



Reçu le 19/02/2010

Internationale Organisation für Rebe und Wein
International Organisation of Vine and Wine
Organización Internacional de la Viña y el Vino
Organisation Internationale de la Vigne et du Vin
Organizzazione Internazionale della Vigna e del Vino

**CII-SCMA 2010-03 33
(FV 1335)**

Point 33 de l'ordre du jour
Item 33 of the agenda
Item 33 del orden del día
Punkt 33 der Tagesordnung
Punto 33 dell'ordine del giorno

COMMISSION II	Sous-commission des méthodes d'analyse	16-17-18 mars 2010
COMMISSION II	Sub-commission of methods of analysis	16-17-18 March 2010
COMMISSION II	Subcomisión de métodos de análisis	16-17-18 de marzo de 2010
KOMMISSION II	Unterausschuss für Analysemethoden	16-17-18. März 2010
COMMISSIONE II	Sottocommissione dei metodi di analisi	16-17-18 marzo 2010

Guide pour l'échantillonnage des vins et des moûts destinés à l'analyse¹

RECOMMANDATION / RECOMENDACIÓN / EMPFEHLUNG / RACCOMANDAZIONE:

Il est recommandé que le Groupe d'Experts examine le document ci-après.
It is recommended that the experts Group examine the document included
Se recomienda que el grupo de expertos examine el presente documento
Der Expertengruppe wird empfohlen, nachfolgendes Dokument zu überprüfen.
Si raccomanda al gruppo di esperti di esaminare il documento qui di seguito.

¹ Ce document est un document de travail qui n'engage que ses auteurs et ne peut pas être interprété comme une position
This document is a working paper which only engages its authors and cannot be interpreted as OIV's official position

GUIDE POUR L'ÉCHANTILLONNAGE DES VINS ET DES MOUTS DESTINÉS À L'ANALYSE

Matthieu Dubernet*, Marc Dubernet*, Tatiana Paricaud*, Daniel Péraldi**, Jean-Michel Riboulet*** et Eric Pilatte****

Chambre Nationale des Œnologues Experts près les Cours d'Appel

* Laboratoires DUBERNET – 9, quai d'Alsace – 11100 NARBONNE (France)

** Laboratoire PERALDI – La Galante RN7 – 13590 LE CANET DE MEYREUIL (France)

*** Laboratoire CEVAQOE – 12, rue Clément Ader – 31170 TOURNEFEUILLE

**** PILATTE-CONSEILS - 14, Le Parc aux Chênes – 71640 DRACY LE FORT

Sommaire

1	Domaine d'application.....	3
2	Références normatives.....	3
3	Définitions des principaux termes utilisés dans le guide	3
4	Symboles et abréviations.....	6
5	Mise en œuvre d'une procédure d'échantillonnage	7
5.1	Identification de la livraison et spécification du ou des lots à échantillonner.....	7
5.2	Spécification de la nature du caractère du lot à étudier.....	7
5.3	Étude de la distribution visible ou prévisible du caractère sur le ou les lots considérés.....	7
5.4	Établissement du plan d'échantillonnage.....	8
6	Plans simplifiés d'échantillonnage statistique à l'usage œnologique.....	8
6.1	Principes généraux.....	8
6.2	Définitions communes aux différents plans d'échantillonnage.....	9
6.2.1	Niveau de Qualité Acceptable (NQA).....	9
6.2.2	Niveaux de contrôle.....	10
6.2.3	Prélèvement des échantillons.....	10
6.3	Contrôles du pourcentage de défectueux aux attributs.....	10
6.3.1	Fixer le Niveau de Qualité Acceptable (NQA).....	11
6.3.2	Constitution et présentation des lots.....	11
6.3.3	Choix du niveau de contrôle.....	11
6.3.4	Effectif de l'échantillon.....	11
6.3.5	Critères d'acceptation et de rejet.....	12
6.3.6	Prélèvement des échantillons.....	16
6.3.7	Détermination de l'acceptabilité du lot.....	16
6.4	Contrôles du pourcentage de défectueux aux mesures.....	16
6.4.1	Méthodologie.....	16
6.4.2	Type de méthode s ou σ et choix du niveau de contrôle.....	17
6.4.3	Choix du NQA.....	17
6.4.4	Détermination de la taille de l'échantillon n	17
6.4.5	Détermination de la constante d'acceptation k	18

6.4.6	Prélèvement de l'échantillon.....	25
6.4.7	Mesure du caractère	25
6.4.8	Calcul de la moyenne.....	25
6.4.9	Règles de décision.....	25
6.5	Contrôle de la moyenne d'un caractère	26
6.5.1	Méthodologie	26
6.5.2	Choix du niveau de confiance α	27
6.5.3	Détermination de la taille de l'échantillon n	27
6.5.4	Prélèvement de l'échantillon.....	28
6.5.5	Calcul de la moyenne de l'échantillon	29
6.5.6	Critères d'acceptation et règles de décision	29
6.6	L'erreur d'échantillonnage.....	31
7	Techniques appliquées de prélèvement des vins et des moûts	31
7.1	Vins conditionnés.....	31
7.2	Vins et moûts en vrac.....	31
7.2.1	Points critiques.....	31
7.2.2	Moyens techniques de prélèvement des vins et des moûts en vrac	34
7.2.3	Stabilisation des échantillons	34
7.2.4	Conservation des échantillons.....	35
7.3	Identification des échantillons	35
8	Exemples d'échantillonnage	35
8.1	Échantillonnage d'un vin en cuve.....	35
8.1.1	Mesure d'un paramètre chimique sur un vin en cuve : cas du Titre Alcoométrique Volumique (TAV).....	35
8.1.2	Mesure du dioxyde de soufre sur un vin en cuve	36
8.1.3	Mesure microbiologique sur un vin en cuve : cas d'une recherche de levures Brettanomyces.....	37
8.2	Échantillonnage d'un vin en barriques	37
8.2.1	Mesure du TAV sur un vin en barrique.....	37
8.2.2	Mesure du dioxyde de soufre dans un vin en barrique.....	38
8.3	Échantillonnage de vin conditionné en bouteilles.....	39
8.3.1	Recherche de la conformité à des critères analytiques issus de cahier des charges ..	39
8.3.2	Recherche d'un défaut aléatoire : contamination par le Trichloroanisole (TCA) cédé par des bouchons de liège contaminés.....	39

1 Domaine d'application

Le présent guide propose une méthodologie permettant de raisonner et de maîtriser l'échantillonnage des vins ou des moûts destinés à l'analyse organoleptique, physique, microbiologique ou chimique. Celui-ci peut intervenir tout au long de la vie du vin depuis la vinification jusqu'au consommateur aux fins d'assurer tous les contrôles nécessaires pour les besoins technologiques, réglementaires, commerciaux ou de sécurité alimentaire. Il comprend les étapes suivantes :

- l'identification précise du ou des objet(s) à échantillonner ;
- définition des besoins induits par le contrôle à effectuer, en fonction des exigences spécifiées (quantité de l'échantillonnage, précautions à prendre pour éviter toute modification du ou des élément(s) à contrôler) ;
- choix d'un plan d'échantillonnage avec utilisation éventuelle d'outils statistiques ;
- choix de la technique de prélèvement à appliquer et prise en compte des points critiques associés.

2 Références normatives

CAC/GL 50-2004 : Directives générales sur l'échantillonnage (Codex Alimentarius)

ISO 2859-1 : 1999 : Règles d'échantillonnage pour les contrôles par attribut

ISO 3951 : 2005 : Sampling procedures for inspection by variables

ISO 3170 : 2004 : Produits pétroliers liquides – Echantillonnage manuel

3 Définitions des principaux termes utilisés dans le guide

Caractère

Propriété qui aide à identifier, ou à faire la différence entre, les individus d'un lot donné. La différenciation peut être soit quantitative (par mesures), soit qualitative (par attributs).

Conformité et non conformité

Respectivement satisfaction et non-satisfaction aux exigences spécifiées.

Contrôle

Actions telles que mesurer, examiner, essayer, passer au calibre une ou plusieurs caractéristiques d'un produit et comparer les résultats obtenus aux exigences spécifiques afin de déterminer si la conformité de chacune des caractéristiques est atteinte.

Contrôle par attributs

Contrôle par lequel un individu est simplement classé conforme ou non conforme par rapport à une exigence ou un ensemble d'exigences spécifiées.

Contrôle par pourcentage de défectueux aux mesures

Un plan d'échantillonnage de pourcentage de défectueux aux mesures est une méthode d'estimation de la qualité d'un lot qui consiste à mesurer dans chaque prélèvement élémentaire, la valeur d'une grandeur caractérisant la marchandise contrôlée.

Contrôle d'une valeur moyenne

Contrôle permettant de s'assurer que la teneur moyenne de la caractéristique contrôlée d'un lot est au moins égale à une teneur déterminée (Exemple : réglementation, étiquetage, etc.).

Creux

Volume laissé libre au-dessus de la surface du liquide dans un récipient d'échantillon de volume fixe.

Echantillon

Ensemble d'un ou plusieurs individus prélevé(s) dans un lot et destiné(s) à fournir des informations sur ce lot.

Échantillon représentatif

Un échantillon est représentatif si ses caractéristiques physiques et chimiques sont identiques aux caractéristiques moyennes du volume total échantillonné.

Échantillon ponctuel

Echantillon prélevé en un point déterminé d'un récipient ou dans un liquide en écoulement dans une canalisation, à un moment déterminé.

Échantillon composite

Echantillon composé par l'association de plusieurs échantillons ponctuels dans des proportions définies pour aboutir à un échantillon représentatif de l'ensemble du produit.

Échantillon bas

Échantillon ponctuel prélevé à un niveau situé aux 5/6 environ de la profondeur du liquide à partir de la surface.

Échantillon de fond

Échantillon ponctuel prélevé dans le produit au fond du récipient ou près du fond du récipient.

Échantillon de surface

Échantillon ponctuel prélevé à la surface du liquide.

Échantillon de milieu ou moyen

Échantillon ponctuel prélevé au milieu de la profondeur du liquide.

Échantillon haut

Échantillon ponctuel prélevé à un niveau environ situé à un sixième de la profondeur du liquide à partir de la surface.

Échantillon tous niveaux

Échantillon prélevé au moyen d'un appareil qui se remplit, dans un sens seulement en traversant verticalement la totalité du liquide.

Échantillon de zone

Échantillon correspondant à la colonne de liquide emprisonnée sur la hauteur totale de l'échantillonneur au moment où il est refermé à un emplacement précis dans un récipient, après avoir été totalement traversé par le liquide lors de sa descente à cette position.

Échantillon de robinet/vanne

Échantillon ponctuel prélevé à partir d'un robinet situé sur le côté du récipient.

Échantillonnage dynamique

Échantillonnage d'un liquide pendant un transfert/passage dans une conduite ou canalisation.

Echantillonnage simple aléatoire

Un échantillonnage simple aléatoire est la constitution d'un échantillon obtenu par une méthode qui assure à chaque échantillon possible la même probabilité d'être sélectionné.

Échantillonnage statique

Échantillonnage d'un liquide pendant son stockage dans un récipient donné.

Échantillonnage stratifié

L'échantillonnage stratifié consiste à prendre un échantillon aléatoire simple dans chaque strate définie d'un lot.

Effectif du lot

Nombre d'individus dans un lot.

Effectif d'échantillon

Nombre d'individus constituant un échantillon.

Homogénéité d'un lot

Un lot est homogène par rapport à un caractère donné si le caractère est statistiquement réparti dans tout le lot, selon une loi de probabilité donnée (loi uniforme, loi normale, etc.).

NOTE : Un lot homogène pour une caractéristique donnée ne signifie pas que celle-ci a la même valeur dans tout le lot (sauf dans le cas d'une répartition selon la loi uniforme).

Hétérogénéité d'un lot

Un lot de moût ou de vin est hétérogène par rapport à un caractère donné si la répartition du caractère ne suit aucune loi statistique.

Individu

Ce qui peut être décrit et considéré individuellement (Exemple: une cuve, une bouteille, un fût, etc.).

Intégrité de l'échantillon

Etat d'un échantillon complet et non altéré, c'est à dire conservant les mêmes caractéristiques qu'au moment de son prélèvement.

Lot

Quantité définie d'un produit déterminé fabriqué ou produit dans des conditions présumées uniformes.

Livraison

Quantité de marchandises identifiée à un moment déterminé. Elle peut représenter soit une partie d'un lot, soit un ensemble de plusieurs lots, mais, dans le cas d'un contrôle statistique, pour l'interprétation des résultats, cette livraison doit être considérée comme un nouveau lot.

- Si la livraison est une partie de lot, pour le contrôle, chaque partie est considérée comme un lot ;
- Si la livraison est le regroupement de plusieurs lots, avant toute inspection, il faut s'assurer du caractère homogène de ce regroupement. Si ce n'était pas le cas, un échantillonnage stratifié pourrait être utilisé.

Manutention de l'échantillon

Toute opération de conditionnement, de transvasement, de division et de transport de l'échantillon.

Niveau de contrôle

Il existe trois niveaux de contrôle plus ou moins poussés : le contrôle normal, le contrôle réduit et le contrôle renforcé. Il convient de choisir le niveau de contrôle en fonction de l'erreur d'échantillonnage acceptable et des contingences techniques et économiques.

Niveau de qualité acceptable (NQA)

Le niveau de qualité acceptable (NQA) est un critère d'indexation appliqué à une série continue de lots qui correspond à un taux maximum de défectueux admissibles dans des lots (ou le nombre maximal de défauts pour 100 individus).

Les utilisateurs du plan d'échantillonnage doivent se mettre d'accord dès le départ sur le choix du NQA du plan à retenir pour le contrôle de la qualité des lots.

Plan d'échantillonnage

Marche à suivre planifiée pour choisir, prélever, séparer des échantillons à partir d'un lot, en vue d'obtenir l'information recherchée, afin qu'une décision sur le lot puisse être prise.

Plus précisément, le plan d'échantillonnage définit le nombre d'individus dans l'échantillon et la règle de décision pour évaluer la conformité ou non du lot à la spécification.

Prélèvement direct et indirect

Le prélèvement direct est effectué dans le récipient final sans transvasement. Le prélèvement indirect est constitué par un ou plusieurs transvasements entre le lot et le récipient final de l'échantillon, via des appareils d'échantillonnage.

Procédure de prélèvement

Définition des moyens à mettre en œuvre pour réaliser un échantillonnage permettant de répondre aux exigences spécifiées en fonction de la nature des objets à échantillonner.

Qualité

Aptitude d'un ensemble de caractéristiques intrinsèques à satisfaire des exigences.

Récipient d'échantillon

Contenant de l'échantillon.

Récipient de prélèvement

Contenant utilisé pour récolter un prélèvement.

Strate

Lorsqu'une livraison ou un lot est considéré comme non homogène, on le divise en sous-groupes homogènes d'effectif connu appelés strates dont les caractéristiques sont différentes.

Uniformité

Un lot de moût ou de vin est uniforme par rapport à un caractère si la répartition de celui-ci est la même dans tout le lot.

4 Symboles et abréviations

α : niveau de confiance

Ac : critère d'acceptation

NQA : Niveau de qualité acceptable (en pourcentage de défectueux ou en nombre de défectueux pour 100 individus)

Re : critère de rejet

i : numéro de prélèvement

k : constante d'acceptation

L : limite inférieure d'un caractère

n : effectif d'échantillon

t_α : variable de Student à $n-1$ degrés de liberté et au niveau de confiance α

U : limite supérieure d'un caractère

U_α : variable normale centrée réduite au niveau de confiance α

Z_U : Z-score correspondant à une limite inférieure

Z_L : Z-score correspondant à une limite supérieure

σ : écart type

s : estimateur de l'écart type

x_i : mesure du caractère sur un prélèvement élémentaire

\bar{x} : moyenne des valeurs mesurées dans un échantillon

5 Mise en œuvre d'une procédure d'échantillonnage

L'échantillonnage est un outil pour la récolte d'informations sur une livraison donnée. Étant entendu qu'il est impossible de mesurer le caractère considéré sur tous les individus ou l'ensemble du volume d'une livraison, il convient donc de constituer un échantillon d'effectif ou volume plus restreint.

Le coût d'une observation ou mesure étant réel, il convient évidemment de limiter et d'optimiser la taille de l'échantillon.

Étant constitué d'un nombre limité d'individus ou d'un volume limité de la livraison initiale, l'échantillon n'apporte qu'une information partielle sur la livraison considérée. Cependant, le but de l'opérateur sera de constituer un échantillon représentatif, c'est à dire s'éloignant le moins possible des caractéristiques moyennes de la livraison.

La procédure d'échantillonnage est une approche méthodologique détaillée ici en 4 étapes que l'opérateur pourra observer pour toutes les situations d'échantillonnage, y compris les plus élémentaires en apparence.

5.1 Identification de la livraison et spécification du ou des lots à échantillonner

La quantité totale de produit ou d'individus sur lesquels l'échantillonnage doit porter s'appelle conventionnellement la livraison. La livraison peut être constituée d'un ou de plusieurs lots.

La première étape de la procédure d'échantillonnage est donc l'identification et la délimitation de la livraison, puis l'identification et la délimitation du ou des lots présents dans la livraison.

Les informations suivantes sont en particulier collectées à cette étape :

- Nature (moût, vin, etc.),
- Situation technologique (par exemple : « en fermentation », « prêt au conditionnement », « conditionné », etc.),
- Dénomination (Numéro de lot, Appellation d'Origine, Nom du Domaine, Nom du producteur, Nom du conditionneur pour les produits conditionnés, etc.),
- Nature, nombre et éventuelle dénomination des récipients dans lequel le ou les lots sont contenus,
- Quantités en présence : livraison - lots.

5.2 Spécification de la nature du caractère du lot à étudier

Le caractère est une propriété qui aide à identifier, ou à faire la différence entre les individus d'un lot donné. La différenciation peut être soit quantitative (par mesure) soit qualitative (par attribut).

Exemples :

- Défaut du produit (Couleur, étiquetage, matières étrangères, anomalie organoleptique, etc.)
- Caractères liés à la composition. Ils peuvent être normalement répartis (titre alcoométrique volumique par exemple) ou répartis de manière anormale.
- Propriétés liées à l'état sanitaire (évolution microbiologique, contamination chimique sporadique, etc.)

Le caractère recherché doit être spécifié avant tout prélèvement. Il convient de déterminer les conséquences que sa nature peut entraîner sur les décisions à prendre en terme de plan d'échantillonnage et de choix des techniques de prélèvement.

5.3 Étude de la distribution visible ou prévisible du caractère sur le ou les lots considérés

L'opérateur, avant de procéder au prélèvement, devra autant que possible définir le type de distribution du caractère recherché, au sein du ou des lots envisagés constituant la livraison.

Les lots envisagés seront confirmés en tant que lot à partir du moment où il aura pu être établi leur homogénéité pour le caractère étudié. Un lot est homogène pour un caractère donné, quand ce caractère se distribue dans le lot selon une loi de probabilité donnée :

- Distribution uniforme
- Distribution normale
- Événements rares (loi de Poisson)
- Etc.

Si l'homogénéité n'est pas établie, l'opérateur devra diviser le lot en sous-groupes et procéder alors à un échantillonnage dit stratifié, chacun des sous-groupes présentant une distribution homogène du caractère.

En dernier recours, s'il n'est pas possible d'établir la répartition du caractère, un échantillonnage aléatoire, réparti sur l'ensemble du lot doit être mis en œuvre. En fonction des observations réalisées, il pourra être alors possible de discerner les lots homogènes pour le ou les caractères recherchés.

Dans tous les cas, l'échantillonnage statistique ne peut être mis en œuvre que sur un lot homogène pour le caractère considéré.

5.4 Établissement du plan d'échantillonnage

Le plan d'échantillonnage est la marche à suivre, planifiée, pour choisir, prélever, et constituer des échantillons à partir d'un lot, en vue d'obtenir l'information sur le ou les caractères recherchés, et de façon à pouvoir prendre une décision sur ce lot (ex : conforme / non conforme). Le plan d'échantillonnage permet de définir le nombre d'individus dans l'échantillon et la règle de décision pour évaluer la conformité du lot à la spécification.

Le plan d'échantillonnage peut être soit :

- Statistique aléatoire, s'il est établi que la répartition du caractère est homogène sur le lot ;
- Statistique stratifié, s'il est établi que le lot est hétérogène, mais présente des sous-unités homogènes pour le caractère étudié ;
- Ciblé, s'il est établi que le caractère est hétérogène. Alors le plan d'échantillonnage se concentre dans une partie du lot. Le plan d'échantillonnage revêt dans ce cas un caractère pragmatique et empirique ;
- Aléatoire, empirique, réparti sur l'ensemble du lot, si le type de distribution du caractère n'a pas pu être établi avec suffisamment de certitude.

6 Plans simplifiés d'échantillonnage statistique à l'usage œnologique

6.1 Principes généraux

Les plans d'échantillonnage sont des outils statistiques permettant de dimensionner la taille d'un échantillon et d'établir les conditions d'acceptabilité ou de rejet d'un lot à partir des observations réalisées sur l'échantillon. Il a donc pour objectif de permettre d'établir une décision de conformité pour un lot, dans des conditions de maîtrise des coûts, et de contrôle du risque d'erreur.

Le plan d'échantillonnage implique donc en amont la définition de critères de conformité précis, ainsi que la définition d'un niveau de qualité acceptable, qui correspond à un taux maximum d'individus non conformes dans le lot, pour que le lot soit admis (voir §6.2.1).

Un plan d'échantillonnage s'applique lorsqu'il est établi que le caractère à étudier se distribue selon une loi de probabilité donnée (lot homogène), en particulier :

- Loi uniforme : c'est le cas le plus simple où le caractère est identique pour tous les individus. Dans le cas d'une distribution uniforme la statistique du plan d'échantillonnage devient très simple, puisqu'il n'y a lieu de ne procéder qu'à un seul prélèvement (exemple : TAV d'un vin fini, contenu dans un récipient de taille petite à moyenne).
- Loi normale : le caractère se distribue selon une répartition gaussienne, avec une moyenne et un écart type.

- Loi de Poisson : cas des événements rares (exemple : bouteilles présentant un « goût de bouchon ») etc...
-

Si le caractère est distribué de façon hétérogène dans la livraison (il ne suit pas de loi de probabilité donnée), il convient alors, dans la mesure du possible, de scinder la livraison en lots à l'intérieur desquels le caractère sera considéré comme distribué de façon homogène. On procédera alors à un échantillonnage dit stratifié, correspondant à autant de plans d'échantillonnage simples pour chaque lot ainsi constitué.

Si les premières observations ou mesures des individus montrent que la distribution au sein d'un lot considéré comme homogène n'est pas celle qui était attendu, il convient alors de scinder le lot hétérogène en autant de sous lots qui pourront être homogènes.

Selon la nature du caractère, différents types de plans d'échantillonnage devront être distingués :

- Si le caractère considéré est une donnée qualitative, variant en 2 classes : « conforme » - « non conforme », le plan d'échantillonnage est celui d'un **contrôle « par attribut »**.
- Si le caractère considéré varie de façon continue et mesurable, et que sa distribution suit une loi normale, ou assimilée comme telle, deux types de contrôle peuvent être réalisés :
 - Contrôle du **pourcentage de défectueux « aux mesures »**,
 - Contrôle de la **moyenne**.

Dans ces deux cas, le caractère sera défini par un mesurage sur chaque individu de l'échantillon.

Ce type de contrôle « aux mesures » ne s'applique qu'aux lots pour lesquels le caractère est distribué selon une loi normale ou assimilée comme telle.

Les plans « par attributs » présentent plusieurs avantages :

- aucune condition sur la loi mathématique de la distribution du caractère ;
- simplicité de traitement des résultats obtenus sur l'échantillon.

Les plans « aux mesures » présentent d'autres avantages :

- plus grande efficacité de contrôle par rapport à un plan « par attributs » réalisé dans les mêmes conditions de prélèvement,
- moins coûteux qu'un plan « par attributs » puisque pour une efficacité égale, l'effectif de l'échantillon à prélever sera moindre.

Les avantages et inconvénients de chaque type de contrôle doivent être pris en compte dans le choix du contrôle par le responsable de l'échantillonnage.

6.2 Définitions communes aux différents plans d'échantillonnage

Les différents plans d'échantillonnage décrits dans ce guide présentent des points de méthodologie communs décrits ci-dessous.

6.2.1 Niveau de Qualité Acceptable (NQA)

Le niveau de qualité acceptable (NQA) est un critère correspondant au taux maximum d'individus défectueux admissible dans le lot. Il est exprimé en pourcentage. Le NQA doit être défini avant de procéder à un plan d'échantillonnage, car il est un paramètre nécessaire pour sa composition.

La définition du NQA peut avoir diverses origines. Généralement, il est issu :

- de données normatives ou réglementaires ;
- d'accord entre les parties ;
- d'usages professionnels ;
- etc.

Le NQA à utiliser doit être spécifié au début de la procédure d'échantillonnage.

6.2.2 Niveaux de contrôle

Il existe trois niveaux de contrôle plus ou moins poussés : le contrôle normal, le contrôle réduit et le contrôle renforcé. Plus le niveau de contrôle est poussé, plus l'erreur d'échantillonnage est faible. Il convient de choisir le niveau de contrôle en fonction de l'erreur d'échantillonnage acceptable et des contingences techniques et économiques. S'il s'avère que le niveau de contrôle initialement choisi n'est pas adapté, il conviendra alors de le renforcer ou le réduire.

Par défaut, en l'absence de prescription particulière, il est d'usage de commencer par un contrôle de niveau normal.

À chaque niveau de contrôle correspondent des données de prélèvement différentes qui sont indiquées dans des tableaux présentés dans les paragraphes suivants.

6.2.3 Prélèvement des échantillons

Classiquement, les individus choisis pour l'échantillon doivent être prélevés du lot par **échantillonnage simple aléatoire**. Cette méthode de prélèvement assure à chaque échantillon la même probabilité d'être sélectionné.

Cependant, on a souvent une connaissance *a priori* de la livraison étudiée. Ainsi, on peut déterminer, *a priori*, qu'elle est divisée en sous-groupes d'effectif connu : des strates, qui ont des caractéristiques différentes (productions différentes, variation dans les matières utilisées, etc.). Dans ce cas, il convient de contrôler séparément chaque strate et reconstituer ensuite la moyenne générale à partir des moyennes des strates. Si les strates sont homogènes et les moyennes différentes, cette méthode est plus précise que l'échantillonnage aléatoire simple. **L'échantillonnage stratifié** consiste ainsi à prendre un échantillon aléatoire simple dans chaque strate.

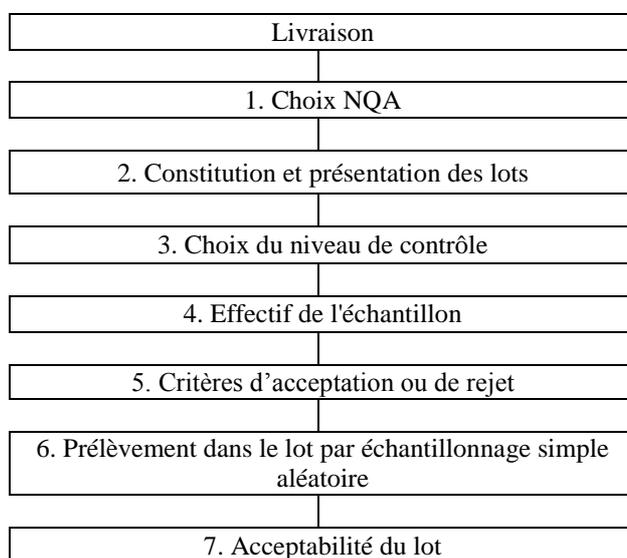
6.3 Contrôles du pourcentage de défectueux aux attributs

Un **plan d'échantillonnage « par attributs »** est une méthode d'estimation de la qualité d'un lot consistant à qualifier chaque individu de l'échantillon du caractère ou attribut « conforme » ou « défectueux », selon que la spécification est respectée ou non.

Ce caractère est dans ce cas qualitatif (*exemple: bouteilles couleuses, dépassement d'une valeur analytique limite*).

Les individus possédant l'attribut « défectueux » sont ensuite dénombrés. Si le nombre de défectueux est au plus égal au critère d'acceptation fourni par le plan d'échantillonnage, le lot est accepté. Sinon, il est rejeté.

Le schéma ci-après résume les étapes de la méthodologie pour la mise en œuvre d'une procédure d'échantillonnage à partir d'une livraison donnée jusqu'au résultat du test par attributs. Il est rappelé qu'il ne concerne que l'échantillonnage dans des lots homogènes.



6.3.1 Fixer le Niveau de Qualité Acceptable (NQA)

La première étape consiste à définir le NQA.

6.3.2 Constitution et présentation des lots

Constitution des lots

La livraison doit être segmentée en lots ou sous lots identifiables ou de toute autre manière qui pourrait être prescrite. Chaque lot doit, autant que possible, être constitué d'un seul type et d'une seule classe, taille et composition. Pour les produits conditionnés, le conditionnement devra avoir été réalisé dans les mêmes conditions et essentiellement dans la même période de temps.

Présentation des lots

La constitution des lots, leur effectif et la façon dont chaque lot doit être représenté et identifié seront spécifiés ou approuvés par le responsable de l'échantillonnage.

6.3.3 Choix du niveau de contrôle

Le niveau de contrôle est spécifié en début de procédure.

6.3.4 Effectif de l'échantillon

La détermination de l'effectif de l'échantillon se fait en deux étapes à partir de tableaux suivants.

6.3.4.1 Détermination d'un code lettre en fonction de l'effectif du lot

Le tableau 1 permet d'attribuer un code lettre en fonction de l'effectif du lot.

Effectif du lot	Lettre code
2 à 8	A
9 à 15	B
16 à 25	C
26 à 50	D
51 à 90	E
91 à 150	F
151 à 280	G
281 à 500	H
501 à 1200	J
1 201 à 3 200	K
3201 à 10 000	L
10 001 à 35 000	M
35 001 à 150 000	N
150 001 à 500 000	P
500 001 et au dessus	Q

Tableau 1 : Lettre code d'effectif d'échantillon

Exemple : Un lot de 290 individus se verra attribuer la lettre code H.

6.3.4.2 Détermination de l'effectif de l'échantillon

La détermination de l'effectif de l'échantillon est réalisée à partir des tableaux 2, 3 et 4 en fonction du niveau de contrôle choisi :

- normal (tableau 2) ;
- renforcé (tableau 3) ;
- réduit (tableau 4).

et à partir des paramètres suivants :

- NQA ;
- Lettre code d'effectif.

6.3.5 Critères d'acceptation et de rejet

Le critère d'acceptation (Ac) est le nombre maximum d'individus échantillonnés défectueux admissible pour accepter le lot. Le critère de rejet (Re) est le nombre minimum d'individus échantillonnés défectueux qui entraîne le rejet du lot. Ces valeurs sont données dans les tableaux 2,3 et 4.

Tableau 2 : Plan d'échantillonnage simple par attributs en contrôle **normal**

Lettre code échantillon	Effectif de l'échantillon	NQA : pourcentage d'individus non conformes acceptés dans un lot																	
		0,01	0,015	0,025	0,04	0,065	0,1	0,15	0,25	0,4	0,65	1	1,5	2,5	4	6,5	10	15	25
		Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re
A	2															0 1	0 1	1 2	1 2
B	3														0 1	0 1	1 2	1 2	2 3
C	5													0 1	0 1	1 2	1 2	2 3	3 4
D	8												0 1	0 1	1 2	1 2	2 3	3 4	5 6
E	13											0 1	0 1	1 2	1 2	2 3	3 4	5 6	7 8
F	20									0 1	0 1	1 2	1 2	2 3	3 4	5 6	7 8	10 11	
G	32								0 1	0 1	1 2	1 2	2 3	3 4	5 6	7 8	10 11	14 15	
H	50							0 1	0 1	1 2	1 2	2 3	3 4	5 6	7 8	10 11	14 15	21 22	
J	80							0 1	0 1	1 2	1 2	2 3	3 4	5 6	7 8	10 11	14 15	21 22	
K	125						0 1	0 1	1 2	1 2	2 3	3 4	5 6	7 8	10 11	14 15	21 22		
L	200					0 1	0 1	1 2	1 2	2 3	3 4	5 6	7 8	10 11	14 15	21 22			
M	315				0 1	0 1	1 2	1 2	2 3	3 4	5 6	7 8	10 11	14 15	21 22				
N	500			0 1	0 1	1 2	1 2	2 3	3 4	5 6	7 8	10 11	14 15	21 22					
P	800		0 1	0 1	1 2	1 2	2 3	3 4	5 6	7 8	10 11	14 15	21 22						
Q	1250	0 1	0 1	1 2	1 2	2 3	3 4	5 6	7 8	10 11	14 15	21 22							

Ac Critère d'acceptation
Re Critère de rejet



Les cases vides renvoient à la case garnie la plus proche dans la même colonne

Exemple : Pour un lot de 2000 individus, la lettre code est K, l'effectif d'échantillon 125. Pour un NQA = 1 %, le critère d'acceptation est un maximum de 3 individus défectueux et le critère de rejet est de 4 individus défectueux ou plus.

Tableau 3 : Plan d'échantillonnage simple en contrôle par attributs en contrôle **renforcé**

Lettre code échantillon	Effectif de l'échantillon	NQA pourcentage d'individus non conformes acceptés dans un lot																	
		0,01	0,015	0,025	0,04	0,065	0,1	0,15	0,25	0,4	0,65	1	1,5	2,5	4	6,5	10	15	25
		Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re
A	2																0 1	1 2	1 2
B	3															0 1	1 2	1 2	1 2
C	5														0 1	1 2	1 2	1 2	2 3
D	8													0 1	1 2	1 2	1 2	2 3	3 4
E	13												0 1	1 2	1 2	1 2	2 3	3 4	5 6
F	20											0 1	1 2	1 2	1 2	2 3	3 4	5 6	8 9
G	32										0 1	1 2	1 2	1 2	2 3	3 4	5 6	8 9	12 13
H	50								0 1	1 2	1 2	1 2	1 2	2 3	3 4	5 6	8 9	12 13	18 19
J	80							0 1	1 2	1 2	1 2	2 3	3 4	5 6	8 9	12 13	18 19		
K	125						0 1	1 2	1 2	1 2	2 3	3 4	5 6	8 9	12 13	18 19			
L	200					0 1	1 2	1 2	1 2	2 3	3 4	5 6	8 9	12 13	18 19				
M	315				0 1	1 2	1 2	1 2	2 3	3 4	5 6	8 9	12 13	18 19					
N	500			0 1	1 2	1 2	1 2	2 3	3 4	5 6	8 9	12 13	18 19						
P	800		0 1	1 2	1 2	1 2	2 3	3 4	5 6	8 9	12 13	18 19							
Q	1250	0 1	0 1	1 2	1 2	1 2	2 3	3 4	5 6	8 9	12 13	18 19							

Ac Critère d'acceptation
Re Critère de rejet

Les cases vides renvoient à la case garnie la plus proche dans la même colonne

Exemple : Pour un lot de 2000 individus, la lettre code est K, l'effectif d'échantillon 125. Pour un NQA = 1 %, le critère d'acceptation est un maximum de 2 individus défectueux et le critère de rejet est de 3 individus défectueux ou plus.

Tableau 4 : Plan d'échantillonnage simple en contrôle par attributs en contrôle **réduit**

Lettre code échantillon	Effectif de l'échantillon	NQA pourcentage d'individus non conformes acceptés dans un lot																	
		0,01	0,015	0,025	0,04	0,065	0,1	0,15	0,25	0,4	0,65	1	1,5	2,5	4	6,5	10	15	25
		Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re	Ac Re
A	2															0 1	1 2	1 2	1 2
B	2														0 1	0 1	1 2	1 2	1 2
C	2													0 1	0 1	1 2	1 2	1 2	2 3
D	3												0 1	0 1	1 2	1 2	1 2	2 3	3 4
E	5											0 1	0 1	1 2	1 2	1 2	2 3	3 4	5 6
F	8										0 1	0 1	1 2	1 2	1 2	2 3	3 4	5 6	6 7
G	13								0 1	0 1	1 2	1 2	1 2	2 3	3 4	5 6	6 7	8 9	8 9
H	20							0 1	0 1	1 2	1 2	1 2	2 3	3 4	5 6	6 7	8 9	10 11	10 11
J	32							0 1	0 1	1 2	1 2	1 2	2 3	3 4	5 6	6 7	8 9	10 11	10 11
K	50						0 1	0 1	1 2	1 2	1 2	2 3	3 4	5 6	6 7	8 9	10 11	10 11	10 11
L	80					0 1	0 1	1 2	1 2	1 2	2 3	3 4	5 6	6 7	8 9	10 11	10 11	10 11	10 11
M	125				0 1	0 1	1 2	1 2	1 2	2 3	3 4	5 6	6 7	8 9	10 11	10 11	10 11	10 11	10 11
N	200			0 1	0 1	1 2	1 2	1 2	2 3	3 4	5 6	6 7	8 9	10 11	10 11	10 11	10 11	10 11	10 11
P	315		0 1	0 1	1 2	1 2	1 2	2 3	3 4	5 6	6 7	8 9	10 11	10 11	10 11	10 11	10 11	10 11	10 11
Q	500	0 1	0 1	0 1	1 2	1 2	2 3	3 4	5 6	6 7	8 9	10 11	10 11	10 11	10 11	10 11	10 11	10 11	10 11

Ac Critère d'acceptation
Re Critère de rejet



Les cases vides renvoient à la case garnie la plus proche dans la même colonne

Exemple : Pour un lot de 2000 individus, la lettre code est K, l'effectif d'échantillon 50. Pour un NQA = 1 %, le critère d'acceptation est un maximum de 2 individus défectueux et le critère de rejet est de 3 individus défectueux ou plus.

6.3.6 Prélèvement des échantillons

Les individus pour l'échantillon doivent être prélevés du lot par **échantillonnage simple aléatoire**.

6.3.7 Détermination de l'acceptabilité du lot

Il convient de dénombrer les individus défectueux. Si le nombre d'individus non conformes trouvés dans l'échantillon est inférieur ou égal au critère d'acceptation, le lot doit être considéré comme acceptable. Inversement, si le nombre d'individus non conformes trouvés dans l'échantillon est supérieur ou égal au critère de rejet, le lot doit être considéré comme non acceptable.

6.4 Contrôles du pourcentage de défectueux aux mesures

6.4.1 Méthodologie

Le but d'un contrôle de défectueux aux mesures est de vérifier que la moyenne des valeurs d'un caractère d'un lot respecte une limite supérieure U ou une limite inférieure L , ou encore, à la fois, une limite supérieure et une limite inférieure, dans le cas où le caractère considéré doit se trouver dans un intervalle $[L;U]$.

La méthode consiste à constituer un échantillon, à mesurer le caractère considéré sur tous les prélèvements élémentaires de l'échantillon, et à comparer ensuite un Z-score à un coefficient k , appelé constante d'acceptation qui est obtenu à partir du NQA, du niveau de contrôle et de la taille de l'échantillon.

Les conditions d'application de ce type de contrôle sont les suivantes :

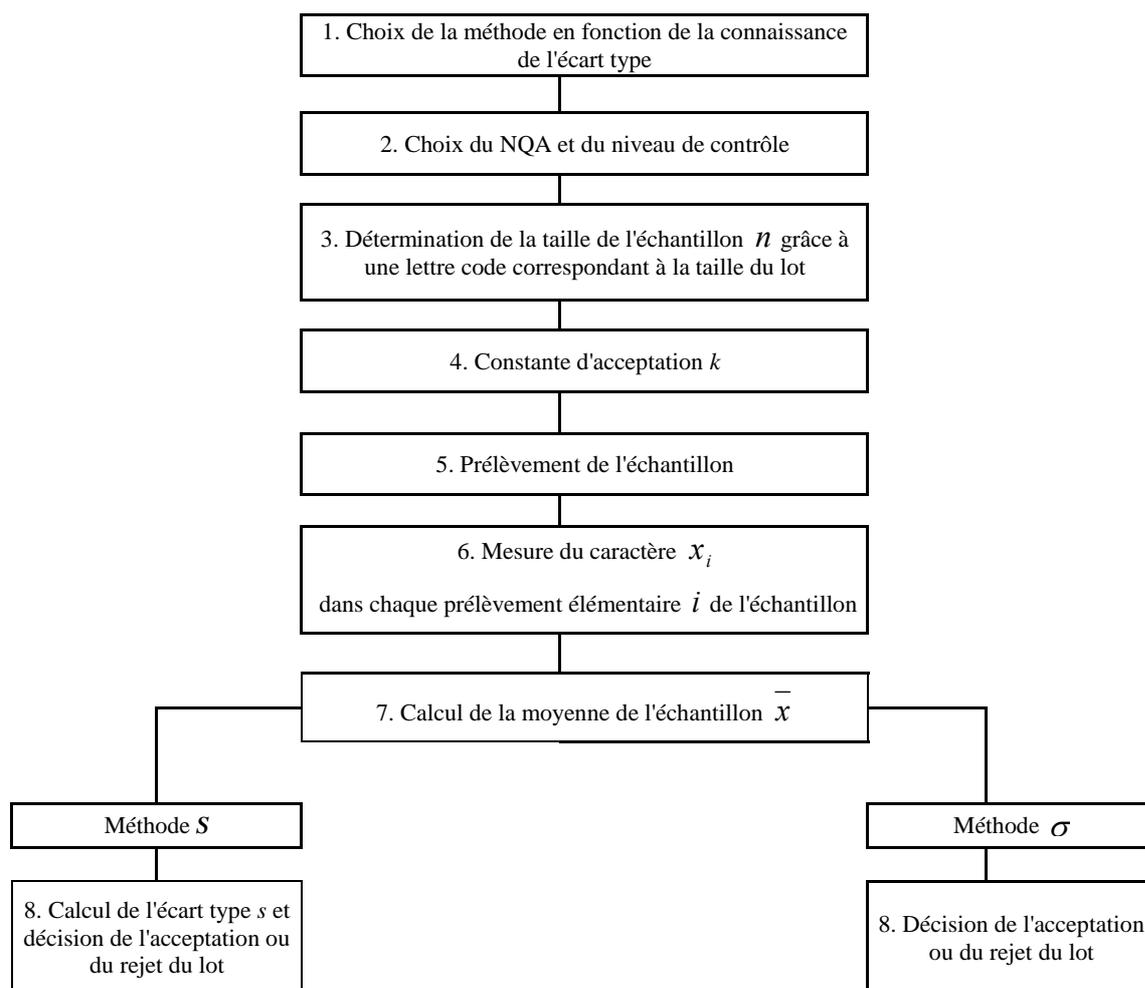
- Le caractère considéré doit être une variable continue et mesurable,
- Le lot est homogène pour le caractère recherché, ET la distribution du caractère suit une loi normale ou assimilée comme telle, qui sera caractérisée par une moyenne et un écart type.

Deux types de situations sont à distinguer, auxquels correspondent deux méthodes de contrôle :

- Soit l'écart type de la population n'est pas connu. On procèdera alors à son estimation.
- Soit l'écart type σ est connu (par exemple, dans le cas de production continue de produits conditionnés, l'historique de production permet de connaître l'écart type d'une nouvelle production).

Pour chacune des deux méthodes, des plans d'échantillonnage et des effectifs d'échantillon particuliers sont mis en œuvre. Cependant, les règles d'acceptation ou de rejet des lots sont similaires pour les deux méthodes.

Étapes à suivre : Le schéma ci-après rend compte des étapes de la méthodologie pour la mise en œuvre d'une procédure d'échantillonnage à partir d'une livraison donnée jusqu'au résultat du test.



6.4.2 Type de méthode s ou σ et choix du niveau de contrôle

Si l'écart type est inconnu, on emploiera alors la méthode dite « Méthode s ». A l'inverse, dans le cas d'un écart type connu, on emploiera la méthode dite « Méthode σ ».

Comme pour le contrôle par attributs, trois niveaux de contrôle existent : le contrôle normal, le contrôle réduit et le contrôle renforcé. Le niveau de contrôle choisi est spécifié en début de procédure.

6.4.3 Choix du NQA

Le choix du NQA est à déterminer en début de procédure. Il intervient pour définir les critères d'acceptation et de rejet du lot.

6.4.4 Détermination de la taille de l'échantillon n

Pour déterminer l'effectif de l'échantillon, la première étape consiste à déterminer une lettre code en fonction de l'effectif du lot dans le tableau 5.

Effectif du lot	Lettre code
2 à 8	B
9 à 15	B
16 à 25	C
26 à 50	D
51 à 90	E
91 à 150	F
151 à 280	G
281 à 500	H
501 à 1200	J
1 201 à 1 320	K
1 321 à 10 000	L
10 001 à 35 000	M
35 001 à 150 000	N
150 001 à 500 000	P
500 001 et plus	Q

Tableau 5: Détermination de la lettre code en fonction de l'effectif du lot

La seconde étape consiste à déterminer, en fonction de la lettre code obtenue et en fonction de la méthode employée (s ou σ), l'effectif de l'échantillon correspondant en utilisant le tableau 6.

Lettre Code	Effectif de l'échantillon Méthode S		Effectif de l'échantillon Méthode σ	
	Contrôle normal ou renforcé	Contrôle réduit	Contrôle normal ou renforcé	Contrôle réduit
B	3	3	2	2
C	4	3	3	2
D	6	3	4	2
E	9	4	6	3
F	13	6	8	4
G	18	9	10	6
H	25	13	12	8
J	35	18	15	10
K	50	25	18	12
L	70	35	21	15
M	95	50	25	18
N	125	70	32	21
P	160	95	40	25
Q	200	125	50	32

Tableau 6 : Détermination de l'effectif de l'échantillon en fonction de la lettre code

On peut remarquer ici que la mise en œuvre de la méthode σ est moins coûteuse que celle de la méthode s car elle nécessite un prélèvement d'effectif plus faible.

6.4.5 Détermination de la constante d'acceptation k

Les tableaux 7 à 9 (méthode s) et 10 à 12 (méthode σ) permettent de déterminer une constante k dite d'acceptation qui entrera en compte lors de la décision d'acceptabilité du lot. La valeur de k dépend du NQA, de l'effectif de l'échantillon n et du niveau de contrôle.

Tableau 7 : Plan d'échantillonnage simple en Contrôle **normal** de défectueux aux mesures – Détermination de la constante d'acceptation *k* – Méthode *s*

Lettre Code	Effectif de l'échantillon	NQA pourcentage d'individus non conformes acceptés dans un lot															
		0,01	0,015	0,025	0,04	0,065	0,1	0,15	0,25	0,4	0,65	1	1,5	2,5	4	6,5	10
		k	k	k	k	k	k	k	k	k	k	k	k	k	k	k	k
B	3														0,954	0,818	0,526
C	4													1,163	1,046	0,853	0,580
D	6												1,395	1,275	1,108	0,902	0,587
E	9											1,615	1,494	1,338	1,159	0,907	0,597
F	13										1,830	1,712	1,565	1,405	1,189	0,938	0,614
G	18								2,025	1,910	1,770	1,622	1,429	1,212	0,944	0,718	
H	25							2,215	2,102	1,969	1,829	1,652	1,457	1,225	1,035	0,809	
J	35						2,399	2,289	2,160	2,028	1,862	1,684	1,476	1,311	1,118	0,912	
K	50					2,569	2,461	2,336	2,209	2,052	1,885	1,693	1,543	1,372	1,193	0,947	
L	70					2,736	2,631	2,510	2,389	2,239	2,082	1,904	1,766	1,611	1,451	1,238	
M	95				2,889	2,787	2,670	2,553	2,410	2,261	2,093	1,965	1,822	1,676	1,484		
N	125			3,037	2,937	2,824	2,711	2,574	2,432	2,274	2,154	2,021	1,886	1,710			
P	160		3,179	3,082	2,973	2,865	2,733	2,597	2,447	2,334	2,209	2,083	1,921				
Q	200	3,310	3,215	3,109	3,004	2,877	2,747	2,603	2,495	2,377	2,258	2,106					
R	250	3,350	3,247	3,146	3,023	2,898	2,760	2,657	2,545	2,432	2,289						

Les cases vides renvoient à la case garnie la plus proche dans la même colonne

Tableau 8 : Plan d'échantillonnage simple en Contrôle **renforcé** de défectueux aux mesures – Détermination de la constante d'acceptation k – Méthode s

Lettre Code	Effectif de l'échantillon	NQA pourcentage d'individus non conformes acceptés dans un lot															
		0,01	0,015	0,025	0,04	0,065	0,1	0,15	0,25	0,4	0,65	1	1,5	2,5	4	6,5	10
		k	k	k	k	k	k	k	k	k	k	k	k	k	k	k	k
B	3															0,954	0,818
C	4														1,163	1,046	0,853
D	6													1,395	1,275	1,108	0,902
E	9												1,615	1,494	1,338	1,159	0,907
F	13											1,830	1,712	1,565	1,405	1,189	0,938
G	18										2,025	1,910	1,770	1,622	1,429	1,212	0,944
H	25									2,215	2,102	1,969	1,829	1,652	1,457	1,225	0,995
J	35								2,399	2,289	2,160	2,028	1,862	1,684	1,476	1,242	1,010
K	50							2,569	2,461	2,336	2,209	2,052	1,885	1,693	1,481	1,277	1,044
L	70						2,736	2,631	2,510	2,389	2,239	2,082	1,904	1,710	1,526	1,322	
M	95					2,889	2,787	2,670	2,553	2,410	2,261	2,093	1,913	1,745	1,559		
N	125				3,037	2,937	2,824	2,711	2,574	2,432	2,274	2,105	1,949	1,779			
P	160			3,179	3,082	2,973	2,865	2,733	2,597	2,447	2,288	2,141	1,984				
Q	200		3,310	3,215	3,109	3,004	2,877	2,747	2,603	2,452	2,313	2,165					
R	250	3,442	3,350	3,247	3,146	3,023	2,898	2,760	2,616	2,485	2,345						

Les cases vides renvoient à la case garnie la plus proche dans la même colonne

Tableau 9 : Plan d'échantillonnage simple en Contrôle **réduit** de défectueux aux mesures – Détermination de la constante d'acceptation k – Méthode s

Lettre Code	Effectif de l'échantillon	NQA pourcentage d'individus non conformes acceptés dans un lot															
		0,01	0,015	0,025	0,04	0,065	0,1	0,15	0,25	0,4	0,65	1	1,5	2,5	4	6,5	10
		k	k	k	k	k	k	k	k	k	k	k	k	k	k	k	k
B-D	3												0,954	0,907	0,818	0,526	0,023
E	9											1,163	1,119	1,046	0,853	0,580	0,099
F	13										1,395	1,348	1,275	1,108	0,902	0,587	0,161
G	18									1,615	1,566	1,494	1,338	1,159	0,907	0,597	0,368
H	25								1,830	1,782	1,712	1,565	1,405	1,189	0,938	0,763	0,461
J	35							2,025	1,978	1,910	1,770	1,622	1,429	1,212	1,065	0,823	0,619
K	50						2,215	2,168	2,102	1,969	1,829	1,652	1,457	1,329	1,123	0,995	0,809
L	70					2,399	2,353	2,289	2,160	2,028	1,862	1,684	1,569	1,387	1,242	1,118	
M	95				2,569	2,524	2,461	2,336	2,209	2,052	1,885	1,778	1,612	1,481	1,372		
N	125			2,736	2,692	2,631	2,510	2,389	2,239	2,082	1,982	1,829	1,710	1,611			
P	160		2,889	2,846	2,787	2,670	2,553	2,410	2,261	2,167	2,023	1,913	1,822				
Q	200	0,037	2,995	1,937	2,824	2,711	2,574	2,432	2,344	2,208	2,105	2,021					
R	250	3,139	3,082	2,973	2,865	2,733	2,597	2,513	2,385	2,288	2,209						

Les cases vides renvoient à la case garnie la plus proche dans la même colonne

Tableau 10 : Plan d'échantillonnage simple en Contrôle **normal** de défectueux aux mesures – Détermination de la constante d'acceptation k – Méthode σ

Lettre Code	Effectif de l'échantillon	NQA pourcentage d'individus non conformes acceptés dans un lot															
		0,01 k	0,015 k	0,025 k	0,04 k	0,065 k	0,1 k	0,15 k	0,25 k	0,4 k	0,65 k	1 k	1,5 k	2,5 k	4 k	6,5 k	10 k
B	2														0,620	0,478	0,273
C	3													0,991	0,841	0,643	0,412
D	4											1,296	1,148	1,964	0,760	0,478	
E	6										1,578	1,432	1,256	1,068	0,818	0,528	
F	8									1,821	1,682	1,517	1,344	1,121	0,872	0,564	
G	10								2,030	1,897	1,742	1,581	1,378	1,157	0,893	0,675	
H	12							2,223	2,096	1,949	1,800	1,613	1,412	1,179	0,991	0,771	
J	15						2,410	2,289	0,150	2,009	1,835	1,650	1,439	1,273	1,082	0,879	
K	18					2,576	2,459	2,327	2,193	2,029	1,857	1,662	1,511	1,340	1,162	0,919	
L	21				2,738	2,627	2,500	2,374	2,218	2,057	1,876	1,737	1,582	1,422	1,210		
M	25			2,890	2,783	2,661	2,540	2,393	2,240	2,070	1,941	1,797	1,650	1,459			
N	32			3,041	2,937	2,820	2,704	2,563	2,419	2,258	2,136	2,001	1,866	1,690			
P	40		3,186	3,086	2,974	2,862	2,727	2,589	2,436	2,321	2,194	2,068	1,905				
Q	50	3,319	3,222	3,113	3,005	2,875	2,742	2,596	2,487	2,367	2,247	2,094					
R	65	3,359	3,254	3,150	3,025	2,897	2,758	2,653	2,539	2,426	2,281						

Les cases vides renvoient à la case garnie la plus proche dans la même colonne

Tableau 11 : Plan d'échantillonnage simple en Contrôle **renforcé** de défectueux aux mesures – Détermination de la constante d'acceptation k – Méthode σ

Lettre Code	Effectif de l'échantillon	NQA pourcentage d'individus non conformes acceptés dans un lot															
		0,01 k	0,015 k	0,025 k	0,04 k	0,065 k	0,1 k	0,15 k	0,25 k	0,4 k	0,65 k	1 k	1,5 k	2,5 k	4 k	6,5 k	10 k
B	2															0,620	0,478
C	3														0,991	0,841	0,643
D	4													1,296	1,148	0,964	0,760
E	6											1,578	1,432	1,256	1,068	0,818	
F	8										1,821	1,682	1,517	1,344	1,121	0,872	
G	10									2,030	1,897	1,742	1,581	1,378	1,157	0,893	
H	12								2,223	2,096	1,949	1,800	1,613	1,412	1,179	0,913	
J	15							2,410	2,289	2,150	2,009	1,835	1,650	1,439	1,204	0,976	
K	18						2,576	2,459	2,327	2,193	2,029	1,857	1,662	1,449	1,245	1,015	
L	21					2,738	2,627	2,500	2,374	2,218	2,057	1,876	1,681	1,497	1,293		
M	25					2,890	2,783	2,661	2,540	2,393	2,240	2,070	1,888	1,719	1,534		
N	32				3,041	2,937	2,820	2,704	2,563	2,419	2,258	2,087	1,929	1,758			
P	40			3,186	3,086	2,974	2,862	2,727	2,589	2,436	2,274	2,127	1,968				
Q	50		3,319	3,222	3,113	3,005	2,875	2,742	2,596	2,443	2,303	2,154					
R	65	3,454	3,359	3,254	3,150	3,025	2,897	2,758	2,611	2,478	2,337						

Les cases vides renvoient à la case garnie la plus proche dans la même colonne

Tableau 12 : Plan d'échantillonnage simple en Contrôle **réduit** de défectueux aux mesures – Détermination de la constante d'acceptation k – Méthode σ

Lettre Code	Effectif de l'échantillon	NQA pourcentage d'individus non conformes acceptés dans un lot															
		0,01 k	0,015 k	0,025 k	0,04 k	0,065 k	0,1 k	0,15 k	0,25 k	0,4 k	0,65 k	1 k	1,5 k	2,5 k	4 k	6,5 k	10 k
B-D	2												0,620	0,565	0,478	0,273	0,011
E	6											0,991	0,931	0,841	0,643	0,412	0,067
F	8										1,296	1,236	1,148	0,964	0,760	0,478	0,129
G	10									1,578	1,518	1,432	1,256	1,068	0,818	0,528	0,323
H	12								1,821	1,764	1,682	1,517	1,344	1,121	0,872	0,705	0,422
J	15							2,030	1,975	1,897	1,742	1,581	1,378	1,157	1,012	0,776	0,581
K	18						2,223	2,170	2,096	1,949	1,800	1,613	1,412	1,283	1,078	0,913	0,771
L	21					2,410	2,360	2,289	2,150	2,009	1,835	1,650	1,533	1,349	1,204	1,082	
M	25				2,576	2,527	2,459	2,327	2,193	2,029	1,857	1,748	1,580	1,449	1,340		
N	32			2,738	2,691	2,627	2,500	2,374	2,218	2,057	1,956	1,801	1,681	1,582			
P	40		2,890	2,845	2,783	2,661	2,540	2,393	2,240	2,145	1,999	1,888	1,797				
Q	50	3,041	2,998	2,937	2,820	2,704	2,563	2,419	2,328	2,191	2,087	2,001					
R	65	3,144	3,086	2,974	2,862	2,727	2,589	2,503	2,373	2,274	2,194						

Les cases vides renvoient à la case garnie la plus proche dans la même colonne

6.4.6 Prélèvement de l'échantillon

Les individus pour l'échantillon doivent être prélevés dans le lot par **échantillonnage simple aléatoire**.

6.4.7 Mesure du caractère

Pour chaque prélèvement élémentaire i , on mesure la valeur x_i de la caractéristique considérée.

6.4.8 Calcul de la moyenne

Soit \bar{x} la moyenne des valeurs mesurées : $\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i$

Avec :

- n l'effectif de l'échantillon,
- x_i les mesures du caractère considéré lors des n prélèvements élémentaires.

6.4.9 Règles de décision

La démarche consiste à comparer un Z-score (ou erreur standard calculée à partir des valeurs limites U et L , de la moyenne obtenue des mesures et de l'écart type de la distribution) à la constante k déterminée précédemment.

Méthode S

L'écart type estimé s se calcule comme suit:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{(n-1)}}$$

avec n l'effectif de l'échantillon, x_i les valeurs mesurées lors des n prélèvements élémentaires, \bar{x} la moyenne des valeurs de x_i mesurées.

Calcul du Z score:

Le Z-score exprime la valeur d'une observation provenant d'une population connue en termes de distance à une limite.

$$\text{Pour une limite supérieure } U, Z_U = \frac{(U - \bar{x})}{s}$$

$$\text{Pour une limite inférieure } L, Z_L = \frac{(\bar{x} - L)}{s}$$

Méthode σ

L'écart type connu est σ .

Calcul du Z-score :

$$\text{Pour une limite supérieure } U, Z_U = \frac{(U - \bar{x})}{\sigma}$$

$$\text{Pour une limite inférieure } L, Z_L = \frac{(\bar{x} - L)}{\sigma}$$

La décision d'acceptation ou de rejet du lot est déterminée à partir de la comparaison de Z_U ou Z_L avec la constante d'acceptation k .

Les règles de décision sont communes aux deux méthodes et sont données dans le tableau 13.

	Contrôle d'une valeur minimale L , $x \geq L$	Contrôle d'une valeur maximale U , $x \leq U$	Contrôle d'une fourchette de valeurs $L \leq x \leq U$
Lot accepté	$Z_L \geq k$	$Z_U \geq k$	$Z_L \geq k$ et $Z_U \geq k$
Lot refusé	$Z_L < k$	$Z_U < k$	$Z_L < k$ ou $Z_U < k$

Tableau 13 : règles de décision – Contrôle du pourcentage de défectueux aux mesures

6.5 Contrôle de la moyenne d'un caractère

Ce plan d'échantillonnage est destiné au contrôle de la moyenne d'un caractère non discret et mesurable d'un lot, par rapport à des prescriptions sur cette moyenne.

6.5.1 Méthodologie

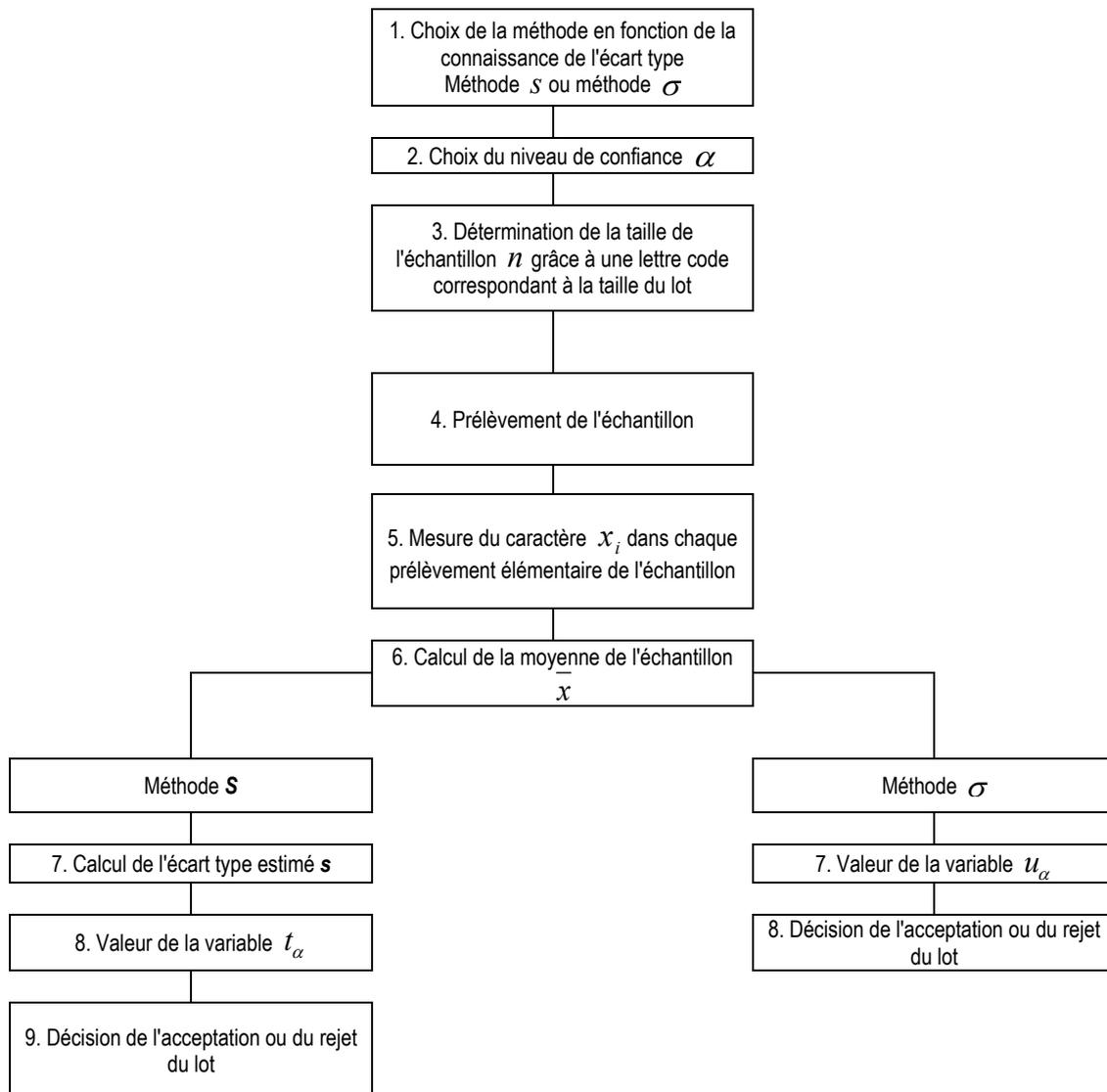
Deux types de situations sont à distinguer :

- L'écart type de la population du lot n'est pas connu, on procèdera alors à son estimation S sur les individus de l'échantillon.
- L'écart type σ est connu préalablement (par exemple dans le cas de production continue de produits conditionnés).

Pour chacune des deux situations, des plans d'échantillonnages particuliers sont mis en œuvre, avec des effectifs d'échantillon différents. En revanche, les principes de critères d'acceptation restent très proches dans les deux cas.

Dans ce type de contrôle, la notion de NQA n'est pas applicable. On emploie un autre critère : le niveau de confiance α , dont les valeurs les plus courantes sont 0,5 et 5 %.

Étapes à suivre : Le schéma ci-après rend compte des étapes de la méthodologie pour la mise en œuvre d'une procédure d'échantillonnage à partir d'une livraison donnée jusqu'au résultat du test.



6.5.2 Choix du niveau de confiance α

α est le niveau de confiance du test sur la moyenne c'est à dire la probabilité de conclure à tort que la moyenne du caractère contrôlé est hors de l'intervalle de confiance estimé. Pour un test sévère, on prendra $\alpha = 0,5 \%$, pour un test plus large on prendra $\alpha = 5\%$

6.5.3 Détermination de la taille de l'échantillon n

Pour déterminer l'effectif de l'échantillon, la première étape consiste à déterminer une lettre code en fonction de l'effectif du lot dans le tableau 14.

Effectif du lot	Lettre code
2 à 8	B
9 à 15	B
16 à 25	C
26 à 50	D
51 à 90	E
91 à 150	F
151 à 280	G
281 à 500	H
501 à 1200	J
1 201 à 1 320	K
1 321 à 10 000	L
10 001 à 35 000	M
35 001 à 150 000	N
150 001 à 500 000	P
500 001 et plus	Q

Tableau 14: Détermination de la lettre code en fonction de l'effectif du lot

La seconde étape consiste à déterminer, en fonction de la lettre code obtenue et en fonction de la méthode employée (s ou σ), l'effectif de l'échantillon correspondant, en utilisant le tableau 15.

Lettre Code	Effectif de l'échantillon Méthode S		Effectif de l'échantillon Méthode σ	
	Contrôle normal ou renforcé	Contrôle réduit	Contrôle normal ou renforcé	Contrôle réduit
B	3	3	2	2
C	4	3	3	2
D	6	3	4	2
E	9	4	6	3
F	13	6	8	4
G	18	9	10	6
H	25	13	12	8
J	35	18	15	10
K	50	25	18	12
L	70	35	21	15
M	95	50	25	18
N	125	70	32	21
P	160	95	40	25
Q	200	125	50	32

Tableau 15 : Détermination de l'effectif de l'échantillon en fonction de la lettre code

On peut remarquer ici que la mise en œuvre de la méthode σ est moins coûteuse que celle de la méthode s au vu de la différence d'effectif des échantillons nécessaires.

6.5.4 Prélèvement de l'échantillon

Les individus choisis pour l'échantillon doivent être prélevés du lot par échantillonnage simple aléatoire.

La valeur mesurée du caractère de l'individu i est notée x_i .

6.5.5 Calcul de la moyenne de l'échantillon

n est l'effectif de l'échantillon.

\bar{x} est la moyenne du caractère contrôlé sur l'échantillon :

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i$$

6.5.6 Critères d'acceptation et règles de décision

6.5.6.1 Méthode s

Écart type estimé s

Il est calculé par la formule :

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{(n-1)}}$$

Variable t_α

t_α est la valeur d'une variable de Student à $n-1$ degrés de liberté au niveau de confiance α .

Le tableau 16 indique les valeurs de la variable t_α pour des effectifs n d'échantillons au risque α . Ces valeurs sont employées dans les calculs des règles de décision.

Valeurs choisies t_α d'une distribution de Student à $n-1$ degrés de liberté				
	$\alpha = 5\%$		$\alpha = 0,5\%$	
n	t_α	$t_{\alpha/2}$	t_α	$t_{\alpha/2}$
5	2,13	2,78	4,6	5,60
10	1,83	2,62	3,25	3,69
15	1,76	2,15	2,98	3,33
20	1,73	2,09	2,86	3,17
25	1,71	2,06	2,8	3,09
30	1,7	2,05	2,76	3,04
40	1,68	2,02	2,71	2,97
50	1,68	2,01	2,68	2,94
100	1,66	1,98	2,63	2,87
∞	1,65	1,96	2,58	2,81

Tableau 16 : Extrait de quelques valeurs de t d'une distribution de Student à $n-1$ degrés de liberté

Règles de décision

M est la valeur cible pour la moyenne du lot.

3 cas peuvent se présenter :

1/ M est à considérer comme une valeur minimale de la moyenne

Le lot est accepté si et seulement si : $\bar{x} \geq M - \frac{t_{\alpha} * s}{\sqrt{n}}$

2/ M est à considérer comme une valeur maximale de la moyenne.

Le lot est accepté si et seulement si : $\bar{x} \leq M + \frac{t_{\alpha} * s}{\sqrt{n}}$

3/ M n'est à considérer ni comme une valeur maximale ni comme une valeur minimale de la moyenne.

Le lot est accepté si et seulement si : $M - \frac{t_{\alpha/2} * s}{\sqrt{n}} \leq \bar{x} \leq M + \frac{t_{\alpha/2} * s}{\sqrt{n}}$

6.5.6.2 Méthode σ

Variable U_{α}

U_{α} est la valeur de la variable normale centrée réduite au niveau de confiance α , indiquée dans le tableau 17. Ces valeurs sont employées dans les calculs des règles de décision.

Valeurs choisies U_{α} de la variable normale centrée réduite au niveau de confiance α			
$\alpha = 5\%$		$\alpha = 0,5\%$	
U_{α}	$U_{\alpha/2}$	U_{α}	$U_{\alpha/2}$
1,65	1,96	2,58	2,81

Tableau 17 Extrait de quelques valeurs U d'une distribution normale centrée réduite

Règles de décision

M est la valeur cible pour la moyenne du lot.

3 cas peuvent se présenter :

1/ M est à considérer comme une valeur minimale de la moyenne

Le lot est accepté si et seulement si : $\bar{x} \geq M - \frac{U_{\alpha} \times \sigma}{\sqrt{n}}$

2/ M est à considérer comme une valeur maximale de la moyenne.

Le lot est accepté si et seulement si : $\bar{x} \leq M + \frac{U_{\alpha} \times \sigma}{\sqrt{n}}$

3/ M n'est à considérer ni comme une valeur maximale ni comme une valeur minimale de la moyenne.

Le lot est accepté si et seulement si : $M - \frac{U_{\alpha/2} \times \sigma}{\sqrt{n}} \leq \bar{x} \leq M + \frac{U_{\alpha/2} \times \sigma}{\sqrt{n}}$

6.6 L'erreur d'échantillonnage

L'échantillonnage statistique constitue par nature une estimation des caractéristiques du lot. Le résultat de l'échantillonnage est donc accompagné d'une erreur. Il existe toujours une probabilité d'écart entre ce qui est mesuré sur l'échantillon et ce qui aurait été mesuré sur l'ensemble du lot.

Le but des plans d'échantillonnage est de contrôler cette erreur et de faire en sorte que pour un coût fixé, elle soit la plus faible possible.

La détermination des erreurs d'échantillonnage peut se faire par voie expérimentale, en multipliant divers échantillonnages sur un même lot, ou par voie mathématique. Le présent texte ne traite pas de l'estimation des erreurs d'échantillonnage, qui emploie des méthodes statistiques spécifiques, que l'utilisateur pourra éventuellement trouver dans les textes normatifs cités en référence.

7 Techniques appliquées de prélèvement des vins et des moûts

Les plans d'échantillonnage permettent de définir le nombre de prélèvements élémentaires à réaliser. Au stade du prélèvement, des facteurs environnementaux et techniques peuvent cependant dégrader la représentativité d'un échantillon. Ces facteurs doivent être identifiés comme des points critiques. Des techniques de prélèvement appropriées seront alors choisies et mises en œuvre pour maîtriser ces points critiques et garantir la qualité de l'échantillon.

7.1 Vins conditionnés

Le prélèvement de vins conditionnés se fait par le prélèvement d'individus selon un plan d'échantillonnage. L'unité de prélèvement est constituée de l'unité de conditionnement (bouteille, bag in box...). Cette situation ne présente pas de point critique particulier, sauf si le vin ou le moût est transvasé dans un nouveau récipient.

7.2 Vins et moûts en vrac

7.2.1 Points critiques

7.2.1.1 Effets d'interface

Le contact avec un gaz ou un solide susceptible de céder certains éléments peut entraîner un changement d'un ou plusieurs des caractères recherchés dans la partie du moût ou du vin située à proximité de l'interface de contact. Un prélèvement dans cette zone peut faire perdre la représentativité de l'échantillon de l'ensemble.

Exemples:

- *contact avec l'air ambiant au niveau des ouvertures du récipient (trappes, cheminées, bondes, etc...)* ;
- *contact avec des parois de récipient contaminantes (polyester pouvant libérer du styrène, tartre mal entretenu contenant des microorganismes, etc...)* ;
- *contact avec des solides immergés dans le vin ou le moût (morceaux de bois de chêne...)* ;
- *contact avec des systèmes de prélèvement rattachés au contenant (robinets métalliques , vannes, etc...).*

Procédure à mettre en œuvre :

- si l'effet d'interface est **local** et n'affecte en aucun cas l'ensemble du volume, il convient alors de prélever l'échantillon en dehors de la zone d'influence locale.

Exemples :

- *effet de l'oxygène sur la surface du vin dans une cheminée de cuve ;*
- *contamination métallique du vin restant dans les canalisations des robinets de cuve.*

- dans le cas particulier de la contamination via les canalisations des robinets et vannes de cuve, il conviendra de purger ce système afin que le liquide contenu dans ce système n'entre pas, même en partie, dans la composition de l'échantillon.
- si l'effet d'interface peut avoir une **influence sur l'ensemble du volume** du lot, il convient alors d'homogénéiser le volume à prélever avant de procéder au prélèvement.

Exemple : effet de morceaux de bois de chêne sur les caractéristiques organoleptiques et chimiques du vin.

7.2.1.2 Effets gravitaires

Un effet gravitaire fait évoluer un milieu uniforme en un milieu présentant un gradient de concentration du ou des caractères sensibles à cet effet.

Exemple : La gravité influence la répartition des particules solides dans un milieu liquide. Cela peut être le cas, pour les vins et les moûts, des différentes précipitations possibles (cristaux tartriques, casses diverses, etc...) et des micro-organismes.

Procédures à mettre en œuvre :

- L'information recherchée porte sur une valeur moyenne du lot pour la caractéristique considérée. Il convient d'homogénéiser le volume à échantillonner avant de prélever l'échantillon,
- L'information recherchée porte sur un risque, par exemple une présence microbiologique. Il peut être choisi de prélever dans une zone déterminée.

7.2.1.3 Homogénéité des additifs et intrants œnologiques

L'addition d'un produit soluble dans un volume de vin ou de moût ne se traduit pas toujours instantanément par sa répartition uniforme dans ce volume.

Exemples :

- *homogénéité du SO₂ d'une cuve juste après sulfitage ;*
- *homogénéisation difficile des produits enrichissants (MC, MCR, saccharose) ;*
- *homogénéisation de l'acide métatartrique, etc...*

Procédure à mettre en œuvre :

- observer un délai suffisant après incorporation d'un additif pour garantir l'homogénéité du produit soluble (certains produits nécessitent dans tous les cas un travail dynamique d'homogénéisation / solubilisation) ;
- homogénéisation du volume avant le prélèvement de l'échantillon.

7.2.1.4 Milieus instables et évolutifs

Le moût ou le vin peut être en situation d'évolution significative. L'échantillon prélevé peut alors présenter des défauts de représentativité, l'évolution dans l'échantillon n'étant pas forcément identique à celle de du produit d'origine.

Exemples:

- *Moûts et vins en fermentation alcoolique ou malolactique ;*
- *Échantillons de moûts susceptibles de présenter une précipitation tartrique et/ou un départ de fermentation alcoolique, etc...*

Procédure à mettre en œuvre :

- limiter la durée entre le prélèvement et la mesure
- stabilisation de l'échantillon pour figer les caractères recherchés au moment du prélèvement (voir § 7.2.7)

7.2.1.5 Effets du matériel de prélèvement sur l'échantillon

Il convient de s'assurer que le matériel de prélèvement et le récipient de l'échantillon ne modifient pas la composition de l'échantillon prélevé.

7.2.1.5.1 Échantillonneurs

Il convient de toujours inspecter soigneusement tout matériel de prélèvement afin de s'assurer qu'il est propre et sec, voire stérile pour les prélèvements microbiologiques.

Il en est de même pour les systèmes de prélèvement attenants au récipient d'origine (canalisations et robinets). Le passage de l'échantillon par un robinet ou une vanne ou son contact direct avec le système de prélèvement peut engendrer la contamination de l'échantillon en éléments chimiques (principalement par des métaux entrant dans la composition des robinets ou vannes) ou microbiologiques (développement de microorganismes fréquent dans ces zones d'interface).

7.2.1.5.2 Récipient contenant les échantillons

Préparation des récipients

Avant toute utilisation et dans le but de conserver l'intégrité de l'échantillon, il convient de vérifier que le récipient d'échantillon est propre et sec. Il peut s'avérer approprié de rincer les récipients d'échantillon avec le liquide à échantillonner. La stérilité des récipients est requise pour certains types d'analyse, par exemple les analyses microbiologiques.

Composition des récipients

Les récipients d'échantillon doivent être constitués d'une matière permettant la conservation de l'échantillon jusqu'à son analyse sans en modifier le ou les caractères recherchés. Il en va de même pour le système d'obturation employé.

Exemples :

- *les bouteilles en verre ou matières plastiques sont appropriées pour la plupart des analyses.*
- *les matières plastiques offrent des avantages de légèreté et de solidité mais, peuvent altérer l'intégrité de l'échantillon par adsorption de certains composés (haloanisoles par exemple) et/ou par relargage de composés chimiques dans l'échantillon (phthalates, etc...).*
- *les matières plastiques, poreuses à l'oxygène, ne sont pas adaptées pour la conservation longue des échantillons.*

Volume des récipients

Le volume du récipient dépend de la quantité d'échantillon requise pour l'analyse (et/ou pour la conservation). Cette quantité est définie par le laboratoire en fonction de l'analyse demandée.

Creux

Il convient de laisser un creux suffisant dans le récipient pour permettre la dilatation du liquide. Ce creux doit être de volume réduit afin de limiter au maximum l'impact de l'oxygène qu'il contient sur le vin ou le moût. Certaines méthodes peuvent permettre de remplir ce creux avec un gaz neutre.

Obturation des récipients

L'obturation du récipient d'échantillon ne doit pas modifier le ou les caractères recherchés. Dans la plupart des cas, l'obturation doit garantir une étanchéité au gaz et aux liquides de l'échantillon. Dans le cas particulier des vins ou moûts en fermentation, un obturateur permettant le passage du gaz carbonique produit sera choisi.

7.2.1.6 Effets de manutention de l'échantillon

Le transvasement et/ou transport de l'échantillon entre le moment et le lieu de son prélèvement et ceux de son analyse ne doivent pas modifier le ou les caractères recherchés.

7.2.1.7 Effet de stabilisation de l'échantillon

Voir § 7.2.3

7.2.1.8 Effets de conservation d'un échantillon

Voir § 7.2.4

7.2.2 Moyens techniques de prélèvement des vins et des moûts en vrac

On distingue les systèmes de prélèvement direct, avec lesquels le récipient de prélèvement constitue le récipient final de l'échantillon, et les systèmes de prélèvement indirects avec lesquels le produit est transféré d'un récipient de prélèvement, vers le récipient d'échantillon final.

7.2.2.1 Systèmes de prélèvement direct

7.2.2.1.1 Prélèvement direct par plongeur

Cette méthode nécessite que la cuve soit équipée d'une cheminée, d'une trappe supérieure, ou d'une bonde de grande taille. Les systèmes de plongeurs permettent d'immerger un ou plusieurs récipients d'échantillon dans le volume à prélever. Ces mêmes systèmes peuvent être équipés d'obturateurs amovibles commandés par l'opérateur. Cette technique permet alors de prélever des échantillons de « zone » ou des échantillons « tous niveaux ». Lorsqu'il est possible, le système de plongeur constitue pour les vins ou les moûts en cuve la meilleure solution, car il assure une bonne représentativité du prélèvement

7.2.2.1.2 Prélèvement direct par robinet ou vanne

Le prélèvement peut se faire par les robinets ou les vannes des contenants des vins et moûts éventuellement prévus à cet effet, avec le remplissage direct du ou des récipients d'échantillon. La purge des canalisations constitue une précaution à mettre en œuvre de façon systématique.

7.2.2.1.3 Prélèvement direct par siphon

Pour les cuves équipées seulement de bonde, ainsi que pour les barriques, le prélèvement par siphon en utilisant une canalisation souple procure les mêmes avantages que le prélèvement par plongeur. La canalisation souple doit être dans un matériau inerte vis à vis du vin ou du moût, et doit être préalablement nettoyée et purgée.

7.2.2.2 Systèmes de prélèvement indirect

7.2.2.2.1 Prélèvement indirect par plongeur

Dans ce système, le récipient de prélèvement immergé n'est pas le récipient d'échantillon, et le vin ou le moût sont transvasés après prélèvement. Le transvasement doit se faire immédiatement après le prélèvement.

Exemples :

- *Tube à « obus » pour prélever par en haut, et le cas échéant traverser un chapeau de marc*
- *Pipettes de prélèvement pour barriques ou petits contenants en matériaux divers (verre, plastique...).*
- *Plongeur avec récipient de prélèvement fixe.*

Les récipients de prélèvement doivent être propres et rincés avec le produit à prélever.

7.2.2.2.2 Prélèvement indirect par robinet ou vanne

Le principe et les contraintes sont les mêmes que pour le prélèvement direct par robinet ou vanne, mais le récipient de prélèvement n'est pas le récipient d'échantillon, et son contenu est transvasé dans un récipient d'échantillon. Les récipients de prélèvement doivent être propres et préalablement rincés avec le produit à prélever.

7.2.3 Stabilisation des échantillons

Afin de stabiliser, et de conserver plus longtemps le ou les caractères recherchés, une stabilisation de l'échantillon peut être réalisée. Si la technique de stabilisation choisie ne doit pas modifier le ou les caractères recherchés, elle peut néanmoins avoir des effets sur d'autres caractères. Pour cette raison, lorsqu'une stabilisation d'échantillons est réalisée, elle doit être signalée sur l'étiquette de l'échantillon.

On peut distinguer différentes modalités de stabilisation :

- Stabilisation physique, par réfrigération, congélation, ou encore pasteurisation à chaud de l'échantillon.
- Stabilisation chimique : dioxyde de soufre, acide salicylique, natamicine, etc...

7.2.4 Conservation des échantillons

La durée de conservation d'un échantillon dépend de la nature du vin ou du moût, du ou des caractères recherchés, de la nature du contenant et de son étanchéité, au gaz en particulier.

Les conditions de conservation doivent également être maîtrisées pour garantir la conservation du ou des caractères recherchés.

7.3 Identification des échantillons

Les échantillons prélevés doivent être identifiés en tant que tel, et faire référence au lot dont ils sont issus. Lorsque le plan d'échantillonnage prévoit plusieurs échantillons, ceux-ci doivent être identifiés individuellement (numérotation...).

L'étiquetage de l'échantillon doit parfaitement adhérer au récipient de l'échantillon.

Les informations suivantes sur l'étiquetage sont recommandées :

1. Mention « échantillon pour analyse »
2. Propriétaire du lot
3. Nature et quantité de la livraison
4. Identification et quantité du lot prélevé
5. Date de prélèvement
6. Opérateur du prélèvement
7. Numéro d'échantillon (en cas d'échantillonnage multiple)
8. Quantité présente dans l'échantillon
9. Technique et adjuvants de stabilisation le cas échéant
10. Durée de vie de l'échantillon

8 Exemples d'échantillonnage

Les exemples décrits dans ce chapitre correspondent à des situations fréquemment rencontrées dans la pratique. Les solutions retenues sont seulement indicatives et peuvent faire l'objet d'une approche différente de la part du responsable de l'échantillonnage en fonction de conditions particulières.

8.1 Échantillonnage d'un vin en cuve

8.1.1 Mesure d'un paramètre chimique sur un vin en cuve : cas du Titre Alcoométrique Volumique (TAV)

Il s'agit d'une situation simple, avec un lot non fractionné, uniforme pour le caractère recherché. Le plan d'échantillonnage se résume à un simple prélèvement. Les techniques de prélèvement doivent garantir la représentativité de l'échantillon.

1. Livraison

Vin en cuve.

2. Lots

1 lot non fractionné = cuve.

3. Caractères

TAV

4. Distribution

Lot réputé homogène pour ce caractère pour une cuve de taille courante.

5. Plan d'échantillonnage

La répartition du TAV dans le vin en cuve suit une loi uniforme : la prise d'un seul échantillon avec les précautions afférentes au prélèvement en cuve est suffisante. Pas de plan statistique d'échantillonnage nécessaire.

6. Mode de prélèvement

Le prélèvement sur une cuve est soumis aux principaux points critiques suivants :

- effet de surface ;
- effet d'interface au niveau du robinet ou de la vanne de prélèvement.

Le prélèvement direct par plongeur est la solution la plus adaptée.

D'autres modes de prélèvement sont possibles (non exhaustif) :

- Prélèvement indirect par plongeur ;
- Prélèvement par robinet ou vanne (après purge).

7. Transport et conservation de l'échantillon

En présence d'un obturateur assurant une parfaite étanchéité aux gaz et sans variation trop marquée de température, l'échantillon ainsi constitué a une durée de vie pouvant aller jusqu'à plusieurs jours.

8.1.2 Mesure du dioxyde de soufre sur un vin en cuve

Cet exemple peut présenter des similarités avec l'exemple précédent. Cependant, le caractère recherché, le dioxyde de soufre, n'est pas nécessairement réparti de façon uniforme dans une cuve, notamment si un sulfitage a été réalisé récemment.

1. Livraison

Vin fini en cuve.

2. Lots

1 lot non fractionné = 1 cuve.

3. Caractères

Dioxyde de soufre libre et total.

4. Distribution

Homogénéité non acquise *a priori*.

5. Plan d'échantillonnage

Si on ne procède pas à l'homogénéisation préalable du vin en cuve, un plan d'échantillonnage ciblé est mis en œuvre, avec deux prélèvements : un pris par le haut et un par le bas de la cuve.

S'il peut être admis que ce caractère est uniforme dans le vin, soit parce qu'il n'y a pas eu de sulfitage récent, soit parce que la cuve a été homogénéisée, le plan d'échantillonnage se limite à un seul prélèvement.

6. Mode de prélèvement

Le prélèvement sur une cuve est soumis aux principaux points critiques suivants :

- effets de surface ;
- effet d'interface au niveau du robinet ou de la vanne de prélèvement.

Le prélèvement direct par plongeur est la solution la plus adaptée.

D'autres modes de prélèvement sont possibles (non exhaustif) :

- Prélèvement indirect par plongeur ;
- Prélèvement par robinet ou vanne (après purge).

7. Transport et conservation de l'échantillon

Les caractères dioxyde de soufre libre et totaux sont susceptibles d'évoluer assez rapidement dans un récipient d'échantillon. La conservation de l'échantillon ne peut pas excéder 3 jours, et la température de conservation doit être inférieure à 18 – 20°C.

8.1.3 Mesure microbiologique sur un vin en cuve : cas d'une recherche de levures *Brettanomyces*

Le caractère recherché n'est pas réparti de façon uniforme dans la cuve, en raison d'un effet gravitaire. Étant entendu, qu'il s'agit d'une recherche d'un risque de population microbiologique, l'homogénéisation avant prélèvement n'est pas forcément une solution adaptée. Il peut, par exemple, être retenue la zone la plus sensible vis à vis du caractère recherché, c'est à dire, le bas de la cuve.

Le mode de prélèvement prend en compte les contraintes liées à un échantillonnage pour une recherche microbiologique.

1. Livraison

Vin fini en cuve.

2. Lots

1 lot non fractionné = 1 cuve

3. Caractères

Risque de population de levures type « *Brettanomyces* ».

4. Distribution

Le lot n'est pas homogène pour ce caractère en raison d'un gradient gravitaire, conduisant à une concentration des populations au bas de la cuve. Il peut être alors défini deux sous-lots dans lesquels le caractère sera présumé homogène et uniforme :

- Haut de cuve
- Bas de cuve

5. Plan d'échantillonnage

Le plan d'échantillonnage est un échantillonnage ciblé qui se concentre sur le sous-lot « partie basse de la cuve » pour une estimation maximale des populations.

Un seul prélèvement peut être suffisant.

6. Mode de prélèvement

Le récipient de prise d'échantillon doit être stérile.

Un prélèvement de type direct est très fortement recommandé pour éviter toute contamination externe au moment du prélèvement.

Le prélèvement est ciblé sur la partie basse de la cuve :

- Par robinet ou vanne : purger longuement la canalisation, et stériliser le robinet par flambage à l'alcool ;
- Par plongeur : nécessite un système d'ouverture commandée du récipient une fois immergé.

7. Transport et conservation de l'échantillon

La stérilité de l'échantillon doit être conservée grâce à l'intégrité et l'étanchéité de l'obturateur.

Pour une recherche microbiologique, la durée de vie de l'échantillon est courte. La température de conservation de l'échantillon jusqu'au lieu d'analyse doit rester dans l'échelle 10 – 25°C.

8.2 Échantillonnage d'un vin en barriques

8.2.1 Mesure du TAV sur un vin en barrique

De fortes similitudes existent avec l'exemple du § 8.1.1. Cependant le lot est fractionné en plusieurs contenants.

Deux hypothèses sont possibles :

- *le TAV est uniforme d'une barrique à l'autre ;*
- *des facteurs ont pu influencer sur le TAV de façon différente d'une barrique à l'autre.*

Le plan d'échantillonnage devra prendre en compte ces deux possibilités.

1. Livraison

Vin fini en barriques.

2. Lots

1 lot fractionné en 30 barriques.

3. Caractères

TAV

4. Distribution

Le TAV est uniforme d'une barrique à l'autre. Cette hypothèse doit cependant être vérifiée.

5. Plan d'échantillonnage

Dans le cas d'une loi uniforme, un seul prélèvement pris sur une barrique pourrait suffire. Pour garantir cette hypothèse il est nécessaire cependant de faire plusieurs prélèvements. On pourra ici proposer trois prélèvements puis on vérifiera que les trois résultats sont similaires.

Si tel n'est pas le cas, un plan d'échantillonnage statistique du type de celui de l'exemple du § 8.2.1 sera alors mis en œuvre.

6. Mode de prélèvement

Les principaux points critiques relatifs au prélèvement sur barriques sont :

- effet de surface ;
- effet du matériel de prélèvement.

Il pourra être utilisé un prélèvement direct par siphon, ou un prélèvement indirect par pipette, en prenant les précautions d'usage.

7. Transport et conservation de l'échantillon

En présence d'un obturateur assurant une parfaite étanchéité aux gaz et sans variation trop importante de température, l'échantillon ainsi constitué a une durée de vie pouvant aller jusqu'à plusieurs jours.

8.2.2 Mesure du dioxyde de soufre dans un vin en barrique

Cette situation met en scène un lot fractionné, dans lequel le caractère ne sera pas réparti de façon uniforme. Un plan d'échantillonnage statistique est alors mis en œuvre pour un contrôle par attribut.

1. Livraison

Vin fini en barriques.

2. Lots

1 lot fractionné en 30 barriques.

3. Caractères

Niveau de dioxyde de soufre libre correctement ajusté pour un élevage en barriques.

Le critère de conformité choisi ici, pour le contrôle par attribut, est une valeur de dioxyde de soufre libre supérieure à de 25 mg/L.

4. Distribution

Il est retenu l'hypothèse de variabilité du dioxyde de soufre libre d'une barrique à l'autre. Répartition probable selon une loi normale ou assimilée.

5. Plan d'échantillonnage

Un plan d'échantillonnage statistique est mis en œuvre : contrôle par attribut (voir § 6.3)

- Effectif de l'échantillon :
effectif du lot = 30
lettre code D
contrôle normal | 8 individus

- NQA : 0 %

- Critères de décision :
Critère d'acceptation = 0
Critère de rejet = 1

6. Mode de prélèvement

Les principaux points critiques relatifs au prélèvement sur barriques sont :

- effet de surface ;
- effet du matériel de prélèvement.

Il pourra être utilisé un prélèvement direct par siphon, ou un prélèvement indirect par pipette, en prenant les précautions d'usage.

7. Transport et conservation de l'échantillon

Les caractères dioxyde de soufre libre et total sont susceptibles d'évoluer assez rapidement dans un récipient d'échantillon. La conservation de l'échantillon ne peut pas excéder 3 jours, et la température de conservation doit être inférieure à 18 – 20°C.

8.3 Échantillonnage de vin conditionné en bouteilles

8.3.1 Recherche de la conformité à des critères analytiques issus de cahier des charges

Le lot est fractionné en bouteilles. En l'absence de variation du ou des caractères recherchés, le plan d'échantillonnage est simple. C'est le cas traité dans cet exemple.

1. Livraison

Lot de 12 000 bouteilles, en sortie de chaîne de conditionnement.

2. Lots

1 lot de vin issu de la même cuve de tirage, conditionné sans interruption dans un temps réduit, dans les mêmes conditions techniques comportant le même contenant et le même obturateur. Le numéro de lot est constant.

3. Caractères

Critères analytiques définis par le cahier des charges.

4. Distribution

Caractère présumé homogène et stable.

5. Plan d'échantillonnage

Dans une situation de distribution uniforme, un échantillon est suffisant, prélevé, de préférence, en milieu de tirage.

6. Mode de prélèvement

Prélever la ou les bouteilles de façon aléatoire.

7. Transport et conservation de l'échantillon

Le vin conditionné est réputé stable. Conservation de l'échantillon possible pendant une longue durée.

8.3.2 Recherche d'un défaut aléatoire : contamination par le Trichloroanisole (TCA) cédé par des bouchons de liège contaminés

Le lot est fractionné en bouteilles. Le caractère goût « moisi-terreux » conséquence de la contamination par le TCA, varie de façon aléatoire d'une bouteille à l'autre. Un plan d'échantillonnage statistique est alors choisi.

1. Livraison

Lot de 12 000 bouteilles.

2. Lots

1 lot, mise en bouteille unique, même numéro de lot, même lot de bouchons de liège.

3. Caractères

Goût « moisi-terreux ». Individu non conforme si présence.

4. Distribution

Le lot est homogène pour ce caractère, qui présente une distribution de type « événement rare », modélisée par la loi de Poisson.

5. Plan d'échantillonnage

Un plan d'échantillonnage statistique est mis en œuvre : contrôle par attribut (voir § 6.3).

- Effectif de l'échantillon :
effectif du lot = 12000
lettre code M

Il est opté pour un contrôle réduit pour des raisons de coût
| l'échantillonnage compte 125 bouteilles prélevées.

- NQA :
NQA de 4%

- Critères de décision :
Critère d'acceptation = 10
Critère de rejet = 11

6. Mode de prélèvement

Prélever les bouteilles de façon aléatoire, en répartissant le prélèvement sur l'ensemble du lot.

7. Transport et conservation de l'échantillon

Le vin conditionné stable. Le caractère recherché évolue de façon assez lente. Conservation de l'échantillon possible pendant plusieurs semaines.