

GUIDE TECHNIQUE D'ACCREDITATION EN ANALYSES DANS LE SECTEUR DU VIN

Document LAB GTA 78

Révision 00 – Août 2008

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI



SOMMAIRE

1. OBJET	3
2. REFERENCES ET DEFINITIONS.....	3
2.1. Références	3
2.2. Définitions.....	3
3. DOMAINE D'APPLICATION.....	4
4. MODALITES D'APPLICATION.....	4
5. SYNTHESE DES MODIFICATIONS	4
6. INTERPRETATIONS ET RECOMMANDATIONS	4
6.1. Généralités	4
6.2. Revue des demandes, appels d'offres et contrats, et services au client.....	5
6.3. Achats de services et de fournitures	5
6.4. Personnel.....	5
6.5. Installations et conditions ambiantes.....	6
6.6. Méthodes	6
6.6.1. Méthodes normalisées	6
6.6.2. Méthodes non normalisées	6
6.6.3. Validation des méthodes non normalisées	7
6.6.4. Incertitudes sur les résultats d'analyses	8
6.7. Métrologie – Equipement – Traçabilité du mesurage	8
6.8. Manutention des objets soumis à essai.....	10
6.9. Assurer la qualité des résultats – Contrôles qualité internes et externes.....	11
6.10. Rapport sur les résultats	11
6.10.1. Présentation.....	11
6.10.2. Transmission électronique des rapports sur les résultats	12
6.10.3. Divers.....	12
7. PORTEES D'ACCREDITATION.....	13
7.1. Généralités	13
7.2. Eléments constitutifs de la portée d'accréditation.....	13
7.2.1. Champ clé « Objet » soumis à analyse (matrice)	13
7.2.2. Champ clé « Caractéristique mesurée ou recherchée ».....	13
7.2.3. Champ clé « Principe de la méthode ».....	13
7.2.4. Champ clé « Référence de la méthode »	13
7.2.5. Champ optionnel « N° »	13
7.2.6. Champ optionnel « Domaine d'application »	14
7.2.7. Champ optionnel « Etendue de mesure »	14
7.2.8. Champ optionnel « Principaux moyens utilisés »	14
7.2.9. Champ optionnel « Commentaires »	14
7.3. Expression et évaluation des portées d'accréditation.....	14
7.3.1. Exemples de flexibilité de type A1 dans le secteur du vin.....	15
7.3.2. Exemple de flexibilité de type A2 dans le secteur du vin	15
7.3.3. Exemple de flexibilité de type A3 dans le secteur du vin	16
7.3.4. Exemple de flexibilité de type B dans le secteur du vin	17
8. MODALITES D'EVALUATION ET DE SUIVI DE L'ACCREDITATION	17
ANNEXE 1 : LISTE DES DOCUMENTS DE REFERENCE, DES ABREVIATIONS ET SITES INTERNET UTILES.....	18
ANNEXE 2 – TABLEAU DESCRIPTIF DE LA PORTEE D'ACCREDITATION SOUHAITEE.....	20

1. OBJET

La norme NF EN ISO/CEI 17025 [11] définit les exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais.

En ligne avec l'annexe B de la norme NF EN ISO/CEI 17025, le présent guide technique d'accréditation explícite 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. A cet effet, il contient également au § 6 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. 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

2.1. Références

Une liste des documents de référence en rapport avec ce document, issus de la réglementation, de la normalisation et émis par le Cofrac et EA, figure en annexe 1 au présent document.

Cette liste de documents, constituant une base de données non exhaustive, est complétée par une liste des abréviations et sites Internet utiles.

2.2. Définitions

Lorsque le terme « essais » est employé, il convient de lire « essais » ou « analyses ».

Accréditation : Attestation délivrée par une tierce partie constituant une reconnaissance formelle de la compétence d'un laboratoire à réaliser des activités d'essais / d'étalonnages. La « tierce partie » représente l'organisme accréditeur qui est, en France, le Cofrac.

Cofrac : Organisme procédant à l'évaluation et à l'accréditation des laboratoires d'essais et d'étalonnages.

Portée d'accréditation : Enoncé formel et précis des activités pour lesquelles le laboratoire est accrédité. Elle se compose de lignes de portée d'accréditation.

Ligne de portée d'accréditation : Elle est composée principalement des champs « Objet », « Caractéristique mesurée ou recherchée », « Principe de la méthode » et « Référence de la méthode ».

Comparaison interlaboratoires : Organisation, exécution et évaluation d'étalonnages / d'essais sur des objets soumis à l'étalonnage / l'essai identiques ou semblables par au moins deux laboratoires différents dans des conditions prédéterminées.

3. DOMAINE D'APPLICATION

Ce guide technique d'accréditation s'adresse aux :

- laboratoires pour leurs activités d'analyses dans le secteur du vin et engagés dans une démarche d'accréditation Cofrac selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 ;
- évaluateurs du Cofrac amenés à intervenir dans ce secteur ; il constitue à ce titre une base d'harmonisation à leur usage ;
- membres des instances du Cofrac : Comité de Section Laboratoires, Commission Technique d'Accréditation Agro – Alimentaire, Commission Interne d'Examen des Rapports pour l'Accréditation ;
- clients des laboratoires.

Le présent document s'applique aux analyses physico-chimiques réalisées sur les produits visés par l'O.C.M vitivinicole à l'article 1^{er} du règlement (C.E.E) n°479/08 [4], les aperitifs à base de vin et les raisins de table, à l'exclusion des déterminations de contaminants réalisées sur ces produits (par exemple les haloanisoles et l'ochratoxine A).

Les laboratoires candidats demandent leur accréditation pour des méthodes normalisées ou pour des méthodes non normalisées. A cet effet, les demandes d'accréditation sont présentées au Cofrac par l'intermédiaire du tableau type en annexe 2 et des informations décrites au § 7.

Quelle que soit la méthode d'analyse utilisée, les laboratoires doivent vérifier que celle-ci satisfait aux exigences énoncées au § 6.6 du présent document. Il est notamment indispensable de s'assurer que la méthode d'analyse est bien adaptée à l'objet soumis à analyse (la matrice).

4. MODALITES D'APPLICATION

Le présent document est applicable à compter du 01/10/2008.

5. SYNTHÈSE DES MODIFICATIONS

Il s'agit de la première version du document. Il porte l'indice de révision 00.

6. INTERPRÉTATIONS ET RECOMMANDATIONS

6.1. Généralités

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

- du respect des exigences générales relatives à la compétence des laboratoires contenues dans la norme NF EN ISO/CEI 17025, et explicitées si nécessaire dans le présent document ;
- du respect des exigences générales du Cofrac consignées dans les documents contractuels référencés dans l'annexe 2 à la convention d'accréditation du laboratoire dont notamment le document Cofrac LAB REF 02 [18] ;
- de la prise en compte des recommandations approuvées par la Commission Technique d'Accréditation Agro-Alimentaire et déclinées ci-après.

6.2. Revue des demandes, appels d'offres et contrats, et services au client

NF EN ISO/CEI 17025 § 4.4 et 4.7

A titre indicatif, les « clients » d'un laboratoire peuvent être d'une façon générale toutes les entités pouvant avoir des attentes ou des exigences vis-à-vis du laboratoire et, dans le secteur du vin, au moins toutes les personnes destinataires du rapport sur les résultats, parmi lesquelles les représentants des instances officielles.

Un des moyens pour le laboratoire d'informer ses clients des conditions de réalisation des analyses est de leur donner accès à un catalogue précisant notamment les différentes analyses réalisées, les méthodes utilisées, leur tarif, les délais et les moyens de rendu des résultats.

6.3. Achats de services et de fournitures

NF EN ISO/CEI 17025 § 4.6

Le laboratoire doit se référer aux recommandations du fournisseur, notamment concernant les conditions de stockage et d'utilisation des réactifs. Ceci peut inclure par exemple le contrôle de la température.

En ce qui concerne les réactifs et solutions titrées utilisées, sauf prescription contraire dans la méthode d'analyse, les produits chimiques employés sont de qualité analytique (« pour analyse ») et l'eau est de l'eau distillée ou de pureté au moins équivalente.

6.4. Personnel

NF EN ISO/CEI 17025 § 5.2 / LAB REF 02 § 9

Il est rappelé que le laboratoire doit assurer et maintenir la compétence des personnels autorisés à utiliser des appareils spécifiques, à réaliser différents types d'analyses, à émettre des avis et interprétation, à évaluer les résultats et signer les rapports sur les résultats. Conformément au document LAB REF 02, les autorisations prononcées par le laboratoire ne requièrent pas l'approbation préalable du Cofrac, qui s'attache à évaluer le processus de qualification et d'autorisation, et vérifie à posteriori les compétences des personnes autorisées. Toutefois, le laboratoire est tenu de signaler au Cofrac les changements de signataire habilité qu'il peut être amené à décider.

A titre d'exemple, le processus de qualification et celui de maintien des compétences du personnel réalisant des analyses peut comprendre :

- des opérations de formation en tutorat ;
- des essais de fidélité ;
- des essais sur des échantillons de valeur connue (matériaux de référence internes, externes ou certifiés) ;
- des comparaisons interlaboratoires.

A l'issue de ces étapes, des critères prédéfinis permettent de conclure sur la qualification et sur le maintien des compétences du personnel.

Si une méthode n'est pas pratiquée régulièrement, le laboratoire doit assurer le maintien du personnel en situation opérationnelle selon une procédure appropriée et documentée.

6.5. Installations 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 plage des températures de travail pour les méthodes I.R.T.F et pour les méthodes sur flux continu.

6.6. Méthodes

NF EN ISO/CEI 17025 § 5.4

6.6.1. Méthodes normalisées

Les méthodes normalisées et les méthodes considérées comme consensuellement reconnues publiées dans des documents de référence par des organismes reconnus (cf. Règlement C.E.E n° 2676/90, Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts de l'O.I.V [15], etc.) ne nécessitent pas que le laboratoire démontre leur validité préalablement à leur utilisation.

Le laboratoire confirme la bonne mise en œuvre de ces méthodes normalisées à l'aide de matériaux de référence (cf. FD V03-115 [5]) et après participation avec résultats satisfaisants à des comparaisons interlaboratoires. Il peut également comparer ses résultats avec ceux obtenus à partir d'autres méthodes réalisées sous accréditation.

Le cas échéant, le laboratoire vérifie l'étalonnage en particulier vis à vis du domaine d'application et de l'étendue de mesure, et il détermine la limite de quantification, la limite de détection ou toute caractéristique pertinente de la méthode.

Les performances des méthodes normalisées mises en œuvre par le laboratoire sont au moins équivalentes aux critères spécifiés dans le descriptif des méthodes (par exemple r et R des méthodes du recueil de l'O.I.V).

Les éléments ayant servi au laboratoire à établir les données ci-dessus sont consignés durant toute la période d'utilisation de la méthode.

Le laboratoire exerce dans le temps un suivi des performances de ses méthodes afin d'assurer la qualité de ses résultats (cf. § 6.9).

6.6.2. Méthodes non normalisées

Le laboratoire peut également demander une accréditation pour des « méthodes non normalisées » (méthodes développées par le laboratoire, normes utilisées en dehors de leur domaine d'application, méthodes décrites dans la Revue Française d'Œnologie, « Feuilles verts » de l'O.I.V, etc.). La recevabilité d'une telle demande d'accréditation est soumise, s'il y a lieu, pour évaluation préalable à la CTA AA et/ou à un évaluateur technique. En conséquence, lors de la phase préparatoire de la mission, le laboratoire doit être en mesure de fournir au Cofrac un dossier de validation de la méthode ainsi que les modes opératoires et procédures s'y rapportant.

De telles demandes d'accréditation doivent notamment satisfaire aux exigences des § 5.4.2, 5.4.3, 5.4.4, 5.4.5 de la norme NF EN ISO/CEI 17025.

Le recours aux méthodes non normalisées fait l'objet d'un accord préalable avec le client qui inclut notamment une spécification de ses exigences. Par exemple, le client peut demander au laboratoire que les méthodes non normalisées aient des performances au moins équivalentes à celles des méthodes normalisées sur le domaine d'application considéré.

Concernant les analyses sur les moûts concentrés et moûts concentrés rectifiés, une attention particulière sera portée à la phase préparatoire (prise d'essai, distillation...) jugée critique pour ces dosages.

6.6.3. Validation des méthodes non normalisées

La validation est la vérification, par l'apport de preuves, que la méthode répond aux besoins du client. Elle est toujours un équilibre entre les coûts, les risques et les possibilités techniques permettant d'apporter des preuves objectives de l'exactitude des résultats et de donner confiance sur la qualité des résultats ultérieurs.

Dans le cas de l'automatisation des méthodes manuelles normalisées, pour lesquelles le principe est strictement respecté et sans variante importante (par exemple longueur d'onde et réactif inchangés), une confirmation de la maîtrise de la méthode comme évoquée au § 6.6.1 est acceptable. Les autres méthodes automatisées sont à considérer comme des méthodes non normalisées pour lesquelles une validation plus complète est nécessaire.

Dans le cas d'une variante systématique de la méthode normalisée, il convient de s'attacher à distinguer une variante importante, susceptible d'affecter les résultats ou leur interprétation, d'une variante « mineure ».

- Dans le cas d'une variante « majeure », le laboratoire ne peut pas faire référence à la méthode normalisée de départ même si l'écart a été validé.
- Dans le cas d'une variante « mineure » validée par le laboratoire, par exemple en suivant les moyens cités au § 6.6.1, le laboratoire peut faire référence à la norme de départ. Dans ce cas, le laboratoire peut indiquer au client la nature de la modification par exemple sur le rapport sur les résultats.

Dans le cas où il n'existe ni matériaux de référence ni comparaisons interlaboratoires, le laboratoire valide ses méthodes comme ci-après.

La validation d'une méthode non normalisée consiste en :

- Une description détaillée de la méthode, incluant notamment la définition de son domaine d'application et de son étendue de mesure.
- Une validation, portant sur le domaine d'application défini, menée suivant les prescriptions de normes internationales ou nationales reconnues, telles que la norme NF V03-110 [13] ou le Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts de l'O.I.V, et comprenant notamment la caractérisation de la méthode (ou plan de type A selon la NF V03-110), et sa comparaison par rapport à une méthode de référence (ou plan de type C selon la NF V03-110). Les méthodes utilisées en référence sont des méthodes pour lesquelles le laboratoire est accrédité mais elles peuvent être sous-traitées à un autre laboratoire accrédité pour celles-ci.
- La présentation d'éléments permettant de juger de la maîtrise de cette méthode, dont la pertinence et l'acceptabilité seront jugés par l'évaluateur technique. Par exemple, comparaison des résultats obtenus aux valeurs de matériaux de référence, aux résultats de comparaisons interlaboratoires, aux résultats d'autres méthodes couvertes par l'accréditation...

Les éléments constitutifs de cette validation (résultats, mode opératoire de validation utilisé...) sont consignés durant toute la période d'utilisation de la méthode.

A l'issue du processus de validation, le laboratoire exerce dans le temps un suivi des performances de ses méthodes afin d'assurer la qualité de ses résultats (cf. § 6.9).

6.6.4. Incertitudes sur les résultats d'analyses

L'identification des points critiques des méthodes est effectuée préalablement au choix de la méthode d'estimation des incertitudes.

Les incertitudes estimées par chaque laboratoire sont cohérentes avec les seuils d'alerte et d'acceptabilité des cartes de contrôle.

Les incertitudes sont périodiquement revues.

6.7. **Métrie – Equipement – Traçabilité du mesurage**

NF EN ISO/CEI 17025 § 5.5 et § 5.6 / LAB REF 02 § 9

Le terme équipement regroupe l'ensemble des moyens mis en œuvre, étalons et matériaux de référence, ainsi que les instruments de mesure.

Le laboratoire établit une liste des équipements, dits « critiques », nécessaires à l'exécution des analyses de la portée d'accréditation (annexe technique) et ayant une incidence significative sur l'exactitude des résultats de mesure. Un programme d'étalonnages et de vérifications de ces équipements critiques est établi. La fréquence des étalonnages et vérifications est établie et documentée selon les besoins ou selon les performances attendues, et sur la base de l'expérience antérieure de chaque laboratoire le cas échéant. Des dispositions sont prises pour mettre en évidence une éventuelle dérive des équipements entre 2 étalonnages. Des critères d'acceptation sont définis.

Le laboratoire doit être en mesure de démontrer que l'étalonnage des équipements de mesure « critiques » et, par conséquent, les résultats des mesures générées par ces équipements sont traçables au Système International d'unités (S.I) toutes les fois que le concept de traçabilité métrologique est applicable.

Dans le cas des raccordements réalisés en interne, le laboratoire dispose de procédures d'étalonnages de ses équipements, évalue les incertitudes associées aux résultats d'étalonnages et consigne les résultats obtenus.

Dans tous les cas où la traçabilité au S.I ne peut être réalisée, le laboratoire, en accord avec ses clients ainsi que les autres parties concernées, met en œuvre des démarches alternatives. Par exemple par ordre décroissant de priorité :

- Utilisation de matériaux de référence étalon traçables au S.I quand ils existent. Il est important de noter que l'utilisation de solutions dont la valeur est certifiée par un organisme accrédité (§ 5.6.3 de la NF EN ISO/CEI 17025) est recommandée mais non obligatoire. Le laboratoire peut par exemple préparer ses propres solutions à partir d'étalons du commerce.
- En l'absence de tels étalons, utilisation d'étalons consensuels clairement décrits et agréés par toutes les parties.
- Et enfin, par défaut, des matériaux de référence non traçables au S.I peuvent être utilisés. Mais dans ce cas, le laboratoire fait la preuve que la méthode mise en œuvre permet de garantir la validité des résultats.

Des modalités de raccordement au S.I recevables dans le secteur du vin, s'appuyant en partie sur l'avis de la CTA AA et d'autre part sur l'avis des évaluateurs techniques, sont présentées ci-après à titre d'exemples :

- Le raccordement au S.I 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'E.A). Toutefois, un raccordement interne au S.I 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 les mesures directes par spectrophotométrie UV-Visible, le raccordement du spectrophotomètre reste requis au moins initialement ou à la suite d'une intervention sur le matériel et en cas de résultats de comparaisons interlaboratoires non-conformes. Le moyen de raccordement privilégié est l'utilisation de filtres ou de solutions étalons raccordés en longueur d'onde et absorbance par un laboratoire d'étalonnage accrédité. La mise en commun entre laboratoires ou le prêt de trousse de filtres adéquats sont tolérés. Il est pertinent de compléter ce raccordement par des contrôles complémentaires, à l'initiative du laboratoire (lumière parasite, qualité des cuves...). Le suivi de la dérive du spectrophotomètre peut être réalisé par d'autres moyens que les filtres raccordés à condition que le plus grand soin y soit apporté. L'utilisation de solutions internes suivant la pharmacopée européenne (cf. monographie 2.2.25) [16] ou la norme NF T01-036 [12] est privilégiée. Toutefois, cette méthodologie n'a pas valeur de raccordement métrologique de l'appareil au S.I.
- Pour l'aréomètre, un certificat d'étalonnage avec logotype Cofrac (ou de tout autre organisme signataire des accords de reconnaissance multilatéraux étalonnage d'E.A) permet d'assurer un raccordement au S.I. 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...), 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.
Nota : les aréomètres et alcoomètres sont soumis à des exigences de la Métrologie Légale et font l'objet des textes suivants :
 - Directive du 27/07/1976 n°76/766/CEE.
 - Directive du 27/07/1976 n°76/765/CEE.
 - Directive du 01/07/1982 n°82/624/CEE.
 - Décret du 05/03/1979 n°79-200.
 - Décret du 19/10/1984 n°84-948.
 - Arrêté du 11/05/1979 (J.O du 29/05/1979).
 - Arrêté du 11/12/1984 (J.O du 29/12/1984).
- Concernant l'aphromètre, un certificat d'étalonnage avec logotype Cofrac (ou de tout autre organisme signataire des accords de reconnaissance multilatéraux étalonnage d'E.A) permet d'assurer un raccordement au S.I. Toutefois, l'étalonnage en interne suivant une procédure interne détaillée en utilisant un banc d'étalonnage raccordé via un laboratoire d'étalonnage accrédité est recevable même si le banc appartient à un autre laboratoire.

- Le raccordement au S.I du réfractomètre de type d'Abbe peut être assuré, suivant une procédure interne détaillée, par l'intermédiaire de solutions étalons ou de prismes étalons commercialisés avec un certificat d'étalonnage avec logotype Cofrac (ou de tout autre organisme signataire des accords de reconnaissance multilatéraux étalonnage d'E.A). Toutefois, un raccordement interne au S.I par « pesée » suivant une procédure interne détaillée est recevable.
- L'incertitude garantie sur la verrerie de précision (pipette jaugée et burette de classe A et classe B) doit être en accord avec l'incertitude souhaitée pour le résultat final. En cas d'une anomalie de résultats (résultats de comparaisons interlaboratoires non-conformes...), cet équipement peut être directement en cause.
- 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'E.A) permet d'assurer un raccordement au S.I. Toutefois, un raccordement interne au S.I par pesée suivant une procédure interne détaillée est recevable.
- Le raccordement au S.I de la balance peut être assuré, suivant une procédure interne détaillée, par l'intermédiaire de masses commercialisées avec un certificat d'étalonnage avec logotype Cofrac (ou de tout autre organisme signataire des accords de reconnaissance multilatéraux étalonnage d'E.A).
Le document Cofrac n°2089 « Exigences spécifiques relatives à l'étalonnage d'Instruments de Pesage à Fonctionnement Non Automatique » peut servir de guide aux évaluateurs pour mener l'audit et aux laboratoires pour mettre en place une procédure adaptée à l'utilisation qu'ils font de leurs balances. Le laboratoire, en faisant son bilan d'incertitudes suivant le modèle proposé dans le document mettra en évidence les paramètres influents et adaptera sa procédure de contrôle. Par exemple, dans la plupart des cas, la mobilité n'est pas à vérifier car cette composante est négligeable et est incluse dans la répétabilité.
- Le raccordement au S.I du thermomètre de travail / 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'E.A).
 - Dès lors que des spécifications de température sont à respecter (kits enzymatiques...) et peuvent avoir une incidence sur la qualité des résultats, la surveillance de la température des enceintes de conservation (réfrigérateurs, congélateurs) est nécessaire. Un relevé mini/maxi peut s'avérer suffisant.
 - Le raccordement du thermomètre du réfractomètre d'Abbe ou du réfractomètre électronique doit être réalisé si il est techniquement possible.
 - La vérification de la température des bains-marie dans les chaînes à flux continu n'est pas nécessaire étant donné la validation globale de l'appareil avec des matériaux de référence et un plan de maintenance générale.

6.8. Manutention des objets soumis à essai

NF EN ISO/CEI 17025 § 5.8

Dans le cas où le laboratoire a la responsabilité du transport des objets soumis à analyse, il doit assurer que ces échantillons sont transportés dans des conditions (température, chocs...) qui évitent une modification de leurs caractéristiques physico-chimiques.

Dans tous les cas, le laboratoire vérifie, à réception, la conformité de l'objet soumis à analyse à ses critères d'acceptation (température, volume...). Si l'échantillon ne satisfait manifestement pas à ces critères, le laboratoire consulte le client pour obtenir de nouvelles instructions avant de réaliser éventuellement l'analyse.

Dans ce dernier cas, le laboratoire émet dans le rapport sur les résultats des réserves sur la qualité de l'échantillon apporté et sur la signification des résultats, s'il y a lieu.

6.9. Assurer la qualité des résultats – Contrôles qualité internes et externes

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 notamment à des comparaisons interlaboratoires, lorsqu'elles existent.

Le laboratoire est en mesure de prouver sa participation effective et fournir aux évaluateurs les résultats obtenus lors de ces comparaisons interlaboratoires.

Les résultats consécutifs à ces comparaisons interlaboratoires (y compris l'étude des tendances pour identifier d'éventuels biais, dérives...) font l'objet d'une exploitation visant à améliorer la fiabilité des analyses : des actions doivent être menées à l'issue de comparaisons interlaboratoires non satisfaisantes (curatives, correctives ou préventives selon le cas).

Le laboratoire assure la cohérence entre ses résultats suite aux contrôles qualité (internes ou externes) et les incertitudes de mesure auxquelles il prétend.

6.10. Rapport sur les résultats

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

6.10.1. Présentation

Les rapports sur les résultats comportent notamment :

- Les dates de réception de chaque objet soumis à analyse, de mise en œuvre de l'analyse et de signature du rapport.
- L'identification précise de l'objet soumis à analyse.
- Après dosage qualitatif, le résultat de l'analyse sous la forme « absence dans X mL » ou « présence dans X mL ».
- Après dosage quantitatif, le résultat de l'analyse sous la forme :
 - ✓ d'une teneur quand celle-ci est supérieure à la limite de quantification ;
 - ✓ « inférieur à la limite de quantification » si le résultat de la mesure se situe entre la limite de détection et la limite de quantification.
 - ✓ « non-déecté » si le résultat est inférieur à la limite de détection.
- Les unités de mesure en vigueur telles que formalisées dans les textes normatifs ou réglementaires. En particulier, à la date d'émission du document :
 - ✓ L'acidité totale exprimée en grammes d'acide tartrique par litre ou en meq.L⁻¹.
 - ✓ L'acidité volatile exprimée en gramme d'acide acétique par litre ou en meq.L⁻¹.
 - ✓ L'expression de résultats dans d'autres unités (par exemple en gramme d'acide sulfurique par litre (gH₂SO₄.L⁻¹)) peut être notée à titre indicatif ou sur demande du client.
- Le nom et la fonction du ou des signataires.

Les résultats d'analyses sont arrondis au même rang que le dernier chiffre significatif de l'incertitude. Les estimations des incertitudes sont arrondies par excès.

La mention des incertitudes de mesure propres à chaque laboratoire dans les rapports d'analyse n'est pas exigée systématiquement. Elle est fonction à la fois des exigences exprimées par le client et de celles contenues dans la référence de la méthode (cf. § 9.2.2.2 du document Cofrac LAB REF 02).

6.10.2. Transmission électronique des rapports sur les résultats

En cas de transmission électronique des rapports sur les résultats, le laboratoire doit satisfaire aux exigences de la norme NF EN ISO/CEI 17025. En dehors du recours à la « signature électronique présumée fiable », l'utilisation de moyens de transmission électronique fait préalablement l'objet d'un accord formel entre le laboratoire et ses clients. En cas d'archivage uniquement électronique, le laboratoire est en mesure de reproduire fidèlement le rapport transmis par voie électronique durant l'ensemble de la durée d'archivage définie. Des éléments nécessaires à la bonne mise en place de la transmission électronique sont décrits au § 9.6 du document Cofrac LAB REF 02 et dans le document Cofrac LAB GTA 09 [23].

6.10.3. Divers

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.

7. PORTEES D'ACCREDITATION

7.1. Généralités

Pour présenter leurs demandes d'accréditation au Cofrac, les laboratoires retournent complété, selon les informations décrites au § 7, le « tableau descriptif de la portée d'accréditation souhaitée » situé en annexe 2 au présent document.

L'expression de la compétence des laboratoires est décrite dans la portée d'accréditation de chaque laboratoire (l'annexe technique à l'attestation d'accréditation ou l'annexe 1 à la convention d'accréditation). La portée est constituée de lignes de portée d'accréditation.

7.2. Eléments constitutifs de la portée d'accréditation

Chaque ligne de portée est constituée au minimum de 4 champs clés auxquels peuvent être ajoutés des champs optionnels.

7.2.1. Champ clé « Objet » soumis à analyse (matrice)

Il y est indiqué la nature de l'échantillon dont on cherche à déterminer une caractéristique : vins, moûts, moûts concentrés, etc.

7.2.2. Champ clé « Caractéristique mesurée ou recherchée »

Il y est indiqué la nature de l'analyse (le paramètre à déterminer). Il s'agit de définir le résultat attendu, qui peut être non mesurable (qualitatif) ou mesurable (quantitatif).

- Exemples : Recherche du diglucoside du malvidol, teneur en sucres réducteurs...

7.2.3. Champ clé « Principe de la méthode »

Le principe de la méthode d'analyse utilisée pour déterminer la caractéristique est mentionné dans cette colonne.

- Exemples : Réfractométrie, densimétrie électronique par résonateur de flexion...

Le principe de la méthode de préparation de l'échantillon (phase pré-analytique), le cas échéant, est mentionné.

- Exemples : Distillation, extraction SPME...

Les méthodes peuvent être de type quantitatif, les plus représentées dans le secteur du vin, ou de type qualitatif.

7.2.4. Champ clé « Référence de la méthode »

Dans cette colonne, il est indiqué, pour la préparation (le cas échéant) et pour l'analyse, la référence de la méthode employée, qu'elle soit normalisée (Recueil O.I.V, Règlement C.E.E n°2676/90) ou non (méthode interne, adaptation d'une méthode normalisée, etc.).

7.2.5. Champ optionnel « N° »

Il correspond à un code ou à un identifiant alphanumérique (numéro d'ordre croissant qui est spécifique à chaque laboratoire) attribué par le Cofrac.

7.2.6. Champ optionnel « Domaine d'application »

Ce champ se rapporte à l'objet soumis à analyse. Il y est noté la gamme dans laquelle la méthode validée est applicable par le laboratoire (vins tranquilles, vins effervescents, V.D.N, vins avec moins de X g/l de glucose, fructose... et toute information pertinente).

7.2.7. Champ optionnel « Etendue de mesure »

Ce champ se rapporte à la caractéristique mesurée. Il y est noté la valeur basse et la valeur haute du paramètre, avec l'unité de mesure correspondante, au-delà de laquelle la méthode n'a pas été reconnue comme valide.

7.2.8. Champ optionnel « Principaux moyens utilisés »

Il décrit les équipements, utilisés pour la préparation (le cas échéant) et pour l'analyse, sur lesquels repose le « principe de la méthode ».

7.2.9. Champ optionnel « Commentaires »

Cette colonne précise les indications des autres colonnes en cas de possible ambiguïté.

Le laboratoire peut y mentionner toute autre information pertinente telle que : conditions d'analyses, limitations (LD, LQ, etc.), incertitudes, paramètres critiques, participation à des comparaisons interlaboratoires, moyens utilisés pour valider la méthode, etc.

7.3. Expression et évaluation des portées d'accréditation

Les laboratoires ont le choix des lignes de portée qu'ils présentent à l'accréditation mais aussi du type de flexibilité de chacune de ces lignes, qui peut être différent d'une ligne à l'autre.

Il n'est pas utile de présenter à l'accréditation une méthode nommément référencée si elle est déjà incluse dans une ligne de portée de flexibilité plus avancée.

La portée d'accréditation doit correspondre à une réalité « terrain » et à un besoin des laboratoires pour répondre aux demandes de leurs clients. Un niveau de flexibilité plus avancé qu'un autre n'implique pas de différence sur la qualité des résultats.

Il appartient aux laboratoires d'avertir le Cofrac de toute modification de leur portée d'accréditation et/ou des analyses pour lesquelles ils sont accrédités (changement d'équipement, de la référence de la méthode...), en renvoyant, si utile, le tableau en annexe 2 modifié en conséquence, de préférence sous forme de fichier électronique par courriel à l'attention du responsable d'accréditation en charge de leur dossier.

Les règles générales pour l'expression et l'évaluation des portées d'accréditation sont développées dans le document Cofrac LAB REF 08 [20].

7.3.1. Exemples de flexibilité de type A1 dans le secteur du vin

Alimentation / Boissons / Analyses physico-chimiques			
Objet	Caractéristique mesurée ou recherchée	Principe de la méthode	Référence de la méthode
Moûts concentrés et moûts concentrés rectifiés	Sucres	Réfractométrie	Règlement C.E.E 2676/1990
Vins et moûts	Glucose, fructose	Méthode automatisée enzymatique et spectrophotométrique UV-visible	Méthode interne référencée METREF1 Version 01

Alimentation / Boissons / Analyses physico-chimiques					
Objet	Domaine d'application	Caractéristique mesurée ou recherchée	Etendue de mesure	Principe de la méthode	Référence de la méthode
Vins	Vins < 15 g.L ⁻¹ de glucose, fructose	Titre alcoométrique volumique	De 11,80 à 15,20 % vol.	I.R.T.F	Méthode interne référencée METREF2 Version 03

Commentaires :

Le laboratoire est accrédité pour pratiquer les analyses décrites en respectant strictement la méthode mentionnée en référence dans la portée. En cas d'écart par rapport à cette référence, le résultat d'analyse ne peut être couvert par l'accréditation.

Les résultats d'analyses peuvent être couverts par l'accréditation si un changement d'équipement de mesure est intervenu entre deux évaluations Cofrac mais que la méthode est conservée sans variante importante (par exemple longueur d'onde et réactif inchangés). Il appartient au laboratoire d'établir sa capacité à maîtriser et mettre en pratique un nouvel équipement dont il se sera assuré de la validation.

La mise en œuvre du nouvel équipement ne doit pas mobiliser des compétences qui n'auraient pas fait l'objet d'une reconnaissance préalable dans le cadre de l'accréditation.

7.3.2. Exemple de flexibilité de type A2 dans le secteur du vin

Alimentation / Boissons / Analyses physico-chimiques			
Objet	Caractéristique mesurée ou recherchée	Principe de la méthode	Référence de la méthode
Vins et 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

Commentaires :

Le laboratoire est accrédité pour pratiquer les analyses en suivant la méthode normalisée citée, dans sa version en vigueur au moment de l'évaluation initiale et dans ses versions ultérieures.

Il lui appartient d'établir sa capacité à maîtriser et mettre en pratique la méthode révisée.

La mise en œuvre de la méthode normalisée révisée ne doit pas mobiliser des compétences qui n'auraient pas fait l'objet d'une reconnaissance préalable dans le cadre de l'accréditation.

7.3.3. Exemple de flexibilité de type A3 dans le secteur du vin

Portée générale*

Alimentation / Boissons / Analyses physico-chimiques		
Objet	Caractéristique mesurée ou recherchée	Principe de la méthode
Vins	Eléments minéraux	Spectrométrie d'absorption atomique sans minéralisation préalable

**Le laboratoire a la possibilité de mettre en œuvre toute méthode normalisée dans ce domaine de compétence.*

Portée détaillée au 01/01/2007**

Objet	Caractéristique mesurée ou recherchée	Référence de la méthode
Vins	Sodium	Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts de l'O.I.V
Vins	Potassium	Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts de l'O.I.V

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

Commentaires :

Le laboratoire est accrédité pour pratiquer les analyses dans le domaine décrit dans la portée générale en utilisant toute méthode normalisée disponible que les compétences reconnues au moment de l'accréditation lui permettent de mettre en œuvre.

Il lui appartient d'établir sa capacité à maîtriser et mettre en pratique la méthode retenue.

Le laboratoire doit documenter et tenir à disposition permanente du Cofrac la liste détaillée des analyses et, en particulier des méthodes, qu'il propose dans le cadre de son accréditation.

L'adéquation entre les méthodes pratiquées et les compétences déjà reconnues au laboratoire fait l'objet d'un examen lors des évaluations par le Cofrac.

7.3.4. Exemple de flexibilité de type B dans le secteur du vin

Portée générale*

Alimentation / Boissons / Analyses physico-chimiques		
Objet	Caractéristique mesurée ou recherchée	Principe de la méthode
Vins	Eléments minéraux	Spectrométrie d'absorption atomique sans minéralisation préalable

**Le laboratoire est reconnu compétent pour adapter et mettre en oeuvre dans le domaine couvert par la portée générale toute méthode normalisée, et pour développer toute autre méthode dont il aura assuré la validation.*

Portée détaillée au 01/01/2007**

Objet	Caractéristique mesurée ou recherchée	Référence de la méthode
Vins	Sodium	Méthode interne référencée METLAB1
Vins	Potassium	Méthode interne référencée METLAB2

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

Commentaires :

Le laboratoire est accrédité pour pratiquer les analyses dans le domaine décrit dans la portée générale. Il peut, dans ce domaine, adapter et mettre en oeuvre toute méthode normalisée, et développer toute autre méthode que les compétences reconnues au moment de l'accréditation lui permettent de mettre en oeuvre.

Il lui appartient d'assurer la validation des méthodes qu'il propose.

Il doit établir et maintenir la compétence du personnel nécessaire à leur mise en oeuvre.

Le laboratoire doit documenter et tenir à disposition permanente du Cofrac la liste détaillée des analyses et, en particulier, des méthodes qui entrent dans le cadre de son accréditation.

L'adéquation entre les méthodes pratiquées et les compétences du laboratoire fait l'objet d'un examen lors des évaluations par le Cofrac. Cet examen porte notamment sur le développement, l'adaptation et la validation des méthodes.

8. MODALITES D'EVALUATION ET DE SUIVI DE L'ACCREDITATION

L'évaluation est menée suivant les modalités décrites dans le règlement d'accréditation LAB REF 05 [19].

Les activités « prélèvement » – « échantillonnage » – « conservation des échantillons témoins » ne sont pas évaluées par le Cofrac.

Le laboratoire doit être en situation de manipuler au moment de l'évaluation.

Il incombe au laboratoire de notifier au Cofrac toute modification significative apportée à la structure, à l'organisation ou aux moyens ayant fait l'objet de l'accréditation et en particulier susceptible de justifier une suspension d'accréditation pour l'une des lignes de portée de son annexe technique.

ANNEXE 1 : LISTE DES DOCUMENTS DE REFERENCE, DES ABREVIATIONS ET SITES INTERNET UTILES

Références réglementaires

- 1) **Arrêté du 06 novembre 1995** fixant les conditions d'agrément des laboratoires pour procéder aux analyses des vins de pays et des vins à appellation d'origine et aux analyses des vins relatives aux interventions communautaires (J.O n°282 du 5 décembre 1995).
- 2) **Règlement CEE n°2676/90** de la Commission, du 17 septembre 1990, déterminant des méthodes d'analyse communautaires applicables dans le secteur du vin, modifié.
- 3) **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, modifié.
- 4) **Règlement (CE) n°479/2008** du Conseil du 29 avril 2008 portant organisation commune du marché vitivinicole.

Références normatives générales

- 5) **FD V03-115** : « Analyses des produits agricoles et alimentaires – Guide pour l'utilisation des matériaux de référence » - Afnor.
- 6) **FD V03-116** : « Analyses des produits agricoles et alimentaires – Guide d'application des données métrologiques » - Afnor.
- 7) **FD X07-021** : « Normes fondamentales – Métrologie et applications de la statistique – Aide à la démarche pour l'estimation et l'utilisation de l'incertitude des mesures et des résultats d'essai » - Afnor.
- 8) **Guide EURACHEM/CITAC** : « Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement » (www.vtt.fi/ket/eurachem).
- 9) **ISO 5725** : « Application de la statistique - Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure » (6 parties).
- 10) « **Métrologie dans l'entreprise - Outil de la qualité** » (AFNOR / ISBN:2-12-460721-9).
- 11) **NF EN ISO/CEI 17025** : « Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais ».
- 12) **NF T01-036** : « Spectrométrie d'absorption moléculaire – Méthode d'évaluation des appareils ».
- 13) **NF V03-110** : « Analyse des produits agricoles et alimentaires - Procédure de validation intralaboratoire d'une méthode alternative par rapport à une méthode de référence - Cas de méthodes d'analyse quantitatives ».
- 14) **NF X 06-031 (Décembre 1995)** : « Application de la statistique – Cartes de contrôle ».
- 15) **O.I.V**, Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts.
- 16) **Pharmacopée Européenne** : « Spectrométrie d'absorption dans l'ultraviolet et le visible ».
- 17) **Recueil « Sciences & Techniques du Vin »**.

Références documentaires principales Cofrac – EA

- 18) **Document Cofrac LAB REF 02** « Exigences pour l'accréditation des laboratoires selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 ».
- 19) **Document Cofrac LAB REF 05** « Règlement d'accréditation ».
- 20) **Document Cofrac LAB REF 08** « Expression et évaluation des portées d'accréditation ».
- 21) **Document Cofrac LAB REF 78** « Exigences spécifiques en analyses dans le secteur du vin ».
- 22) **Document Cofrac LAB GTA 04** « Guide de validation des méthodes en Biologie Médicale ».
- 23) **Document Cofrac LAB GTA 06** « Les contrôles de la qualité analytique en Biologie Médicale ».
- 24) **Document Cofrac LAB GTA 09** « Transmission électronique des rapports sur les résultats ».
- 25) **Document Cofrac LAB GTA 14** « Guide d'évaluation des incertitudes de mesures des analyses de biologie médicale ».
- 26) **Document EA-4/16** : « Guidelines on the Expression of Uncertainty in Quantitative Testing » (www.european-accreditation.org)

Sigles et sites Internet utiles

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

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

CTA AA, Commission Technique d'Accréditation Agro – Alimentaire

CIERA, Commission Interne d'Examen des Rapports pour l'Accréditation

D.G.C.C.R.F., Direction Générale de la Concurrence, de la Consommation et de la Répression des Fraudes, www.finances.gouv.fr/DGCCRF/

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

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

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

Viniflor, Office National Interprofessionnel des fruits, des légumes, des vins et de l'horticulture, www.viniflor.fr

ANNEXE 2 – TABLEAU DESCRIPTIF DE LA PORTEE D'ACCREDITATION SOUHAITEE

Nom du laboratoire : _____

Accréditation n° _____

Date __ / __ / ____ – Version n° __

Alimentation / Boissons / Analyses physico-chimiques								
N°	Objet	Domaine d'application	Caractéristique mesurée ou recherchée	Etendue de mesure	Principe de la méthode	Principaux moyens utilisés	Référence de la méthode	Commentaires

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI