

GUIDE TECHNIQUE D'ACCREDITATION

ANALYSES DANS LE SECTEUR DU VIN, DES BOISSONS ALCOOLISEES ET LEURS ADDITIFS

LAB GTA 78

Révision 02



Section LABORATOIRES

SOMMAIRE

1	OBJET DU DOCUMENT	3
2	REFERENCES ET DEFINITIONS, SIGLES ET ABBREVIATIONS	3
2.1	REFERENCES.....	3
2.2	DEFINITIONS	3
2.3	SIGLES ET ABBREVIATIONS	3
3	DOMAINE D'APPLICATION	4
4	MODALITES D'APPLICATION	4
5	SYNTHESE DES MODIFICATIONS	5
6	EXPRESSION DE LA PORTEE D'ACCREDITATION.....	5
7	GUIDE DE LECTURE DES EXIGENCES D'ACCREDITATION ET RECOMMANDATIONS.....	9
7.1	GENERALITES	9
7.2	PRESCRIPTIONS LIEES AUX METHODES D'ANALYSES.....	9
7.2.1	<i>Méthodes reconnues</i>	9
7.2.2	<i>Autres Méthodes</i>	9
7.2.3	<i>Incertitudes</i>	10
7.3	AUTRES PRESCRIPTIONS TECHNIQUES	10
7.3.1	<i>Généralités</i>	10
7.3.2	<i>Personnel</i>	10
7.3.3	<i>Installation et conditions ambiantes</i>	11
7.3.4	<i>Méthodes</i>	11
7.3.4.1	Méthodes spectrophotométriques Proche Infra Rouge (PIR) et Infra Rouge à Transformée de Fourier (IRTF)	11
7.3.4.2	Méthodes isotopiques.....	11
7.3.4.3	Détermination de l'extrait sec des boissons spiritueuses selon le recueil des méthodes internationales d'analyse des boissons spiritueuses de l'OIV.....	12
7.3.4.4	Détermination de l'acidité volatile des boissons spiritueuses selon le recueil des méthodes internationales d'analyse des boissons spiritueuses de l'OIV	12
7.3.5	<i>Equipements – Traçabilité du mesurage</i>	12
7.3.6	<i>Qualité des résultats</i>	13
7.3.7	<i>Rapport d'analyse</i>	13
8	MODALITES D'EVALUATION	13

1 OBJET DU DOCUMENT

En ligne avec l'annexe B de la norme NF EN ISO/CEI 17025, le présent guide technique d'accréditation explicite certaines exigences générales, afin d'assurer qu'elles soient appliquées de manière cohérente, et présente un état des lieux des bonnes pratiques dans le secteur du vin, des boissons alcoolisées et leurs additifs.

Il contient des informations utiles aux laboratoires dans le cadre de leur démarche d'accréditation, notamment relative à l'expression de la portée d'accréditation et aux règles particulières d'évaluation des laboratoires par le Cofrac.

De plus, ce guide contient également au § 7 des recommandations reconnues par le Cofrac, au jour de l'approbation du document, comme étant les plus appropriées pour répondre aux exigences de la norme NF EN ISO/CEI 17025 et du document LAB REF 02. A défaut de suivre ces recommandations, les laboratoires doivent démontrer que les dispositions qu'ils prennent permettent de satisfaire pleinement aux exigences de la norme citée supra et d'obtenir au final la même qualité sur les résultats d'analyses.

2 REFERENCES ET DEFINITIONS, SIGLES ET ABBREVIATIONS

2.1 Références

Le présent document s'appuie et se réfère notamment aux documents suivants, dans leur version en vigueur (d'autres documents utiles sont cités au paragraphe bibliographie en fin de document) :

NF EN ISO/CEI 17025 : « Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais ».

O.I.V. : « Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts ».

O.I.V. : « Recueil des méthodes internationales d'analyse des boissons spiritueuses, des alcools et de la fraction aromatique des boissons ».

E.B.C. : « Analytica-EBC ».

Document COFRAC LAB REF 02 « Exigences pour l'accréditation des laboratoires selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 ».

Document COFRAC LAB REF 05 « Règlement d'accréditation ».

Document COFRAC LAB REF 08 « Expression et évaluation des portées d'accréditation ».

2.2 Définitions

Cf. **Annexe 1** au document COFRAC LAB REF 05 « Règlement d'accréditation ».

2.3 Sigles et abréviations

AFNOR, Association Française de Normalisation, www.afnor.org

COFRAC, Comité Français d'Accréditation, www.cofrac.fr

E.A, European co-operation for Accreditation, www.european-accreditation.org

Site des journaux officiels de l'Union Européenne, <http://eur-lex.europa.eu/fr/index.htm>

INAO, Institut National de l'Origine et de la qualité, www.inao.gouv.fr

ISO, Organisation Internationale de normalisation, www.iso.org

O.I.V, Organisation Internationale de la Vigne et du Vin, www.oiv.int

E.B.C, European Brewery Convention, <http://www.europeanbreweryconvention.org>

Service public de diffusion du droit, www.legifrance.gouv.fr

SI : système international

MRI / MRE / MRC : matériau de référence interne / externe / certifié

EIL : Essais Inter-Laboratoires

3 DOMAINE D'APPLICATION

Le présent document s'applique aux analyses de composition et d'authentification réalisées sur les produits suivants :

- Vins, moûts et autres produits de la vigne tels que définis dans le règlement CE n° 491/2009 (annexe III (Annexe XI ter)),
- Boissons spiritueuses telles que définies dans le règlement CE n° 110/2008,
- Vins aromatisés, boissons aromatisées à base de vin et cocktails aromatisés de produits vitivicoles tel que définis par le règlement CE n° 1601/1991,
- Bières telles que définies dans le décret n° 92-307 du 31 mars 1992,
- Cidres, Poirés tels que définis dans le décret n° 3-978 du 30 septembre 1953,
- Toute boisson contenant de l'éthanol à une teneur supérieure à 1.2 % vol. (tel que défini dans l'article L. 3321-1. du code de la santé publique),

Le présent document ne s'applique pas aux analyses microbiologiques, aux analyses relatives aux contaminants organiques et minéraux ainsi qu'aux essais de migration des matériaux et emballages au contact des aliments. Il convient, pour ces dernières, de se référer aux guides techniques d'accréditation existants et/ou aux domaines d'accréditation correspondants.

Ce document s'adresse aux :

- laboratoires d'essais ou d'analyses accrédités ou candidats à l'accréditation selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 pour les produits cités en objet,
- évaluateurs du COFRAC, pour lesquels il constitue une base d'harmonisation pour l'évaluation,
- membres des instances du COFRAC (Comité de Section Laboratoires, Commission d'Accréditation Biologie et Agro-Alimentaire),
- membres de la structure permanente du Cofrac,
- clients des laboratoires d'essais accrédités sur ce domaine,
- instances officielles concernées par ce domaine.

L'accréditation est délivrée pour une portée définie par le laboratoire correspondant à ses besoins et suivant les différentes options décrites dans le document LAB REF 08.

4 MODALITES D'APPLICATION

Ce document est applicable à compter du **15 Juillet 2017**.

5 SYNTHÈSE DES MODIFICATIONS

Ce document annule et remplace la révision 01 de ce guide technique d'accréditation.

Les modifications apportées sont indiquées par une marque de révision en marge gauche du document. Ces modifications concernent la reformulation de l'expression des portées d'accréditation, telles que définies dans le document LAB REF 08 révision 04. Elles touchent uniquement la forme des dénominations des portées d'accréditation et ne modifient pas le champ de compétence revendiqué.

6 EXPRESSION DE LA PORTEE D'ACCREDITATION

La portée d'accréditation est définie, conformément aux exigences décrites dans le document LAB REF 08, par le laboratoire à partir des quatre éléments suivants :

1. Objet (Groupe de matrices ou matrices),
2. Grandeur ou caractéristique mesurée (paramètre analytique recherché ou dosé),
3. Principe de mesure (extraction, purification, analyse),
4. Référence de la méthode (texte normatif, méthode interne).

Plusieurs exemples de portée d'accréditation pour des demandes de type Fixe, flexible FLEX1, FLEX2 et FLEX3 sont indiqués ci-après.

Exemple d'expression de portée pour une demande de type FIXE

Ce type de portée peut s'appliquer à un laboratoire ne souhaitant pas faire évoluer les versions de ses méthodes reconnues, ou les protocoles techniques de ses méthodes non reconnues, entre deux évaluations Cofrac.

Le laboratoire ne peut pas utiliser sous accréditation les révisions de ses méthodes reconnues ou les modifications techniques apportées à ses méthodes non reconnues. Il doit pour cela demander auparavant une évolution de sa portée, qui est examinée par le Cofrac dans le cadre d'une évaluation d'extension.

AGROALIMENTAIRE / BOISSONS (hors eaux de consommation) / Analyses physico-chimiques (Analyses dans le secteur du vin, des boissons alcoolisées et leurs additifs - LAB GTA 78/78, 115, HPAAB)			
Objet	Caractéristique mesurée ou recherchée	Principe de la méthode	Référence de la méthode
Vins, moûts	pH	Potentiométrie automatisée	Méthode interne référencée METREF0
Cidres, poirés, bières	Surpression	Aphrométrie	Méthode interne référencée METREF1
Boissons spiritueuses anisées	Anéthol	Chromatographie en Phase Gazeuse Décteur à Ionisation de Flamme	Méthode interne référencée METREF2
Vinaigre	Acide acétique	Méthode automatisée enzymatique	Méthode interne référencée METREF3
Vins (< 20 g.l ⁻¹ de sucres réducteurs)	Acidité totale de 42 à 123 meq.l ⁻¹	I.R.T.F	Méthode interne référencée METREF4

AGROALIMENTAIRE / BOISSONS (hors eaux de consommation) / Analyses physico-chimiques (Analyses dans le secteur du vin, des boissons alcoolisées et leurs additifs - LAB GTA 78/78, 115, HPAAB)			
Objet	Caractéristique mesurée ou recherchée	Principe de la méthode	Référence de la méthode
Vins (< 30 g.l ⁻¹ de sucres réducteurs)	Titre alcoométrique volumique de 10 à 13.5 % v/v	Spectrophotométrie réflectance PIR	Méthode interne référencée METREF5

Portée FIXE : Le laboratoire est reconnu compétent pour pratiquer les méthodes décrites en respectant strictement les méthodes mentionnées dans la portée d'accréditation. Les modifications techniques du mode opératoire ne sont pas autorisées.

L'indice de révision des méthodes internes ne figure plus dans les annexes techniques. Néanmoins, la version des méthodes utilisée doit être traçable au sein du laboratoire et un état des révisions depuis la dernière évaluation doit être transmis au Cofrac en préparation des évaluations sur site.

Exemple d'expression de portée pour une demande de type flexible FLEX1

Ce type de portée FLEX1 est particulièrement adapté pour un laboratoire souhaitant s'approprier les révisions successives d'une méthode reconnue et les pratiquer sous accréditation sans évaluation et décision préalables du Cofrac, tant que le contenu de la méthode reste en adéquation avec la description de la portée. Les révisions des méthodes reconnues figurant dans sa portée d'accréditation ne doivent pas induire de compétences nouvelles pour lesquelles le laboratoire n'a pas été initialement évalué. La définition d'une méthode reconnue étant précisée dans le document LAB REF 08.

Lors de l'évolution des méthodes reconnues citées en référence dans la portée d'accréditation, à la suite de nouvelles éditions ou révisions, le laboratoire mettra en application la nouvelle version selon les modalités qu'il aura définies dans son système de management de la qualité

Si la révision de la méthode reconnue implique une nouvelle compétence, le laboratoire doit se soumettre à une évaluation du Cofrac avant de pouvoir revendiquer l'application de la méthode révisée sous accréditation.

AGROALIMENTAIRE / BOISSONS (hors eaux de consommation) / Analyses physico-chimiques (Analyses dans le secteur du vin, des boissons alcoolisées et leurs additifs – LAB GTA 78/ 78, 98, 115)			
Objet	Caractéristique mesurée ou recherchée	Principe de la méthode	Référence de la méthode
Vins, moûts	Masse volumique à 20 °C Densité 20°C/20°C	Pycnométrie	Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts de l'O.I.V
Boissons spiritueuses	Mesure des rapports isotopiques D/H de l'éthanol	Distillation SNIF NMR	Recueil B.S. de l'O.I.V
Bières	Azote total	Méthode DUMAS	Analytica EBC 9-9-2

Portée flexible FLEX1 : Le laboratoire est reconnu compétent pour pratiquer les essais en suivant les méthodes référencées et leurs révisions ultérieures.

Exemple d'expression de portée pour une demande de type flexible FLEX2

Ce type de flexibilité est particulièrement adapté pour les laboratoires qui souhaitent avoir en plus la possibilité, entre deux visites d'évaluation du Cofrac, d'utiliser sous accréditation des méthodes reconnues reposant sur des compétences techniques qu'ils ont précédemment démontrées.

Par exemple, un laboratoire utilisant en routine des normes pourra aussi étendre son activité accréditée à de nouvelles méthodes reconnues après obtention de son accréditation et restant en adéquation avec sa portée d'accréditation, sans évaluation et décision préalables du Cofrac.

Portée générale

AGROALIMENTAIRE / BOISSONS (hors eaux de consommation) / Analyses physico-chimiques (Analyses dans le secteur du vin, des boissons alcoolisées et leurs additifs - LAB GTA 78)		
Objet	Caractéristique mesurée ou recherchée	Principe de la méthode
Boissons alcoolisées	Sucres	Chromatographie Liquide Haute Performance

Portée flexible FLEX2 : Le laboratoire est reconnu compétent pour adopter toute méthode reconnue dans le domaine couvert par la portée générale.

Portée détaillée *

AGROALIMENTAIRE / BOISSONS (hors eaux de consommation) / Analyses physico-chimiques (Analyses dans le secteur du vin, des boissons alcoolisées et leurs additifs - LAB GTA 78)			
Objet	Caractéristique mesurée ou recherchée	Principe de la méthode	Référence de la méthode
Vins, moûts	Glucose, fructose, saccharose, glycérol	Chromatographie Liquide Haute Performance Réfractométrie	Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts de l'O.I.V
Spiritueux	Glucose, fructose, saccharose	Chromatographie Liquide Haute Performance Réfractométrie	Recueil B.S. de l'O.I.V

* La liste exhaustive des analyses proposées sous accréditation est tenue à jour par le laboratoire.

Exemple d'expression de portée pour une demande de type flexible FLEX3

Ce type de portée est adapté pour un laboratoire qui demande l'accréditation pour un champ de compétences défini sans spécifier la référence des méthodes. Il peut utiliser sous accréditation sans évaluation préalable du Cofrac tout type de méthodes correspondant au descriptif fait dans sa portée d'accréditation, pourvu qu'il ait apporté la preuve qu'elles sont validées et maîtrisées.

Ce profil de flexibilité de portée inclut les possibilités offertes dans le type FLEX2, mais aussi la possibilité de concevoir des méthodes, d'adapter des méthodes existantes ou d'adopter des méthodes non reconnues et de les utiliser sous accréditation sans évaluation préalable du Cofrac.

En fonction de la portée détaillée revendiquée par le laboratoire, la portée générale et le commentaire associé seront adaptés pour correspondre aux besoins du laboratoire et aux compétences démontrées

Portée générale

AGROALIMENTAIRE / BOISSONS (hors eaux de consommation) / Analyses physico-chimiques (Analyses dans le secteur du vin, des boissons alcoolisées et leurs additifs - LAB GTA 78)		
Objet	Caractéristique mesurée ou recherchée	Principe de la méthode
Boissons alcoolisées	Acides organiques	Méthode enzymatique automatisée ou Chromatographie Liquide Haute Performance Détection UV-Vis

Portée flexible FLEX3 : Le laboratoire est reconnu compétent, dans le domaine couvert par la portée générale, pour adopter toute méthode reconnue et pour développer ou mettre en œuvre toute autre méthode dont il aura assuré la validation.

Portée détaillée*

AGROALIMENTAIRE / BOISSONS (hors eaux de consommation) / Analyses physico-chimiques (Analyses dans le secteur du vin, des boissons alcoolisées et leurs additifs - LAB GTA 78)			
Objet	Caractéristique mesurée ou recherchée	Principe de la méthode	Référence de la méthode
Vins, moûts	Acide malique, citrique, tartrique, lactique	Chromatographie Liquide Haute Performance Détection UV-Vis	Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts de l'O.I.V
Cidres	Acide malique	Méthode enzymatique automatisée	Méthode interne référencée METREF2

* La liste exhaustive des analyses proposées sous accréditation est tenue à jour par le laboratoire.

7 GUIDE DE LECTURE DES EXIGENCES D'ACCREDITATION ET RECOMMANDATIONS

7.1 Généralités

L'aptitude d'un laboratoire à être accrédité par le Cofrac est examinée au regard du respect :

- des exigences de la norme NF EN ISO/CEI 17025
- des exigences générales du Cofrac, principalement celles définies dans le document LAB REF 02
- des explicitations de ces exigences pour le domaine technique en objet, approuvées par la Commission Technique Agroalimentaire et déclinées ci-après

7.2 Prescriptions liées aux méthodes d'analyses

Tel que défini dans le document LAB REF 08, il existe deux types de méthodes : les méthodes reconnues (par exemple : méthode normalisée) et les autres méthodes (par exemple : méthode interne).

Les méthodes normalisées ont leur propre champ d'application et, dans le cas des méthodes internes, il conviendra de définir le champ d'application de ces dernières.

7.2.1 Méthodes reconnues

Les méthodes normalisées et les méthodes publiées dans des documents de référence par des organismes reconnus et dont les caractéristiques ont été établies par une approche interlaboratoire (portées de type FIXE, FLEX1 et FLEX2) ne nécessitent pas, pour leur application par un laboratoire, de validation complète.

Afin de s'assurer de la maîtrise de la méthode, le laboratoire doit toutefois vérifier, à partir d'un plan d'expérience simplifié couvrant l'étendue de mesure considérée, son aptitude à répondre aux performances attendues. Une approche de vérification globale, permettant au laboratoire de confirmer qu'il obtient des performances acceptables à partir des caractéristiques connues et acceptées de la méthode, est suffisante (par exemple selon la norme NF V 03-110).

7.2.2 Autres Méthodes

Pour toute méthode normalisée ayant fait l'objet d'une modification, ou toute méthode développée en interne, ainsi que pour les protocoles issus de fournisseurs de Kits (par exemple : enzymatique, colorimétrique), le laboratoire doit être à même de présenter un dossier de **validation** conformément aux exigences de la norme NF EN ISO/CEI 17025 et du document LAB REF 02.

Validation des méthodes :

La validation d'une méthode doit permettre de couvrir l'ensemble du domaine d'application de la méthode. Le dossier de validation peut se baser sur, par exemple, les normes NF V 03-110, NF T 90-210, OIV (etc.) et peut comporter :

1/ des éléments issus d'une validation initiale :

- L'identification de l'utilisation prévue de la méthode et des exigences retenues (*performances, exigences des clients ou réglementaires*)

- L'étendue de mesure (domaine de validité des mesures)
- La caractérisation de la courbe de réponse
- La limite de détection (*LD*)
- La limite de quantification (*LQ*)
- Les données de fidélité intermédiaire (*répétabilité et reproductibilité*)

2/ des éléments issus du contrôle qualité :

- Les données de justesse (EIL, MRC, MRE, MRI, ajouts dosés, profil d'exactitude, comparaison avec une méthode validée...)
- La reproductibilité intralaboratoire
- La spécificité, *si nécessaire*
- La robustesse, *si nécessaire*
- L'incertitude.

Avant toute mise en œuvre commerciale, le laboratoire doit établir une déclaration de validité.

7.2.3 Incertitudes

Le laboratoire doit évaluer l'incertitude des méthodes introduites dans la portée à partir de ses propres données (EIL, MRC, MRI, MRE...), les revoir périodiquement et mettre en œuvre des procédures de contrôle qualité suffisantes pour en assurer la validité.

7.3 Autres prescriptions techniques

7.3.1 Généralités

Lorsque le laboratoire souhaite faire référence à l'accréditation pour un résultat issu d'un calcul, les déterminations intermédiaires entrant dans le calcul doivent avoir été réalisées sous accréditation.

7.3.2 Personnel

NF EN ISO/CEI 17025 § 5.2/LAB REF 02 § 9.1/9.4

Il convient que le personnel responsable des avis, interprétations et déclarations de conformité soit habilité selon les exigences de la norme NF EN ISO/CEI 17025 et du document LAB REF 02 (exemple : déclaration de conformité de l'échantillon remis au laboratoire dans le cadre du contrôle des produits d'appellations).

7.3.3 Installation et conditions ambiantes

NF EN ISO/CEI 17025 § 5.3

Le laboratoire identifie, maîtrise et contrôle les conditions ambiantes conformément aux exigences des méthodes d'analyse ou lorsque celles-ci influencent la qualité des résultats de mesure. Par exemple, une attention particulière est portée à la définition ainsi qu'au respect de la stabilité des températures de travail pour les méthodes sensibles (e.g. : flux continu).

Le laboratoire identifie les exigences générales et celles relatives aux méthodes mises en œuvre pouvant influencer la qualité des résultats d'analyse (par exemple température ambiante, température des enceintes climatiques, hygrométrie, etc...). Il procède, si cela s'avère nécessaire, aux mesures et enregistrements requis et s'assure de la maîtrise des paramètres concernés.

7.3.4 Méthodes

NF EN ISO/CEI 17025 § 5.4

7.3.4.1 Méthodes spectrophotométriques Proche Infra Rouge (PIR) et Infra Rouge à Transformée de Fourier (IRTF)

Les méthodes utilisant les techniques PIR et IRTF présentent un caractère non spécifique et font appel à un calibrage permanent qui correspond à une matrice donnée. Elles sont, de plus, non directement raccordables au système international (SI) d'unité. Ces particularités réclament, de la part des laboratoires, des mesures d'encadrement rigoureuses.

Ainsi le laboratoire prendra en compte les points suivants :

- La matrice correspondant à un calibrage donné doit être définie de manière précise,
- L'échelle de mesure accessible pour un calibrage et une matrice donnée doit être définie et vérifiée,
- Les contrôles internes doivent être renforcés, particulièrement avec des vins non dopés dont les valeurs analytiques ont été établies, pour chaque paramètre, par une méthode raccordée et accréditée. L'utilisation de valeurs externes obtenues par une méthode accréditée autre que les méthodes Infra Rouge est acceptable,
- La validation de la méthode doit être réalisée à partir d'un nombre d'échantillon significatif et représentatif ; le laboratoire doit pouvoir justifier ses choix au regard des éléments disponibles dans la littérature et/ou de l'état de l'art,
- Lors de l'estimation de l'incertitude, l'erreur propre au calibrage doit être prise en compte.

7.3.4.2 Méthodes isotopiques

Dans le cas de méthodes non normalisées, l'absence de discrimination isotopique au cours du processus analytique doit être vérifiée, tout particulièrement si des étapes de préparation d'échantillon mettent en œuvre des méthodes séparatives.

L'interprétation des résultats fait appel non seulement à des mesures mais aussi à des traitements mathématiques reposant sur des banques de données d'échantillons de référence. Ainsi, lorsque des avis et interprétations sont émis, les mesures obtenues sur l'échantillon doivent figurer sur le rapport d'essai dans l'unité de mesure appropriée et le référentiel d'interprétation doit être tenu à la disposition des évaluateurs : banque de données, publications, modèles mathématiques...

Dans le cas où les mesures obtenues sur l'échantillon ne sont pas présentées dans le rapport, le laboratoire doit pouvoir justifier de raisons valides telles que cela est défini dans la norme NF EN ISO/CEI 17025 (§ 5.10.2).

7.3.4.3 Détermination de l'extrait sec des boissons spiritueuses selon le recueil des méthodes internationales d'analyse des boissons spiritueuses de l'OIV

Dans le cadre de la détermination de l'extrait sec par pesée du résidu, il est fortement recommandé de manipuler les capsules avec des gants tout en gardant une température homogène tout au long de la durée de la manipulation.

De plus, le laboratoire doit veiller à ce que les capsules avant pesée soient à une température stable.

7.3.4.4 Détermination de l'acidité volatile des boissons spiritueuses selon le recueil des méthodes internationales d'analyse des boissons spiritueuses de l'OIV

Dans le cadre de l'utilisation de la méthode de référence, le laboratoire doit veiller à réaliser l'analyse dès l'ouverture du contenant. De plus, la manipulation doit être réalisée en évitant l'exposition à la lumière et le distillat titré à chaud dès la fin du reflux sous agitation modérée.

Les précautions nécessaires doivent être prises pour éviter la présence de dioxyde de carbone dans le distillat. Par conséquent, le volume d'hydroxyde de sodium (0,1 Mole.l⁻¹) utilisé lors du dosage du blanc doit être au maximum de 0,1 millilitre. Dans le cas contraire, il convient de recommencer l'opération jusqu'à l'obtention de ce résultat (La vapeur produite par la chaudière étant alors exempte de dioxyde de carbone).

7.3.5 Equipements – Traçabilité du mesurage

NF EN ISO/CEI 17025 § 5.6/LAB REF 02 § 9.3

Les équipements de mesure **critiques** (tels que balance, aphromètre, étuve, thermomètre, spectrophotomètre, réfractomètre, densimètre électronique, etc....) doivent faire l'objet d'un raccordement métrologique au système international conformément aux dispositions décrites dans la norme NF EN ISO/CEI 17025 et le document Cofrac LAB REF 02.

Les appareils qui travaillent par comparaison sont raccordés au SI par le biais de matériaux de références (MRC, MRE, MRI..) ou de solutions étalons.

Des modalités de raccordement au SI recevables sont présentées ci-après à titre d'exemples :

Le raccordement au SI du **pH-mètre** peut être assuré, suivant une procédure interne détaillée, par l'intermédiaire de solutions étalons commercialisées avec un certificat d'étalonnage avec logotype Cofrac (ou de tout autre organisme signataire des accords de reconnaissance multilatéraux étalonnage d'EA). Toutefois, un raccordement interne au SI par pesée suivant une procédure interne détaillée est recevable. En outre, un suivi de l'électrode est attendu pour garantir la sensibilité de la méthode.

Pour l'**aréomètre**, un certificat d'étalonnage avec logotype Cofrac (ou de tout autre organisme signataire des accords de reconnaissance multilatéraux étalonnage d'EA) permet d'assurer un raccordement au SI.

Il n'est pas nécessaire, dans le cas d'aréomètres achetés raccordés, d'effectuer une vérification postérieurement à leur achat. Le laboratoire vérifie néanmoins le bon état de fonctionnement (intégrité, propreté) de l'aréomètre et le contrôle à partir d'une solution de masse volumique connue. Cependant, en cas d'une anomalie de résultats (résultats de comparaisons interlaboratoires non-conformes etc...), cet équipement peut être directement en cause.

Si le laboratoire utilise le thermomètre parfois intégré à ces instruments, il est étalonné et régulièrement vérifié par un thermomètre de référence au même titre que les thermomètres de travail.

Les exigences ci-avant sont valables pour les **alcoomètres**.

Le raccordement au SI du **réfractomètre de type d'Abbe** peut être assuré, suivant une procédure interne détaillée, par l'intermédiaire de solutions étalons ou de parallélépipèdes étalons commercialisés avec un certificat d'étalonnage avec logotype Cofrac (ou de tout autre organisme signataire des accords de reconnaissance multilatéraux étalonnage d'EA). Toutefois, un raccordement interne au SI par pesée suivant une procédure interne détaillée est recevable.

Concernant la verrerie jaugée de classe A (fioles, pipettes...), un contrôle métrologique n'est pas nécessaire mais peut être envisagé en cas de dérive analytique.

Concernant les **instruments volumétriques à piston** (micropipettes), un certificat d'étalonnage avec logotype Cofrac (ou de tout autre organisme signataire des accords de reconnaissance multilatéraux étalonnage d'EA) permet d'assurer un raccordement au SI. Toutefois, un raccordement interne au SI par pesée suivant une procédure interne détaillée est recevable.

Le raccordement au SI des **thermomètre / sonde** peut être assuré, suivant une procédure interne détaillée, par l'intermédiaire d'un thermomètre de référence commercialisé avec un certificat d'étalonnage avec logotype Cofrac (ou de tout autre organisme signataire des accords de reconnaissance multilatéraux étalonnage d'EA).

Dès lors que des spécifications de température sont à respecter (kits enzymatiques etc....) et peuvent avoir une incidence sur la qualité des résultats, la surveillance de la température des enceintes de conservation (réfrigérateurs, congélateurs) à une fréquence appropriée est nécessaire. Un relevé mini/maxi peut s'avérer suffisant.

Le raccordement de thermomètre présent sur certains appareils de mesure (réfractomètre d'Abbe ou électronique, densimètre électronique) doit être réalisé si cela est techniquement possible.

La vérification de la température des bains-marie dans les analyseurs automatiques travaillant en comparaison (chaînes à flux continu, analyseur séquentiel...) n'est pas nécessaire.

7.3.6 Qualité des résultats

NF EN ISO/CEI 17025 § 5.9

Le laboratoire met en place des moyens pour assurer la qualité de ses résultats (par exemple mise en place de contrôles internes), et participe à des comparaisons inter laboratoires, lorsqu'elles existent.

7.3.7 Rapport d'analyse

NF EN ISO/CEI 17025 § 5.10 / LAB REF 02 § 10

Les documents dénommés, « attestations ou déclarations de pureté, d'alimentarité, etc. » délivrés par les laboratoires, sous leur responsabilité, tendant à extrapoler les résultats de l'échantillon à un lot ou à d'autres propriétés, ne s'apparentent ni à des déclarations de conformité, ni à des avis et interprétations au sens de la norme NF EN ISO/CEI 17025. En conséquence, ils ne sont pas couverts par l'accréditation.

Il est rappelé qu'un rapport d'analyse, émis sous couvert de l'accréditation, ne peut par lui-même en aucune façon constituer ou impliquer une approbation par le Cofrac de l'objet soumis à essai.

8 MODALITES D'EVALUATION

L'évaluation du laboratoire est réalisée conformément aux dispositions des documents LAB REF 05 (règlement d'accréditation) et LAB REF 08 (expression et évaluation des portées d'accréditation) en vigueur. L'équipe d'évaluation chargée des opérations d'évaluation sur site est composée, selon le cas, d'un évaluateur qualitatif et d'un ou plusieurs évaluateurs techniques, ou d'un évaluateur technique responsable d'évaluation en fonction des compétences techniques nécessaires pour évaluer la portée.

BIBLIOGRAPHIE

Décret n°53-978 du 30 septembre 1953 relatif à l'orientation de la production cidricole et à la commercialisation des cidres, poirés et de certaines boissons similaires.

Règlement (CE) n° 1601/91 du Conseil, du 10 juin 1991, établissant les règles générales relatives à la définition, à la désignation et à la présentation des vins aromatisés, des boissons aromatisées à base de vin et des cocktails aromatisés de produits viti-vinicoles.

Décret no 92-307 du 31 mars 1992 portant application de la loi du 1er août 1905 sur les fraudes et falsifications en matière de produits ou de services en ce qui concerne les bières.

Arrêté du 29 octobre 1985 relatif aux méthodes d'analyse de la bière.

Règlement (CE) n° 110/2008 du parlement européen et du conseil du 15 janvier 2008 concernant la définition, la désignation, la présentation, l'étiquetage et la protection des indications géographiques des boissons spiritueuses et abrogeant le règlement (CEE) no 1576/89 du Conseil.

Règlement (CE) n° 491/2009 du Conseil du 25 mai 2009 portant organisation commune des marchés dans le secteur agricole et dispositions spécifiques en ce qui concerne certains produits de ce secteur (règlement «OCM unique»).

Règlement (CE) n° 2870/2000 de la commission du 19 décembre 2000 établissant des méthodes d'analyse communautaires de référence applicables dans le secteur des boissons *spiritueuses*.

Règlement (CE) n° 606/2009 de la Commission du 10 juillet 2009 fixant certaines modalités d'application du règlement (CE) n° 479/2008 du Conseil en ce qui concerne les catégories de produits de la vigne, les pratiques œnologiques et les restrictions qui s'y appliquent.

Règlement (CE) n° 607/2009 de la Commission du 14 juillet 2009 fixant certaines modalités d'application du règlement (CE) n° 479/2008 du Conseil en ce qui concerne les appellations d'origine protégées et les indications géographiques protégées, les mentions traditionnelles, l'étiquetage et la présentation de certains produits du secteur vitivinicole.

NF V03-110 : « Analyse des produits agricoles et alimentaires - Protocole de caractérisation en vue de la validation d'une méthode d'analyse quantitative par construction du profil d'exactitude ».

XP V03-111 : Analyse des produits agricoles et alimentaires – Protocole d'évaluation intra-laboratoire d'une méthode alternative d'analyse qualitative par rapport à une méthode de référence.

NF T90-210 : Protocole d'évaluation initiale des performances d'une méthode dans un laboratoire.

Décret n°2001-387 du 3 mai 2001 relatif au contrôle des instruments de mesure.

Arrêté du 6 septembre 2006 reportant des échéances en matière d'accréditation d'organismes chargés de la vérification d'instruments de mesure.

Code de la consommation, art. R 215-19

Code rural et de la pêche maritime, Livre II, Chapitre II (articles relatifs aux analyses)

Règlement (CE) n° 178/2002 du Parlement européen et du Conseil du 28 janvier 2002 établissant les principes généraux et les prescriptions générales de la législation alimentaire, instituant l'Autorité européenne de sécurité des aliments et fixant des procédures relatives à la sécurité des denrées alimentaires.

Règlement (CE) n° 882/2004 du Parlement européen et du Conseil du 29 avril 2004 relatif aux contrôles officiels effectués pour s'assurer de la conformité avec la législation sur les aliments pour animaux et les denrées alimentaires et avec les dispositions relatives à la santé animale et au bien-être des animaux.

Règlement (CE) n° 510/2006 du Conseil du 20 mars 2006 relatif à la protection des indications géographiques et des appellations d'origine des produits agricoles et des denrées alimentaires

Règlement (CE) n° 509/2006 du Conseil du 20 mars 2006 relatif aux spécialités traditionnelles garanties des produits agricoles et des denrées alimentaires.

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI