteins	Total Fibre	Total fat	Starch	Fat acidity	Particle size
CIRAD	0,0		-0,1		-1,1	-9,5	14,2	0,1
UAC/FSA	-0,8	0,0	0,2	-5,9	-1,0			
NRC	-0,4	-0,3	-1,5					0,0
FAAU								
FRI	-0,8	0,0	0,4	-3,4	-0,2	-3,9	14,9	

Table 4. Mean distance with assigned values

In general, the distance is relatively low: when significant differences exist (in red), measured values are lower than assigned ones. This is particularly the case for “total fat” and “starch”. For the latter, SOP will be modified by using Thermostable amylase for the solubilisation step, in place of alkali.

For total fibre, the procedure used for certifying test material was very different (enzymatic digestion) to that described in the SOP (alkali and acid digestion). Results cannot be compared.

For fat acidity, the test materials were analyzed 8 months after the ring test for certifying. It has hence increased even if the test materials were stored at cold. It is thus natural that higher values were measured. Both laboratories performing the analysis gave very similar results (Table 5). Mean values by partners were indeed very close for all characteristics.

Analyte	Moisture	Ash	Proteins	Total Fibre	Total fat	Starch	Fat acidity	Particle size
CIRAD	9,3		7,5		6,3	50,6	36,8	97,5
UAC/FSA	8,3	1,5	7,8		6,3			
NRC	8,7	1,3	6,2	1,3				97,4
FAAU								
FRI	8,4	1,6	8,0	2,5	7,0	52,4	37,5	

Table 5. Mean values by partners

Results of Calibration Test

Date: 20/01/2012

Version : 1

4 CONCLUSION

Calibration test gave in general satisfactory results. SOPs are thus validated, except for starch determination that will be adapted. For total fat, where the highest gap was observed for two partners, care must be taken by these partners to increase fat extraction level.

In addition, it is also proposed to perform another calibration test based on specific analyses for fermented products including pH, acidity level, free sugars and organic acids evaluation. As these parameters are not available in commercial test materials, Southern partners will provide one dried sample representative of their traditional products (AKpan, Gowé, Kenkey and Kishk' Saeedi).

Results of calibration test for Group 2 (in progress)

Date of creation: 31/05/2011

Revision: 3

Written by : Thierry GOLLI, Michel RIVIER (CIRAD)

For information on this SOP please contact :

- Thierry GOLLI, Michel RIVIER (CIRAD)

This document has been approved by :

Partner	Name of the person who approved	Date
CIRAD	Thierry GOLLI, Michel RIVIER	06/10/2011
UAC		
CSIR		
ADIV	Valérie SCISLOWSKI	06/10/2011
UT		
UCAD		
INRA		

Tests de calibration

État d'avancement WP3-Groupe 2

Date of creation: 22/1/2012

Date of revision: 3

CALIBRATION TEST FOR GROUP 2

PRÉAMBULE

A l'issue de la 1ère année du projet AFTER, dans le cadre des activités du WP3 "Process reengineering of meat and fish products", les tests de calibration sont en cours.

Après recensement des analyses nécessaires à la caractérisation des produits viande et poisons et suite à la rédaction des SOP (D.1.2.3.2, 1.2.3.9 et 1.2.3.12), le groupe de travail du WP3 a élaboré une stratégie de réalisation des tests interlaboratoires devant permettre de valider la conformité des résultats d'analyses acquis par plusieurs partenaires du projet et notamment pour des méthodes délicates à mettre en œuvre.

Le paragraphe 2 ci-dessous décrit la stratégie mise en œuvre (ce document n'a pas été diffusé aux partenaires du projet impliqués dans le test interlaboratoire car certains résultats à trouver sont indiqués).

Les tests interlaboratoires sont en cours : dans ce cadre, les matrices de références préparées par le CIRAD Montpellier sont envoyées aux acteurs du WP3 mi-octobre 2011. Les parties impliquées reçoivent une lettre d'accompagnement (cf modèle de lettre en annexe) décrivant la mise en œuvre de ces tests au sein de chaque structure. Le délai de réalisation des analyses et envoi des résultats est de un mois (mi-novembre 2011) pour une synthèse des résultats et finalisation du livrable D1.2.3.14 pour fin novembre 2011.

STRATEGIE DE MISE EN ŒUVRE DES TESTS INTERLABORATOIRES DE COMPARAISONS DES PROTOCOLES ANALYTIQUES

1.1 Objectif

Vérifier la justesse des résultats obtenus par les différents laboratoires sur plusieurs critères analytiques des produits carnés du projet AFTER.

Pour ce faire :

Tests de calibration

État d'avancement WP3-Groupe 2

Date of creation: 22/1/2012

Date of revision: 3

- Acquérir ou élaborer des matrices de référence
- Expédier ces matrices dans les différents laboratoires partenaires d'AFTER concernés.
- Réaliser les analyses en suivant les SOP rédigées dans le cadre du programme AFTER
- Centraliser et analyser les résultats.
- Appliquer des actions correctives si les résultats sont trop éloignés de la valeur cible.
- Rédiger le livrable (D1.2.3.14) correspondant à ces comparaisons interlaboratoires.

1.2 Principe

Les critères analytiques suivants ont été retenus : matière sèche, teneur en NaCl, teneur en phénols totaux, teneur en acides organiques et teneur en HAP¹. Les laboratoires concernés sont : le CIRAD Réunion, le CIRAD Montpellier, l'UAC (Bénin), l'UCAD (Dakar), l'UT (Madagascar) et l'ADIV (Clermont-Ferrand). On peut a priori dresser le tableau de faisabilité suivant :

Analyses	CIRAD Réunion	CIRAD Montpellier	UAC	UCAD	UT	ADIV
Matière Sèche	X	X	X	X	X	X
Teneur en sel	X	X	X			X
Phénols	X	X		X		
HAP	X	X				
Acides organiques totaux	X	X	X	X	X	

¹ Conformément à la nouvelle Directive UE : chrysène, B(a)P, B(a)A, B(a)F.

Tests de calibration

État d'avancement WP3-Groupe 2

Date of creation: 22/1/2012

Date of revision: 3

1.3 Acquisition ou élaboration des matrices

- a) Pour le cas des analyses de teneur en eau et teneur en NaCl, une matrice commerciale de référence FAPAS / fiche technique T0161 (stockage T° ambiante) sera utilisée. Pour cette matrice, un intervalle de confiance (à 95%) est communiqué par le FAPAS.

⇒ 70,7 g/100g < Teneur en eau < 73,3 g/100g

⇒ 2,03 g/100g < Teneur en sel < 2,40 g/100g

- b) Pour le cas des analyses de teneur en HAP, une matrice commerciale de référence FAPAS / fiche technique T0642 (stockage T° ambiante) sera utilisée. Pour cette matrice, l'intervalle de confiance des 3 molécules de HAP suivantes est communiqué par le FAPAS :

⇒ 3,56 mg/kg < Benzo(a)anthracène < 9,14 mg/kg

⇒ 0,73 mg/kg < Benzo(b)fluoranthène < 1,89 mg/kg

⇒ 1,91 mg/kg < Benzo(a)pyrène < 4,90 mg/kg

Le chrysène (IC non fourni par le FAPAS) sera dosé par le CIRAD Montpellier sur la matrice de référence.

- c) Pour le dosage des phénols totaux et des acides organiques, les matrices de référence n'existant pas sur le marché, elles seront préparées au CIRAD Montpellier selon le protocole suivant où des quantités connues de phénol (T_{phénols}) ou d'acides organiques (mélange d'acides L-lactique, acétique, succinique et formique dont la teneur en chaque molécule est connue) seront ajoutées à une matrice de filet de poisson qui sera séchée.

Tests de calibration

État d'avancement WP3-Groupe 2

Date of creation: 22/1/2012

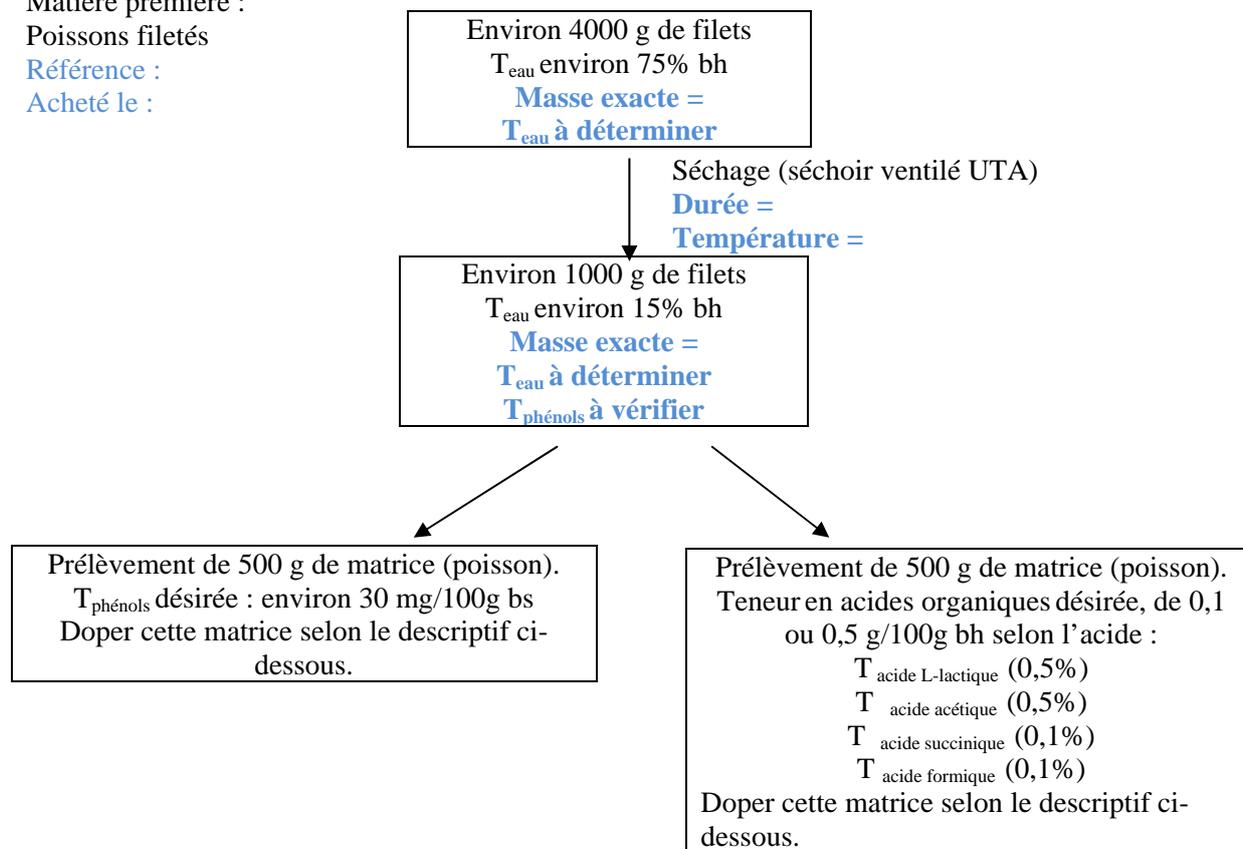
Date of revision: 3

Matière première :

Poissons filetés

Référence :

Acheté le :



Descriptif pour 100 g de matrice dopée au phénol :

Préparer une solution aqueuse de phénol à 25,5g/L.

Ajouter 1mL de cette solution à 99 g d'échantillon à 15% de teneur en eau bh.

On obtient 100g de matrice dopée à environ 30 mg de phénol /100 g bs.

Déterminer, par analyse, la teneur précise en phénol de cette matrice dopée.

Faire également doser cette matrice par Experagro.

Description pour 100 g :

On prépare un mélange d'acides purs :

- Acide L-lactique (solide) : 0,5g
- Acide acétique : 0,5g
- Acide succinique (solide) : 0,1g
- Acide formique (solide) : 0,1g

Homogénéisation du mélange.

Ajout de ce mélange à 99g de matrice.

Déterminer, par analyse, la teneur précise en acides de cette matrice dopée.

Faire également doser cette matrice par Experagro.

Tests de calibration

État d'avancement WP3-Groupe 2

Date of creation: 22/1/2012

Date of revision: 3

Homogénéisation des matrices et gestion des matrices dopées :

Homogénéisation au mortier et/ou au broyeur à billes.



Divisions en échantillons unitaires



Conservation des lots à température ambiante, transport et analyse et stockage d'échantillons de secours.

1.4 Vérification des matrices produites

Pour chaque matrice élaborée au CIRAD Montpellier, pour les critères phénols et acides organiques, on réalisera dans ce même laboratoire 10 analyses sur des prises d'essais distinctes, à partir desquelles on calculera un intervalle de confiance à 95% de la moyenne « vraie » de la valeur du critère. On vérifiera que la valeur « théorique » (utilisée dans la formulation de la matrice) se situera bien dans l'intervalle de confiance obtenu. La valeur de chaque laboratoire devra s'inscrire dans cet intervalle.

1.5 Expédition des matrices, analyses et envoi des rapports d'analyses

Toutes les matrices ont été sélectionnées ou conçues de telle sorte que l'on puisse les stocker à température ambiante. Les matrices « commerciales » seront regroupées à Montpellier puis expédiées aux laboratoires concernés. Les matrices préparées à Montpellier seront conditionnées sous une forme qui permettra une bonne conservation à température ambiante pour au moins 4 semaines (sous-vide, emballage barrière), puis également expédiées.

Dès la réception des matrices, un message de bonne réception devra être envoyé par chaque laboratoire au CIRAD Montpellier (julien.ricci@cirad.fr).

Les échantillons devront être préparés et analysés par les différents laboratoires selon les SOP validés dans AFTER :

Tests de calibration

État d'avancement WP3-Groupe 2

Date of creation: 22/1/2012

Date of revision: 3

Analyses	N° de SOP
Matière Sèche	D1.2.3.9-Chem-MeatFish-002-fr
Teneur en sel	D1.2.3.9-Chem-MeatFish-005-fr
Phénols	D1.2.3.9-Chem-MeatFish-001-fr
HAP	D1.2.3.12-Anti-Nutri-MeatFish-001-fr
Acides organiques totaux	D1.2.3.9-Chem-MeatFish-009-fr

Le laboratoire aura un mois maximum après réception des échantillons pour envoyer ses résultats d'analyse par courrier électronique au CIRAD Montpellier (julien.ricci@cirad.fr).

1.6 Analyse des résultats

Chaque laboratoire devra envoyer au CIRAD Montpellier la moyenne des déterminations obtenues selon les SOP adhoc.

Il est demandé à chaque laboratoire de conserver les résultats obtenus de chaque répétition afin d'évaluer le cas échéant répétabilité et justesse.

1.7 Actions correctives si nécessaires

Dans le cas où un laboratoire obtiendrait des résultats d'analyse trop éloignés de la valeur cible, le CIRAD Montpellier procéderait à des actions correctives, soit :

- Un possible deuxième envoi de la matrice à analyser pour vérifier qu'il n'y a pas eu de dégradation ou de pollution de la matrice.
- Un audit des points à améliorer avec un focus sur les points critiques des différentes méthodes.
- Une formation sur site ou au CIRAD Montpellier pourrait également être proposée.

1.8 Rédaction du livrable

Une fois que tous les résultats auront été validés et considérés comme justes, un livrable (D1.2.3.14) sera rédigé sur la mise en œuvre et les résultats de ces comparaisons interlaboratoires.

Tests de calibration

État d'avancement WP3-Groupe 2

Date of creation: 22/1/2012

Date of revision: 3

ANNEXE : COURIER ACCOMPAGNANT LES MATRICES ENVOYÉES AUX LABORATOIRES PARTENAIRES DU PROJET.



Montpellier, le 2011

Chers collègues,

Dans le cadre du projet After, nous avons prévu de caractériser les produits traditionnels par des analyses physico-chimiques. Pour cela, chacune des équipes partenaires doit être à même de réaliser des analyses (selon des protocoles analytiques standards –SOP- élaborés pour le projet After) dont les résultats sont justes.

Au cours de nos échanges, nous sommes convenus des différentes analyses à effectuer par chacun d'entre nous, afin de réaliser des comparaisons interlaboratoires des protocoles analytiques et, le cas échéant, d'apporter des actions correctives. Les références des protocoles (n° des SOP) sont rappelées en page 2 de ce document.

Il est prévu que votre équipe effectue les analyses suivantes :

Type d'analyses		Référence de l'échantillon
Matière sèche	
Teneur en sel	
Teneur en Phénol	
Teneur en HaP	
Teneur en acides organiques totaux	

Vous trouverez joints à cet envoi, les matrices qui feront l'objet d'analyses.

Tests de calibration

État d'avancement WP3-Groupe 2

Date of creation: 22/1/2012

Date of revision: 3

Pour accuser bonne réception de cet envoi, nous vous remercions de bien vouloir envoyer un message électronique à : julien.ricci@cirad.fr

Nous vous prions de bien vouloir envoyer les résultats d'analyses par courrier électronique, dans un délai d'un mois maximum après réception des échantillons à julien.ricci@cirad.fr ; les résultats seront présentés dans le tableau situé en page 2 de ce document, en respectant les consignes décrites.

En vous remerciant,

L'équipe en charge de l'action
« test interlaboratoires »

Tests de calibration

État d'avancement WP3-Groupe 2

Date of creation: 22/1/2012

Date of revision: 3

Liste des protocoles standards d'analyses

Analyses	N° de SOP
Matière Sèche	D1.2.3.9-Chem-MeatFish-002-fr
Teneur en sel	D1.2.3.9-Chem-MeatFish-005-fr
Teneur en Phénol	D1.2.3.9-Chem-MeatFish-001-fr
Teneur en HaP	D1.2.3.12-Anti-Nutri-MeatFish-001-fr
Teneur en acides organiques totaux	D1.2.3.9-Chem-MeatFish-009-fr

Tableau de présentation des résultats d'analyses

Analyses effectuées	Nb de répétitions	Moyenne obtenue	Coefficient de variation	Remarques et informations complémentaires
Matière sèche				
Teneur en sel				
Teneur en Phénol				
Teneur en HaP				
Teneur en acides organiques totaux				

Consignes spécifiques :

- chaque analyse de matrice devra faire l'objet de **trois déterminations au minimum**.
- il est demandé de noter dans le tableau, **la moyenne des déterminations obtenues** selon les SOPs adhoc.
- il vous est demandé de conserver les résultats obtenus pour chaque répétition afin d'évaluer, le cas échéant, répétabilité et justesse, et d'identifier une anomalie éventuelle dans votre dispositif d'analyse.
- vous devez noter toute observation particulière ou tout modificatif que vous auriez éventuellement apporté au protocole décrit dans les SOP utilisés.

Results of Calibration Test for Group 3

Table des matières

1	Introduction.....	2
2	Méthodologie	2
2.1	Liste des analyses à réaliser et expédition des matrices de référence par le CIRAD	2
3	Analyse et interprétation des résultats.....	5
4	Conclusion.....	7

Titre Rapport Test de calibration	
Date: 09/01/2012	Version : 1

1 INTRODUCTION

Le groupe 3 a élaboré une méthodologie pour la réalisation des tests inter-laboratoires pour valider la conformité des résultats d'analyse obtenus par les partenaires. L'objectif de ces tests était de vérifier la fidélité des résultats obtenus par les laboratoires partenaires sur plusieurs critères analytiques des produits du groupe 3.

Dans la réalisation de ces tests, quatre laboratoires étaient concernés : le CIRAD (Montpellier), l'UCAD (Sénégal), ENSAI (Cameroun) et le CVG (Amiens).

Les échantillons de référence ont été envoyés à chacun mi-octobre 2011 ainsi qu'une lettre d'accompagnement décrivant la mise en œuvre de ces tests. Le délai de réalisation des analyses et envoi des résultats était fixé à un mois (mi-novembre 2011) ; la synthèse des données et la finalisation du rapport (délivrable D1.2.3.14) étaient prévues pour fin novembre 2011.

2 METHODOLOGIE

2.1 Liste des analyses à réaliser et expédition des matrices de référence par le CIRAD

Après discussion entre les quatre laboratoires nous avons retenu sept composés physico-chimiques et biochimiques à analyser (**Tableau 1**).

Titre	
Rapport Test de calibration	
Date: 09/01/2012	Version : 1

Tableau 1: Validation des composés du test de calibration interlaboratoire:

	CIRAD	CVG	ENSAI	UCAD
pH	X	X	X	X
Titreable acidity	X	X	X	X
Vitamin C	X	X	X	X
Starch	X	X	X	X
Total sugars	X	X	X	X
Total Phenolic compounds	X	X	X	X
Total anthocyanins	X	X	X	X

Les produits de référence sont achetés par le CIRAD en France et expédiés aux autres laboratoires. Trois produits de référence de structures proches de la matrice des produits AFTER ont été choisis pour cette calibration à savoir :

- Le jus de myrtille pour sa couleur rouge qui rappelle celle du bissap,
- le nectar de banane proche du nectar de baobab de par sa couleur
- la farine de tamarin proche de la farine de la pulpe de baobab et du jaabi.

Nous n'avons choisi que les échantillons de référence appartenant à la même série de fabrication et portant une même date de péremption. Cependant lors de nos achats, la farine de tamarin et le nectar de banane n'étaient pas disponibles, et nous avons pris à la place le nectar d'abricot et la farine de souchet (*Cyperus esculentus*), pour sa teneur élevée en amidon.

Ainsi donc nous avons choisi :

- 6 bouteilles de jus de Myrtilles (250 ml chaque bouteille)
- 6 bouteilles de nectar d'abricots (1000 ml chaque bouteille)
- 6 paquets de farine de souchet (400g chaque paquet)

Les compositions sont indiquées sur les emballages. Mais certains composés ne sont pas spécifiés et nous avons donc seulement comparé les valeurs obtenues entre les quatre laboratoires en réalisant ainsi un test de fidélité. Nous n'avons pu en effet évaluer l'exactitude des résultats puisque les valeurs vraies ne sont pas connues, à l'exception de la teneur en amidon du souchet (31% affichés sur l'emballage).

A chacun des laboratoires UCAD, ENSAI et CVG, le CIRAD a envoyé un échantillon des trois produits de référence (ie 1 bouteille de jus de myrtille, 1 bouteille de nectar d'abricot et 1 paquet de farine de souchet).

Titre	
Rapport Test de calibration	
Date: 09/01/2012	Version : 1

Les analyses des différents composés à réaliser ainsi que les SOPs appropriés sont présentés dans le **Tableau 2** ci-dessous.

Tableau 2: Liste des analyses pour la calibration inter-laboratoire

composés	Jus de myrtilles	Nectar d'abricot	Farine de souchet	SOP à utiliser
Sucres totaux	x	x		SOP : Chem-ExtPlantes-12-fr
pH	x	x		SOP : Chem-ExtPlantes-01-fr
Acidité titrable	x	x		SOP : Chem-ExtPlantes-02-fr
Vit C	x			SOP : Nutri-ExtPlantes-02-fr
Amidon			x	SOP : Chem-ExtPlantes-07-fr
Phénols totaux	x			SOP : Nutri-ExtPlantes-05-fr
Anthocyanes totales	x			SOP : Nutri-ExtPlantes-06-fr

Ci-dessous le **Tableau 3** représente le planning des activités dans le cadre de ce test de calibration :

Tableau 3: Planning des activités pour les tests de calibration interlaboratoire

Steps	Date
Selecting reference materials	10 to 15 october
Purchase of reference materials	15 to 30 october
Send references materials to partners	01 to 15 november
Calibration test at each partner	15 to 30 november
Comparing the results of calibration tests	01 to 03 december
Calibration test at each partner if necessary	05 to 10 december
Report of calibration test	10 to 20 december

Remarque : nous avons accusé **une semaine** de retard dans la réception des échantillons ce qui a retardé les analyses et par conséquent la rédaction du rapport. La rédaction du rapport a donc eu lieu en janvier 2012.

De plus tous les laboratoires n'étaient pas en possession des réactifs pour toutes les analyses. Donc certaines analyses ont été faites suivant une autre méthode de dosage.

Titre	
Rapport Test de calibration	
Date: 09/01/2012	Version : 1

3 ANALYSE ET INTERPRETATION DES RESULTATS

Chaque laboratoire a rapporté les résultats (cf. **Tableau 4**) selon ses propres habitudes : ie un seul résultat représente la moyenne d'une série de réplicats (en général 3 répétitions). Dans ce tableau les valeurs du pH (UCAD) et des phénols totaux (ENSAI) sont trop élevées et ne sont pas prises en compte dans les analyses statistiques.

Pour le dosage de la vitamine C le SOP recommandé est un dosage par HPLC. Seuls les laboratoires du CIRAD et du CVG l'ont utilisé mais les deux laboratoires ne trouvent pas des valeurs proches. En particulier le laboratoire CIRAD, qui doit reprendre ce dosage car il détecte moins de 1mg/L de jus de myrtilles. Le laboratoire ENSAI a utilisé une méthode volumétrique au Dichlorophénol Indophénol (DCPIP) qui surestime les valeurs. Les valeurs de la vitamine C sont donc inexploitable.

Pour le dosage due sucres totaux le SOP recommandé est un dosage au spectrophotomètre utilisé par les laboratoires CVG, et l'ENSAI tandis que l'UCAD a utilisé le SOP (méthode de Luff-Schoorl après hydrolyse par HCl). Les résultats obtenus pour les deux types de méthodes sont assez proches excepté les résultats de l'ENSAI un peu élevés.

En ce qui concerne le dosage de l'amidon, le SOP recommandé est actuellement en cours de modification avec une phase de chauffage afin d'améliorer la solubilisation. Nous n'allons pas utiliser les méthodes polarimétriques pour doser l'amidon, car ce sont des méthodes peu sélectives qui risquent de prendre en compte certains autres composés.

Globalement pour l'ensemble des analyses, l'ENSAI trouve des valeurs plus élevées que les autres laboratoires.

Les analyses statistiques réalisées sur les valeurs fournies par chaque laboratoire ont donc été très simples : la moyenne, l'écart-type et le coefficient de variation. Ces valeurs présentées dans le **Tableau 5** sont calculées après élimination des valeurs aberrantes.

Nous avons réparti les résultats en fonctions du coefficient de variation (CV) :

- CV 0-10% Très Bon
- CV 10-15% Bon
- CV > 20% mauvais résultat

Tableau 4: Résultats d'analyse de calibration par matrice et par laboratoire

	CIRAD	CVG	ENSAI	UCAD	CIRAD	CVG	ENSAI	UCAD	CIRAD	CVG	ENSAI	UCAD
pH	2.98	2.97	2.98	2.87	3.72	3.76	3.7	3.19				
acidité titrable (g éq. acide malique·100g ⁻¹)	1.07	1.15	1.02	1.02	-	0.5	0.49	0.44				
phénols totaux mg. éq acide gallique/ L)	4730	4160	235	4720								
anthocyanes totaux (mg·éq cyanidine-3-glu/L)	850	984	970	874								
vita C (HPLC) (mg/L de jus)	<1	4.1	7.9*	4.5								
sucres totaux (% base humide)	-	6.1	9.1	5,2	-	9.3	11.2	9,6				
Amidon (% base sèche)									8.5	5.3	27.7 *	32.7 *
										25.6*		



Analyse non prévue dans l'échantillon



Valeurs aberrantes

-

Analyse non réalisée par manque de disponibilité

*

Valeur obtenues par un autre SOP de dosage

Tableau 5: Moyenne des résultats d'analyse pour les quatre laboratoires

Matrice	Paramètres	Moyenne	Ecart-type	Coefficient de Variation (CV) (%)	Commentaires
Jus de Myrtille	pH	2.95	0.05	1.8	Très Bon
	acidité titrable (g éq. acide malique · 100g ⁻¹)	1.07	0.06	6	Très Bon
	phénols totaux mg · éq acide gallique / L)	4537	326	7	Très Bon
	anthocyanes totaux (mg · éq " " \ vit C (HPLC) (mg/L de jus)	920	67	7	Très Bon
	vit C (HPLC) (mg/L de jus)	4.38	2.82	65	Mauvais Deux valeurs aberrantes
	sucres totaux (% base humide)	7.60	2.12	28	Mauvais Autres SOP
Nectar d'abricot	pH	3.59	0.27	8	Très Bon
	acidité titrable (g éq. acide malique · 100g ⁻¹)	0.48	0.03	7	Très Bon
	sucres totaux (% base humide)	10.25	1.34	13	Bon
Farine de souchet (Cyperus esculentus)	Amidon (% base sèche)	28.67	3.65	13	Bon Autres SOP

4 CONCLUSION

Les laboratoires participant aux travaux sur le Group 3 ont participé à ce test de calibration. Les résultats obtenus par les différents laboratoires ne sont pas toujours très proches. Nous avons traité les résultats obtenus et éliminé les valeurs aberrantes.