

La Normalisation dans le domaine des graines oléagineuses

Daniel RIBAILLIER

CETIOM, Laboratoire d'analyses 45160-Ardon (France)

La normalisation : un besoin croissant

De tous temps, le commerce a eu un besoin important de méthodes d'analyses permettant de déterminer la qualité des produits vendus. L'internationalisation de plus en plus grande des échanges au niveau de la planète a accru ces besoins. Il est en effet nécessaire qu'un produit européen exporté à l'autre bout du monde soit analysé d'une manière identique par acheteur et vendeur, afin d'éviter des litiges conduisant à des retards au niveau des règlements.

Les procédures de mise sous assurance qualité soit par le biais de la certification d'entreprise (normes ISO 9000) ou par celle de l'accréditation des laboratoires impose également l'utilisation de méthodes normalisées.

A tous les niveaux, des instances de normalisation sont en place tant au plan :

- national (DIN en Allemagne, AFNOR en France, BSI au Royaume-Uni, NNI aux Pays-Bas, ANSI aux Etats Unis, etc...)
- qu'international (Codex Alimentarius, International Organization for Standardization (ISO), International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC))
- et européen : le CEN (Comité Européen de Normalisation), créé en 1961, regroupe les pays membres de l'Union Européenne de Libre Echange (AELE) par le biais des instituts de normalisation nationaux.

Certaines branches d'activité ont également développé une activité de normalisation comme l'American Oil Chemist's Society (AOCS).

En raison du nombre d'organismes, il y a un risque de voir les normes se multiplier, compliquant les travaux des utilisateurs, surtout si pour un même usage, elles sont différentes. Ceci pourrait remettre en cause leur vocation première qui est de proposer un outil collectif, harmonisé et reconnu par tous.

Qu'en est-il dans le domaine des graines oléagineuses en général et du colza en particulier ?

La normalisation dans le domaine des graines oléagineuses

A tous les niveaux, cette normalisation est bien structurée.

Au plan international, l'ISO est l'organisation qui regroupe les différents comités nationaux de normalisation. C'est au Comité Technique 34 (Produits agro-alimentaires) que se rattache le Sous-Comité 2 (Président : D. Ribaillier), qui a en charge la normalisation des méthodes d'analyses des graines oléagineuses et des tourteaux. Le Secrétariat du SC2 est tenu par l'AFNOR (V. Robert).

Les comités nationaux de normalisation des principaux pays producteurs de colza sont membres de l'ISO/TC34/SC2 et participent aux réunions de travail qui se tiennent tous les 18 mois ou 2 ans dans l'un des pays membres (1993 : Gembloux, Belgique - 1991 : Winnipeg, Canada - 1989 : Angers, France).

Ces réunions permettent :

- de définir le programme de travail,
- de mettre sur pied l'organisation des circuits d'intercomparaison pour définir la fiabilité des normes,
- de préparer les normes qui seront soumises au vote des différents Comités membres

Quinze pays sont membres participants (P) de ce sous-comité et 23 pays sont observateurs (O). Seuls les membres participants ont le droit de vote.

Les Comités les plus actifs au sein du SC2 de l'ISO représentent les pays qui commercialisent le plus de graines (Allemagne, Canada, France, Hongrie, Pologne, Royaume-Uni). Par contre, des pays, gros producteurs, qui autoconsomment leur production (Chine, Inde) ne sont pas représentés.

En 1992, la France a demandé au CEN la création d'un Comité Technique chargé de la normalisation des méthodes d'analyses concernant les graines oléagineuses et les corps gras, cette demande a été acceptée par les autres pays européens. La France détient le Secrétariat de ce nouveau Comité (TC 307 - Secrétaire : V. Robert - Président : D. Ribaillier). Les premières normes européennes dans le domaine vont être prêtes début 1995. Depuis 1991, l'accord dit « Accord de Vienne » instaure une véritable coopération technique entre le CEN et l'ISO. Il permet d'approuver de manière parallèle au CEN et à l'ISO une norme rédigée par l'une des 2 instances. Dans le domaine des oléagineux - corps gras, le CEN/TC 307 a décidé de reprendre les normes ISO en normes CEN sans

modification afin de renforcer la reconnaissance de ces normes. De ce fait, pour un certain nombre de pays, les normes nationales et internationales (CEN et ISO) sont identiques, ce qui facilite le travail des laboratoires et l'utilisation des normes. Il faut savoir que dès qu'une norme CEN sur un sujet a été publiée, elle doit obligatoirement être reprise dans chaque collection nationale des pays membres et toute norme nationale contradictoire doit être annulée.

Les normes pour l'analyse des graines de colza

Les méthodes générales d'analyse des graines oléagineuses s'appliquent aux graines de colza. Les déterminations importantes font l'objet de normes ISO :

- **sur graines**
 - échantillonnage : ISO 542
 - détermination des impuretés : ISO 658
 - détermination de la teneur en huile par extraction à l'hexane : ISO 659
 - détermination de la teneur en eau et matières volatiles : ISO 665
 - détermination de la teneur en huile par RMN : ISO 5511
 - détermination de l'acidité de l'huile : ISO 729
 - dosage des glucosinolates par CLHP : ISO 9167-1
- **sur tourteaux**
 - échantillonnage : ISO 5500
 - détermination de l'extrait à l'hexane : ISO 734
 - dosage de l'azote en vue du calcul de la teneur en protéines brutes : ISO DIS 5983
 - détermination de la cellulose brute : ISO DP 5498
 - dosage de l'hexane résiduaire total : ISO 8892
 - dosage des ITC et de la VTO dans les tourteaux : ISO 5504
- **sur huiles**
 - chromatographie des esters méthyliques d'acides gras : ISO 5508 et ISO DIS 5509

L'AOCs a produit également un certain nombre de normes sur les graines oléagineuses, certaines diffèrent des méthodes ISO, mais il y a actuellement une forte volonté d'harmonisation et un rapprochement entre les deux organismes.

Beaucoup pensent que les procédures de normalisation sont longues et que la norme est déjà obsolète lors de sa parution, ce jugement n'est pas toujours totalement inexact, mais il faut en connaître les raisons :

- pour qu'une norme soit publiable, elle doit comporter des données sur les paramètres de fidélité de la méthode (valeurs de répétabilité et reproductibilité), ce qui impose l'organisation de circuits d'intercomparaison internationaux, leur dépouillement, puis l'analyse des résultats en réunion plénière durant laquelle ceux-ci doivent être adoptés, le mot clef de la normalisation est en effet consensus.

- les méthodes normalisées doivent offrir toutes les garanties aux utilisateurs, leur texte doit être le plus explicite et le plus parfait possible dans les deux langues officielles de l'ISO (anglais, français) ou les 3 du CEN (allemand en plus),

- vu l'importance des normes et des résultats qui en découlent, au plan des échanges commerciaux, elles doivent être soumises à un vote des différents Etats membres, ce qui signifie un engagement de l'ensemble des acteurs économiques (professionnels, administrations...) envers la reconnaissance du document.

Si ces différentes procédures peuvent expliquer des délais quelquefois longs, ils garantissent généralement un texte de qualité. Il faut savoir aussi qu'en cas de besoin urgent, et si la volonté des utilisateurs est de disposer rapidement d'une méthode, il existe des procédures rapides débouchant sur la publication de projet de norme (DIS = Draft International Standard) en des temps plus courts. Même si le DIS n'a pas la même reconnaissance que la norme car il n'a pas encore été soumis au vote final, ce type de démarche peut être utilisé pour disposer rapidement d'une méthode pré-normalisée. Il en a été ainsi pour la méthode de dosage des glucosinolates des graines de colza, qui était urgente pour suivre la conversion des variétés à forte teneur en variétés à faible teneur.

Matériaux de référence

Pour vérifier la fiabilité de leurs résultats, étalonner des appareils de mesures (RMN, spectromètre infra-rouge, etc...) les laboratoires doivent disposer d'échantillons de référence ayant une valeur certifiée pour le paramètre étudié. Cette certification ne peut se faire qu'en utilisant des méthodes normalisées identiques et accessibles à tous, c'est là un nouvel usage des normes et peut-être pas le moindre. Ainsi, des échantillons de colza de référence sont actuellement vendus par le Bureau Communautaire de Référence (Bruxelles) avec des teneurs certifiées en glucosinolates permettant l'autocontrôle des appareils de chromatographie, ou d'analyses par les méthodes de spectrométrie par fluorescence X ou infra-rouge.