
Norme internationale



7002

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Produits agricoles alimentaires — Présentation d'une méthode normalisée d'échantillonnage à partir d'un lot

Agricultural food products — Layout for a standard method of sampling from a lot

Première édition — 1986-12-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 7002:1986](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/94618be8-a28a-430a-806e-bd187ce5ef12/iso-7002-1986)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/94618be8-a28a-430a-806e-bd187ce5ef12/iso-7002-1986>

CDU 633/637 : 664 : 620.11

Réf. n° : ISO 7002-1986 (F)

Descripteurs : produit agricole, produit alimentaire, échantillonnage, norme, vocabulaire.

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 7002 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*.

L'attention des utilisateurs est attirée sur le fait que toutes les Normes internationales sont de temps en temps soumises à révision et que toute référence faite à une autre Norme internationale dans le présent document implique qu'il s'agit, sauf indication contraire, de la dernière édition.

Produits agricoles alimentaires — Présentation d'une méthode normalisée d'échantillonnage à partir d'un lot

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale donne des règles pour une présentation des méthodes normalisées d'échantillonnage de lots de produits agricoles alimentaires.

Elle donne seulement des règles générales en vue de la rédaction de méthodes normalisées d'échantillonnage. Elle ne peut donc être utilisée pour l'échantillonnage des produits; les opérations d'essai, de contrôle et d'acceptation sont traitées de manière à permettre à l'utilisateur de mieux envisager la signification d'autres références.

2 Généralités

2.1 Utilisation du plan de présentation

Pour l'utilisation de ce plan (voir chapitre 3) il faut se rappeler qu'il s'agit uniquement d'un guide et qu'il doit être adapté à chaque cas pour convenir aux exigences individuelles. Il en résulte que certains paragraphes ou certains chapitres peuvent, dans certains cas, être supprimés, alors que, dans d'autres cas, des additions peuvent être nécessaires à des endroits appropriés en vue de satisfaire à des exigences particulières.

2.2 Plan du document

Dans tous les cas, lors de la rédaction d'une méthode d'échantillonnage, les chapitres doivent être donnés dans l'ordre indiqué dans le plan type s'ils doivent être inclus dans le document.

Ainsi, le rédacteur de la méthode trouvera plus facile de fournir systématiquement toute l'information nécessaire, et ceci avec moins de risque d'oublier un paragraphe important. De plus, l'utilisateur du document, sachant que celui-ci est conforme à ce plan type, pourra plus aisément présenter chaque chapitre, quels que soient l'origine et l'objet et le domaine d'application de la méthode. (Ceci est particulièrement important quand il s'agit de la reproduction partielle d'une méthode et de la comparaison de différentes méthodes ou de différentes versions d'une méthode.)

2.3 Numérotation des chapitres et des paragraphes

Les chapitres et paragraphes doivent être en totalité numérotés consécutivement selon le système de numérotation décrit dans

l'ISO 2145, *Documentation — Numérotation des divisions et subdivisions dans les documents écrits*.

Dans cette suite de nombres, il ne sera pas prévu de numéros pour les chapitres ou paragraphes du plan de présentation (voir 2.1), qui n'ont pas été inclus dans le document.

Ce plan de numérotation successive est recommandé également lorsqu'on utilise un document d'ordre général renfermant de nombreuses méthodes d'échantillonnage ou des variantes d'une méthode donnée, formant des sections différentes d'un document.

2.4 Terminologie

Il doit être fait usage de la terminologie de l'échantillonnage normalisé, y compris les concepts statistiques, en particulier, ceux donnés dans les Normes internationales élaborées par l'ISO/TC 69, *Applications des méthodes statistiques*.

Dans certains cas, des termes autres que ceux normalisés par l'ISO/TC 69 sont utilisés dans le commerce, dans les produits agricoles alimentaires; des définitions relatives à l'échantillonnage des produits agricoles alimentaires sont données en annexe A et une liste de termes équivalents français-anglais en annexe B. Lorsque l'usage traditionnel diffère de la terminologie normalisée, une référence devrait être faite au terme normalisé, par exemple, en l'incluant comme synonyme pour le terme traditionnel.

Lorsque plusieurs synonymes peuvent exprimer le même concept dans l'une des langues officielles de l'ISO, la préférence devra être donnée à celui qui se rapproche le plus du ou des termes correspondants dans les autres langues officielles de l'ISO.

Lorsque, pour exprimer le même concept, il n'existe aucune similitude de termes dans les différentes langues et lorsqu'il existe des symboles ou des abréviations généralement connus, ceux-ci doivent figurer après les termes utilisés dans les différentes langues, afin d'aider les lecteurs de toutes langues.

2.5 Choix et rédaction des méthodes d'échantillonnage

Dans toute la mesure du possible, la même méthode d'échantillonnage utilisée pour le contrôle d'un caractère donné, pour un produit donné, doit être adoptée dans toutes les Normes internationales concernant des produits analogues et leur rédaction devra être aussi semblable que possible. Il pourra être fait exception à cette règle lorsque, dans le domaine concerné celle-ci sera en contradiction avec une pratique raisonnable et bien établie qu'il est souhaitable de maintenir.

3 Plan de présentation préféré (pour les commentaires concernant les en-têtes et les chapitres individuels, voir chapitre 4)

- 1 Titre
- 2 Introduction
- 3 Objet
- 4 Domaine d'application
- 5 Références
- 6 Définitions
- 7 Principe (de la méthode d'échantillonnage)
- 8 Dispositions administratives
 - 8.1 Préposés à l'échantillonnage
 - 8.2 Représentation des parties intéressées
 - 8.3 Précautions sanitaires, sûreté et sécurité
 - 8.4 Préparation d'un procès-verbal d'échantillonnage
- 9 Identification et examen général du lot avant l'échantillonnage
- 10 Équipement d'échantillonnage et conditions ambiantes
- 11 Récipients et emballages pour échantillons
- 12 Méthodes d'échantillonnage
 - 12.1 Effectif de l'échantillon
 - 12.2 Prélèvements élémentaires
 - 12.3 Préparation de l'échantillon global et des échantillons réduits
 - 12.4 Sélection des échantillons de produits préemballés
- 13 Emballage, scellement et marquage des échantillons ou des récipients pour échantillons
 - 13.1 Remplissage et scellement des emballages pour échantillons
 - 13.2 Marquage
 - 13.3 Emballage des échantillons en vue du stockage et/ou du transport
- 14 Précautions pendant le stockage et le transport des échantillons
- 15 Procès-verbal d'échantillonnage, comprenant:
 - 15.1 Détails administratifs
 - 15.2 Détails sur les emballages unitaires constituant le lot
 - 15.3 Produit échantillonné
 - 15.4 Méthode d'échantillonnage
 - 15.5 Marquage et scellement des échantillons
- 16 Annexes

4 Règles pour la rédaction des différents éléments et chapitres

NOTE — Les règles suivantes complètent celles qui sont spécifiées dans les Parties 2 et 3 des *Directives pour les travaux techniques de l'ISO*.

4.1 Titre

Le titre de la Norme internationale doit exprimer le plus brièvement possible et sans ambiguïté le contenu du document en indiquant, dans l'ordre suivant:

- a) le produit auquel il s'applique, dans la forme sous laquelle il figure dans le lot à échantillonner;
- b) la catégorie d'échantillons devant être finalement obtenue et l'usage du ou des échantillons (si cet usage est spécifique).

Exemple:

ISO 6670, *Café soluble en caisses doublées — Échantillonnage*.

4.2 Introduction

L'introduction (facultative) à la Norme internationale doit être rédigée pour convenir à l'utilisateur en donnant, de manière appropriée, une brève indication sur le choix de la méthode retenue et sur le plan adopté, ainsi que toute autre information nécessaire à la bonne compréhension et à l'utilisation de la Norme internationale.

4.3 Objet

Ce chapitre doit définir le contenu de la Norme internationale, c'est-à-dire les caractéristiques des opérations mises en jeu, et le ou les produits auxquels elle s'applique. Il doit refléter et compléter le titre de la Norme internationale.

De préférence, cet élément devrait être combiné avec l'élément 4.4 sous le chapitre «*Objet et domaine d'application*».

Mention doit être faite, si nécessaire, des raisons de demande du ou des échantillons. Celles-ci peuvent se rapporter en particulier à un ou plusieurs des buts suivants de l'échantillonnage:

- a) **buts commerciaux:** par exemple obtenir ou préparer un échantillon:
 - 1) pour servir de base à une offre en vue de la vente,
 - 2) pour vérifier que le produit proposé à la vente satisfait aux spécifications de vente des fabricants,
 - 3) pour examiner si la livraison est conforme à une spécification contractuelle;
- b) **buts techniques:** par exemple obtenir ou préparer un échantillon:
 - 1) pour déterminer une ou plusieurs des caractéristiques du produit, y compris celles concernant la santé et la sécurité (par exemple, pour des aliments, la présence de contaminants nocifs provenant de la culture ou du

traitement industriel, la présence de bactéries ou de leurs métabolites provoquant différentes maladies ou la détérioration des aliments),

- 2) pour le contrôle de la qualité au cours de la production ou de la fabrication,
- 3) pour le contrôle de la masse nette des emballages unitaires,
- 4) pour établir l'identité du produit, lorsque celle-ci n'est pas connue,
- 5) pour confirmer l'identité d'un produit supposé connu,
- 6) pour déterminer, à partir de ses caractéristiques, l'origine d'un produit donné,
- 7) pour déterminer la composition normale et naturelle d'un produit afin de détecter des déviations significatives,
- 8) pour vérifier qu'un produit donné est du type ou de la qualité convenable pour l'usage en vue duquel il a été prévu ou suggéré de l'utiliser,
- 9) pour contrôler les modifications d'une propriété dans le temps;
- c) **buts réglementaires:** par exemple, pour obtenir ou préparer un échantillon:

- 1) pour vérifier que le produit offert à la vente ou à l'admission dans le pays satisfait aux exigences réglementaires (protection du consommateur, contrôle de l'hygiène, etc.),
- 2) pour le conserver comme échantillon de référence,
- 3) pour examen en rapport avec des recherches criminelles,
- 4) pour examen en rapport avec des méthodes de déversement du produit dans les alentours, et pour lesquelles un contrôle réglementaire existe en ce qui concerne sa nature et sa composition.

NOTE — La préparation des échantillons pour essai à partir des échantillons pour laboratoire ne fait pas partie de la méthode d'échantillonnage à partir d'un lot.

4.4 Domaine d'application

Ce chapitre doit contenir toutes les informations requises pour permettre à l'utilisateur de juger si la Norme internationale est applicable au(x) produit(s) considéré(s) ou d'en connaître les limites, en ayant à l'esprit:

- a) les raisons pour lesquelles les échantillons sont demandés;
- b) l'erreur maximale d'échantillonnage acceptable si cet objectif doit être réalisé dans les limites de précision déduites, par exemple, des niveaux de probabilité, en utilisant ces échantillons et compte tenu des essais auxquels ils doivent être soumis.

Il doit contenir en particulier une indication du ou des produits auxquels la méthode s'applique et les limites entre lesquelles la méthode peut être utilisée sans modification. Les limites tiennent compte de l'influence de la variabilité à l'intérieur des lots et de la nécessité, par exemple, d'insérer des opérations auxiliaires telles que le classement en sous-lots et un examen particulier sur place ou dans un laboratoire. Les divers facteurs suivants sont à considérer dans la définition du domaine d'application du document :

- a) destination du produit (par exemple, consommation directe, produit brut, produit intermédiaire, additif de fabrication, sous-produit à vendre, rebut, effluent ou produit fini);
- b) état physique du produit (par exemple, liquide, poudre, morceaux, gaz);
- c) importance de la livraison ou du lot;
- d) si la méthode est applicable au produit en vrac ou emballé; dans ce dernier cas, si nécessaire, l'importance, la nature et le nombre d'emballages devraient également être indiqués;
- e) le genre d'examen pour lequel les échantillons sont demandés (par exemple, physique, chimique, sensoriel, bactériologique, ou essais combinés);
- f) le niveau de distribution dans le commerce (par exemple, vente en gros, commerce de détail).

4.5 Références

Ce chapitre doit fournir une liste complète de tous les documents indispensables à l'utilisation de la Norme internationale.

NOTE — Cette liste n'est pas prévue pour les documents ayant seulement servi de références durant la préparation de la Norme; de tels documents peuvent être, si nécessaire, cités dans le chapitre ou le paragraphe concerné.

4.6 Définitions

Les termes utilisés dans la Norme internationale doivent être, autant que possible, choisis parmi ceux définis dans l'annexe A de la présente Norme internationale, à laquelle il doit être fait référence. Ces termes, ainsi que tous termes supplémentaires, doivent être donnés dans ce chapitre avec leurs définitions, s'il est souhaitable de les reproduire pour la convenance de l'utilisateur ou s'ils sont nécessaires pour faciliter la compréhension du texte. (Voir également 2.4.)

4.7 Principe (de la méthode d'échantillonnage)

Le présent chapitre doit définir brièvement les étapes essentielles de la méthode à utiliser, en donnant les raisons justifiant le choix des modes opératoires. La nature du produit à échantillonner, le but de l'échantillonnage et un plan d'échantillonnage approprié au niveau du contrôle désiré déterminent souvent la méthode à utiliser.

Ce chapitre devrait inclure l'efficacité du plan d'échantillonnage utilisé et toutes les hypothèses faites dans le calcul de cette efficacité. La méthode d'échantillonnage choisie est dépendante du principe qui a été adopté, autant que du domaine d'application.

Des exemples de différents buts, pour lesquels l'échantillonnage est effectué, sont indiqués ci-après :

- a) échantillonnage en vue de juger de l'hétérogénéité d'un lot global;
- b) échantillonnage en vue de juger de la variabilité entre les individus d'un lot et la distribution de fréquence dans ce lot;
- c) échantillonnage en vue de juger de la valeur moyenne d'une caractéristique d'un lot;
- d) échantillonnage en vue de juger de la variabilité entre différentes fractions du lot (échantillonnage par zone, échantillonnage stratifié);
- e) échantillonnage en vue d'estimer le nombre d'individus défectueux dans un lot; compte tenu de la sévérité des défauts;
- f) échantillonnage en vue de juger de la variabilité, en fonction du temps, d'un produit en mouvement (échantillonnage continu, cinétique, ou périodique systématique);
- g) échantillonnage en tant que partie d'autres plans plus complexes comme:

- 1) échantillonnage par quotas, qui implique, dans le cas d'un lot hétérogène, le prélèvement de fractions aliquotes à partir de chacun des différents groupes formant un lot,
- 2) échantillonnage progressif, qui implique le contrôle, l'essai, ou les deux à la fois, aussi bien que l'échantillonnage.

Les raisons doivent indiquer également si le plan d'échantillonnage adopté est basé partiellement ou entièrement sur des principes statistiques, ou s'il suit un plan établi de façon arbitraire basé sur l'expérience ou l'opportunité (échantillon composite, échantillonnage multiple, échantillonnage à plusieurs degrés, etc.). Autant que possible, l'échantillonnage doit être basé sur des principes statistiques, et si tel est le cas, les erreurs d'échantillonnage estimées ou calculées doivent être indiquées. Pour permettre d'évaluer les risques d'échantillonnage de produits dont la distribution de la variable est inconnue, une hypothèse de distribution normale est fréquemment faite.

4.8 Dispositions administratives

Ce chapitre doit indiquer brièvement les dispositions administratives nécessaires, sur lesquelles l'attention de l'utilisateur de la Norme internationale doit être attirée.

4.8.1 Préposés à l'échantillonnage

Dans ce paragraphe, on peut donner des détails sur le nombre et le genre de préposés à l'échantillonnage demandés, y compris le personnel spécialisé nécessaire pour superviser. Une indication de la formation et des qualifications peut être donnée si ceci semble utile. Dans le cas d'échantillonnage à des fins réglementaires, l'attention doit être attirée sur la nécessité d'avoir des agents d'échantillonnage désignés officiellement.

NOTE — Dans certains cas, il peut être utile de faire état de l'existence d'organisations spécialisées dans l'échantillonnage opérant sous contrat pour des besoins commerciaux ou d'arbitrage.

4.8.2 Représentation des parties intéressées

Lorsque la méthode normalisée d'échantillonnage doit être utilisée, ou peut être nécessaire, pour des implications réglementaires, pour régler des litiges, pour des procédures d'arbitrage, etc., cas où il est nécessaire d'avoir des preuves de l'authenticité des échantillons prélevés, ceci doit être précisé clairement et des dispositions pour les parties concernées qui doivent témoigner des opérations d'échantillonnage doivent être prévues. On a souvent recours à des agents d'échantillonnage indépendants pour représenter certaines parties.

On mentionne ci-après quelques exemples des parties ou de leurs agents dont la représentation peut être demandée:

- a) propriétaires, fabricant ou industriels, producteurs ou vendeurs du produit constituant le lot;
- b) propriétaires de l'emballage dans lequel le produit est stocké ou transporté;
- c) transporteurs du lot;
- d) assureurs concernés;
- e) acheteurs du lot.

Si l'échantillonnage a pour objectif de déterminer la conformité à des caractéristiques réglementaires, celui-ci doit être effectué selon les spécifications édictées par le gouvernement. Si le lot est impliqué dans un litige, une autorisation des autorités peut être nécessaire pour un échantillonnage complémentaire et pour la présence des parties en cause.

4.8.3 Précautions sanitaires, sûreté et sécurité

La Norme internationale doit, si nécessaire, prévoir toutes les instructions convenables pour réduire les aléas d'ordre sanitaire et de sécurité, ainsi que les risques concernant la sécurité, au cours de l'échantillonnage. Dans ce but, il doit être fait référence à tout code d'hygiène ou de sûreté applicable, concernant la manutention du produit en question et les opérations à l'endroit où l'échantillonnage doit être exécuté; mention devrait également être faite de l'équipement de sécurité nécessaire, des installations sanitaires, etc. qui doivent être fournis et utilisés. Si nécessaire, des instructions doivent être fournies pour la manipulation des chutes, casses et produits de rebut, ou des résidus, en y incluant les notices sur les antidotes, les mesures pour combattre le feu, etc. Ces instructions peuvent avoir une influence sur les exigences de marquage figurant en 4.13 et 4.14.

4.8.4 Signature du rapport d'échantillonnage

Il y a lieu d'attirer l'attention sur la nécessité, dans les cas se rapportant à 4.8.2, d'exiger, lors de la signature et de la contre-signature des rapports d'échantillonnage par les parties en cause, que les rapports provenant des agents d'échantillonnage effectuant sur demande des échantillonnages à des fins autres que réglementaires, précisent si les échantillons (ou l'échantillon) sont (ou est) en accord avec les clauses des règlements.

4.9 Identification et examen général du lot avant l'échantillonnage

Ce chapitre doit rappeler la nécessité:

- a) d'identifier le lot en question avant tout prélèvement d'échantillon et dans ce but, de comparer, si cela est nécessaire, le nombre, la masse, ou le volume, l'importance du lot, et le marquage sur les emballages et les étiquettes avec les inscriptions figurant sur les documents correspondants;
- b) de noter toutes caractéristiques concernant l'état du lot et celui de son environnement et ayant rapport au prélèvement d'échantillons représentatifs, celles-ci étant exigées pour le rapport d'échantillonnage;
- c) de séparer les parties endommagées du lot et/ou, si le lot est très hétérogène, de les diviser en fractions ayant des propriétés plus semblables, qui seront alors traitées comme des lots séparés;
- d) de préciser comment marquer, si cela est demandé, les unités individuelles ou les parties du lot, au moyen de nombres consécutifs, en vue de l'utilisation ultérieure, lors du prélèvement des échantillons au hasard, de tables de nombres aléatoires; en général, le numérotage des individus est arbitraire ou répond à un concept, mais la sélection des individus doit être basée sur le plan de numérotation employé;
- e) de préciser les intervalles ou stipulations dans les règles d'acceptation ou de rejet, si les méthodes appropriées d'échantillonnage sont utilisées;
- f) de préciser comment opérer avec les contaminants accidentels qui peuvent être éliminés facilement, si on le désire, avant de commencer l'échantillonnage et, si nécessaire, recueillis pour examen.

4.10 Équipement d'échantillonnage et conditions ambiantes

Ce chapitre doit préciser l'équipement et l'appareillage, en dehors de l'appareillage courant de laboratoire, nécessaires pour effectuer les opérations d'échantillonnage du début à la fin, leur liste étant indiquée dans un ordre logique.

L'équipement ou l'appareillage doit être approprié à l'utilisation dans les conditions de l'échantillonnage envisagées et avec le produit dans l'état physique sous lequel il doit être échantillonné. Il doit être utilisé de manière à conserver l'état physique

initial du produit. Il doit s'agir, si cela est possible, d'équipement ou d'appareillage ayant fait l'objet d'une Norme internationale existante et, dans ce cas, la référence de la Norme internationale doit être donnée. Les appareils d'un type particulier et leur montage peuvent être utilement illustrés par un croquis ou un dessin qui, dans les cas appropriés, doit être conforme aux Normes internationales correspondantes élaborées par l'ISO/TC 10, *Dessins techniques*.

Il faut également mentionner dans ce chapitre toutes exigences (par exemple, stérilisation, maîtrise des conditions atmosphériques, éclairage, absence de poussière ou de courants d'air, etc.) qui peuvent être nécessaires pour la conduite efficace des opérations d'échantillonnage et pour la protection du produit à échantillonner, et des échantillons eux-mêmes, contre les effets nocifs de l'environnement. La mise en place et l'entretien de l'équipement d'un bout à l'autre de cette période d'utilisation, pendant, immédiatement avant, et après l'échantillonnage, doivent également être décrits dans ce chapitre.

4.11 Récipients et emballages spéciaux pour échantillons

Ce chapitre doit préciser toutes les spécifications nécessaires des récipients dans lesquels les échantillons doivent être placés et conservés, en liaison avec leur type, leurs dimensions et leur aptitude d'emploi. Cette spécification peut donc également se rapporter à la matière, aux couvercles, y compris leurs propriétés physiques et chimiques, et à la méthode de fermeture. Si certaines de ces spécifications font déjà l'objet d'une Norme internationale, celle-ci devra être donnée en référence. Si un mode d'emballage spécial de ces récipients est nécessaire après remplissage, par exemple pour maintenir la température dans des limites données, pour assurer la protection pendant le transport, la conformité avec des réglementations, etc., sa spécification doit être donnée dans le chapitre ou le paragraphe « Emballage des échantillons en vue du stockage et/ou du transport » (voir 4.13.3).

Lorsque l'on doit choisir les caractéristiques à préciser, il faut en particulier avoir à l'esprit les exigences générales suivantes :

- a) Propreté du récipient (il peut être nécessaire de spécifier un lavage spécial, un séchage, une stérilisation, ou un autre traitement avant le remplissage avec l'échantillon).
- b) Qualité du récipient, en particulier :
 - 1) absence d'influence de tous les éléments du récipient sur l'échantillon ;
 - 2) possibilité de résister, si nécessaire, aux divers traitements spéciaux mentionnés en a) ;
 - 3) solidité de l'emballage afin de résister aux risques encourus pendant le mode de transport choisi ; et, si l'emballage contient un produit présentant des risques, conformité avec les règlements en vigueur concernant son transport ; par exemple, dans le cas d'utilisation de récipients sous pression pour contenir l'échantillon, il faut choisir des emballages essayés à la pression convenable ;

4) possibilité de conserver le récipient sans altération pendant le temps nécessaire, par exemple d'éviter toute exposition indésirable à la lumière, chaleur ou autre radiation, ainsi que le passage d'humidité ou d'autres gaz ou vapeurs de l'extérieur vers l'intérieur de l'échantillon ou vice versa ;

5) choix des qualités des emballages destinés à contenir des échantillons donnés en fonction de la destination de ces échantillons ; par exemple, alors qu'un récipient à fermeture hermétique peut être demandé pour un échantillon destiné à déterminer la teneur en matières volatiles du produit, un sac en film de matière plastique peut convenir pour un échantillon du même produit destiné seulement à l'analyse granulométrique.

c) Espace libre à laisser dans le récipient après introduction de l'échantillon, en incluant éventuellement l'élimination de cet espace qui peut entraîner un changement défavorable dans l'état de l'échantillon (par exemple, barattage d'une crème).

4.12 Méthodes d'échantillonnage

4.12.1 Effectif de l'échantillon

Ce paragraphe doit préciser l'importance et le nombre des échantillons de chaque catégorie spécifiée (prélèvements élémentaires, échantillons globaux, échantillons pour laboratoire, etc.), en fonction de la nature et de l'importance du lot, et en accord avec les conditions d'acceptation du lot, si une interprétation statistique est nécessaire. Il doit aussi spécifier les positions dans l'espace ou dans le temps de prélèvement des échantillons.

4.12.2 Prélèvements élémentaires

Ce paragraphe doit donner des instructions adéquates pour les opérations conduisant à la collecte de tous les prélèvements élémentaires demandés. Si nécessaire, des instructions doivent aussi être données sur l'enregistrement d'informations permettant l'identification de chaque prélèvement élémentaire, en vue du remplissage des emballages (si cela est demandé à ce stade) avec des échantillons, et en vue de la protection ou de la disposition des lots qui ont été échantillonnés.

Ces opérations comprennent la vérification et l'emploi de l'équipement et de l'appareillage, lorsque cela est exigé, et toutes autres opérations préliminaires prescrites avant d'opérer le ou les prélèvement(s) élémentaire(s). Par exemple, mélange, fusion, etc. du lot en vrac ou du contenu des emballages individuels destinés à être échantillonnés.

4.12.3 Préparation de l'échantillon global, et des échantillons réduits

Ce paragraphe doit décrire la préparation de l'échantillon global par apport simultané de tous les prélèvements élémentaires, suivi, si nécessaire et si le produit le supporte, de leur mélange pour arriver à avoir un échantillon global homogène ou un échantillon réduit par mélange et réduction, ce qui peut entraîner, lorsque c'est nécessaire, des opérations intermédiaires (mécaniques ou autres) de mélange, de réduction de la taille des particules et de division. Le mélange préliminaire des prélè-

vements élémentaires doit être évidemment évité si l'échantillonnage a pour but d'estimer l'hétérogénéité des lots ou la variabilité des caractéristiques telles que celles citées en 4.7. Si nécessaire, il faut prévoir de placer le ou les échantillon(s) obtenu(s) dans un emballage.

Ce paragraphe doit également décrire la méthode de préparation, à partir des échantillons obtenus précédemment, du nombre requis d'échantillons pour laboratoire de taille convenable, aussi identiques que possible, en les plaçant, si cela est approprié, dans des récipients à échantillons. Le nombre d'échantillons pour laboratoire doit être suffisant pour les essais de référence, d'arbitrage, contractuels et réglementaires.

4.12.4 Sélection des échantillons de produits préemballés

4.12.4.1 Comment utiliser les plans d'échantillonnage

Les critères statistiques à utiliser pour l'acceptation ou le rejet d'un lot à la base de l'échantillon ne doivent être appliqués aux produits préemballés qu'au cas où ils ont été fabriqués dans des conditions convenables [«good manufacturing practice» (GMP)].

Toute évaluation de la qualité par des principes statistiques suppose habituellement qu'on connaisse toutes les données relatives au produit ou à la propriété en question, ainsi que les résultats fournis par les services de contrôle de qualité de l'entreprise, avant l'échantillonnage.

Par l'interprétation et la publication systématique des estimations statistiques de ces données (par exemple, valeur moyenne, écart-type, distribution des propriétés choisies ou homogénéité des lots), un plan d'échantillonnage approprié, ou son adaptation à un cas particulier peut être choisi.

Le choix d'un plan d'échantillonnage doit tenir pleinement compte de toute information éventuellement disponible (comme mentionné précédemment) quant à la distribution des caractéristiques. Lorsqu'on choisit un système de méthodes, à partir de celles spécifiées dans l'ISO 2859¹⁾ ou dans l'ISO 3951²⁾, on doit prendre en considération toutes les caractéristiques spéciales de l'aliment ou du produit en question. Si les systèmes ne sont pas pris dans l'ISO 2859 ou l'ISO 3951, une explication complète relative au choix d'un système différent, doit être prévue dans le paragraphe, tout comme les raisons du choix du plan d'échantillonnage, en incluant celles des Normes internationales, doivent toujours être données.

En raison des divers objectifs qui peuvent exister simultanément lors d'un échantillonnage de produits alimentaires, différents plans d'échantillonnage peuvent être nécessaires pour estimer les défauts des denrées (plans de contrôle par attributs), le contenu net (plans spéciaux de contrôle par mesures), les critères de composition (plans de contrôle par mesures avec écart-type inconnu) et les propriétés relatives à la santé (par exemple, contaminant, par plans de contrôle applicables à des conditions hétérogènes).

Lorsqu'un contrôle par mesures (ISO 3951) est adopté, la préférence sera donnée à des plans basés sur la variance concernant l'aspect le plus hétérogène. En cas d'un niveau de contrôle

avancé ou lorsqu'on dispose de renseignements supplémentaires en quantité suffisante, des changements du niveau de contrôle peuvent être introduits. (Afin d'avoir une vue d'ensemble du contrôle par échantillonnage, un organigramme est présenté dans l'annexe C.)

4.12.4.2 Comment prélever des échantillons

Si possible, les individus doivent être prélevés selon une technique des nombres aléatoires. Il est préférable que chaque lot soit échantillonné une seule fois, indépendamment du type d'échantillonnage appliqué. Un nouvel échantillonnage est autorisé, seulement en cas de pollution ou de perte des individus prélevés.

La prise des individus doit être effectuée selon le plan d'échantillonnage exigeant le plus grand nombre d'individus. Pendant l'échantillonnage, un plus petit groupe d'individus doit être sélectionné pour fournir des données sur d'autres critères; ce choix doit être effectué au hasard et selon les spécifications de plans d'échantillonnage distincts. Si le nombre ou la masse des individus de l'échantillon est insuffisant pour des examens à buts multiples, des individus supplémentaires doivent être prélevés par la suite.

Si possible, prélever les individus pendant la manutention du lot (suivant la pratique commode de contrôle de la qualité par prélèvement d'individus sur des bandes transporteuses).

En général, les plans d'échantillonnage à niveau normal sont recommandés. Lorsque des examens destructifs sont effectués, une réduction de la taille des échantillons doit être envisagée (plans alternatifs). Si des échantillons importants sont prélevés, un mélange et une réduction sur le lieu d'échantillonnage doivent également être envisagés de façon à remettre dans le lot l'échantillon en excès.

4.12.4.3 Défauts critiques et limitatifs

Les méthodes d'échantillonnage servant au contrôle de défauts critiques (par exemple, destinées à mettre en évidence la présence d'aliments présentant des risques pour la sécurité en quantité négligeable) sont souvent appliquées dans des conditions hétérogènes.

Les défauts critiques forment une catégorie spéciale. La solution généralement adoptée, lorsqu'il s'agit d'un contrôle non destructif consiste à admettre que l'effectif d'un échantillon égal à l'effectif d'un lot est appliqué avec un critère d'acceptation nul. Si l'on estime toutefois que tout défaut particulier ne justifie pas l'emploi de cette méthode, on devra sérieusement envisager de le reclasser en tant que défaut principal (voir ISO 2859).

Lorsque le seul contrôle possible pour des défauts critiques est destructif (ce qui est souvent le cas pour des produits agricoles alimentaires), un échantillon représentant 100 % du lot ne peut être utilisé. L'effectif d'un échantillon peut être calculé en reliant le pourcentage de défectueux (quantité de produits dans lesquels le défaut critique ou limitatif est trouvé une fois en moyenne) avec le risque que l'on prend de ne pas trouver de défectueux (voir l'ISO 2859).

1) ISO 2859, Règles et tables d'échantillonnage pour les contrôles par attributs.

2) ISO 3951, Règles et tables d'échantillonnage pour les contrôles par mesures des pourcentages de défectueux.

Habituellement, les caractéristiques critiques ou limitatives sont irrégulièrement distribuées; elles ne peuvent être estimées que sur la base des courbes d'efficacité en forme de «J» inversé (critère d'acceptation zéro). Si la caractéristique interdite (essentiellement un attribut) était uniformément distribuée, la qualité du lot pourrait être estimée sur la base d'un individu unique.

4.12.4.4 Aspects économiques

Après avoir fixé le type de plan, ainsi que la méthode concrète d'échantillonnage, il est recommandé d'estimer par lot la totalité des heures de travail nécessaires au prélèvement et à l'examen des échantillons, et le coût de l'ensemble de l'opération, y compris le coût des échantillons eux-mêmes. Cela aidera les parties intéressées à apprécier les relations entre exigences de fiabilité et rentabilité.

NOTE — Précautions sanitaires et de sécurité

Des instructions spéciales ou des avis doivent être inclus dans les instructions ci-dessus (4.12.2 à 4.12.4), lorsque les opérations comportent des dangers pour la santé ou la sécurité. (Voir également 4.8.3.)

4.13 Emballage, scellement et marquage des échantillons ou des récipients pour échantillons

4.13.1 Remplissage et scellement des emballages pour échantillons

Ce paragraphe doit préciser la méthode pour remplir, fermer, garantir et sceller l'emballage, y compris toutes précautions particulières ou les soins à prendre dans ces opérations. Il est important que chaque échantillon soit identifiable sans équivoque; par suite, pour éviter toute erreur, l'échantillon ou l'emballage dans lequel celui-ci doit être mis, doit être muni d'un marquage d'identification immédiatement avant ou après le prélèvement de cet échantillon.

Toutes les instructions nécessaires pour la conservation de l'échantillon doivent être prévues dans ce paragraphe, par exemple:

- a) maintien d'un espace libre correct dans l'emballage;
- b) emploi d'un gaz inerte ou d'un gaz approprié pour remplir l'espace libre dans le récipient;
- c) emploi d'un liquide inerte de couverture autour de l'échantillon;
- d) stérilisation physique ou chimique ou préservation du contenu de l'emballage pour échantillon;
- e) utilisation, dans des cas particuliers, de fermetures munies de soupapes de sécurité, afin d'éviter l'établissement d'une pression excessive dangereuse;
- f) ventilation des produits du métabolisme des tissus vivants (par exemple, respiration des produits végétaux).

4.13.2 Marquage

4.13.2.1 Ce paragraphe doit préciser les renseignements qui doivent être marqués sur chaque emballage pour échantillon,

ou sur une étiquette convenablement attachée à celui-ci. S'il n'est pas possible d'attacher une étiquette, il est recommandé d'utiliser un numéro unique d'échantillon, relevé sur un livret d'enregistrement donné, en indiquant le minimum de renseignements d'identification, le reste des renseignements nécessaires étant noté sur la fiche d'enregistrement. Ces renseignements doivent comprendre:

- a) la désignation du produit (nom, catégorie, spécification);
- b) l'origine du produit (fabricant, producteur, industriel, vendeur, contrat ou numéro d'ordre);
- c) la référence du rapport d'échantillonnage;
- d) le numéro du lot ou du lot de fabrication;
- e) le numéro de l'emballage;
- f) le type d'échantillon;
- g) l'endroit où l'échantillon est prélevé;
- h) le lieu, la date et l'heure de l'échantillonnage;
- i) le nom de l'échantillonneur;
- j) tout avertissement, si cela est nécessaire, en ce qui concerne la date limite acceptable pour l'examen de l'échantillon ou dans le cas d'un produit dangereux;
- k) la destination de l'échantillon.

4.13.2.2 Si nécessaire, la méthode de marquage des échantillons pourra être spécifiée.

NOTE — Il est essentiel que les étiquettes adhèrent bien et que celles-ci et leurs marquages continuent à remplir leur fonction, même si elles ont été en contact avec l'échantillon et exposées aux conditions les plus sévères du stockage que l'on peut raisonnablement prévoir pour l'échantillon. Si cela est souhaitable, préciser les revêtements protecteurs convenables pour les étiquettes et les marques.

4.13.2.3 Toutes exigences particulières qui doivent être marquées à l'extérieur des échantillons emballés, dans le but de renseigner les transporteurs devraient être spécifiées, par exemple: « fragile, à conserver au froid, à conserver en atmosphère réfrigérée à ... °C, à maintenir au sec, à conserver loin d'une source de chaleur ». Tout marquage de précaution, par exemple, dans le cas de marchandises dangereuses, devrait être également bien mis en évidence.

4.13.3 Emballage des échantillons une vue du stockage et/ou du transport

4.13.3.1 Généralités

Ce paragraphe doit préciser le mode d'emballage nécessaire pour remplir les conditions exigées pour le stockage (par exemple, paquets réfrigérés) et pour résister aux conditions de transit ou de transport.

NOTE — Un avertissement devrait être inclus, précisant que des échantillons de produits incompatibles qui constituent un danger ou provoquent des effets délétères s'ils sont mis en contact, par exemple, en provoquant une altération de denrées alimentaires, ne doivent pas être emballés ensemble dans le même paquet.

4.13.3.2 Emballage pour l'expédition et le transport

4.13.3.2.1 Si le produit est classé comme toxique, il y aura également lieu de spécifier ce qui suit:

- a) l'emballage conforme aux règlements imposés par le moyen de transport;
- b) les étiquettes de danger qui peuvent être nécessaires et/ou les marquages exigés par la réglementation sur les transports.

4.13.3.2.2 Si le produit est un liquide et/ou est toxique, il y aura également lieu de préciser ce qui suit:

- a) la quantité et le type de produit qui doit être utilisé pour absorber et/ou neutraliser l'échantillon en cas de fuite ou de casse;

NOTE — La spécification devrait préciser qu'il doit y avoir suffisamment de produit absorbant sous l'emballage pour échantillon, quelle que soit sa position, afin de pouvoir absorber tout l'échantillon.

- b) si nécessaire, une spécification pour un emballage extérieur étanche aux liquides pour assurer une protection supplémentaire en cas de fuite ou de casse.

4.14 Précautions pendant le stockage et le transport des échantillons

Ce chapitre doit faire référence aux conditions de stockage favorables à la conservation de l'échantillon, et en particulier, lorsque cela est nécessaire:

- a) en vue de maintenir des conditions ambiantes dans des limites convenables d'éclairage, température, humidité relative, pression et vibration;
- b) en vue de maintenir la position la plus convenable que doit avoir l'emballage pour son stockage, par exemple, avec fermeture en haut ou en bas.

De plus, pour la plupart des produits, la durée maximale de conservation recommandée dans ces conditions préférentielles doit être fixée.

La durée de conservation dans des conditions moins favorables peut utilement être mentionnée pour information, si elle est connue, mais l'attention doit être attirée, lorsque cela est nécessaire, sur les risques de détérioration des échantillons au cours du stockage ou du transit. On doit indiquer une durée maximale de stockage et de transit dans les cas où les échantillons peuvent subir des modifications graves et irréversibles (par exemple échantillons non préservés destinés à l'examen bactériologique).

Pour les échantillons devant être transportés, ce chapitre doit contenir toutes les instructions ou recommandations qui puissent être applicables dans la sélection des modes de transport appropriés, et pour prévenir le transporteur de tout danger à éviter. Ces dangers peuvent comprendre, par exemple, les problèmes de débordement, le risque de contamination par des substances malodorantes, les dommages résultant de chocs ou de vibrations. Lorsque de tels risques existent, ce chapitre peut utilement faire aussi référence à l'équipement et aux produits recommandés pour y remédier si ces dangers survenaient.

4.15 Procès-verbal d'échantillonnage

Ce chapitre doit spécifier la préparation d'un rapport adéquat sur le produit échantillonné et sur la méthode d'échantillonnage elle-même. Lorsque cela est nécessaire, il doit mentionner les détails sur l'état du lot échantillonné, ainsi que les autres renseignements obtenus lors du contrôle qui fait partie de la responsabilité de l'échantillonneur. Les chapitres suivants donnent les indications parmi lesquelles peuvent ou doivent être choisies celles qui figureront sur le procès-verbal d'échantillonnage.

4.15.1 Détails administratifs

- a) la désignation et l'identification du produit échantillonné;
- b) le nom ou la catégorie de produit;
- c) la spécification du produit;
- d) le nom du fabricant, du producteur, de l'industriel et/ou de l'importateur, du distributeur, du vendeur, etc., selon le cas;
- e) le lieu de fabrication ou de production et de réception;
- f) la date de fabrication ou de production;
- g) la référence du fabricant ou du producteur ou le numéro de code, ainsi que tous renseignements appropriés figurant sur l'étiquette (lorsque l'inscription est permanente, cela doit être indiqué), tels que date limite d'utilisation, liste et proportions d'ingrédients (y compris additifs), etc.;
- h) le contrat du client ou le numéro de code;
- i) la quantité totale couverte par le contrat ou l'ordre;
- j) la taille et le nombre des individus constituant le ou les lots, en même temps que les détails de marquage ou référence au document donnant ces renseignements;
- k) les numéros du lot ou du lot de fabrication;
- l) le numéro de référence et la date de l'autorisation d'échantillonner;
- m) le lieu de l'échantillonnage;
- n) la date de l'échantillonnage et, si cela est nécessaire, l'intervalle de temps entre le premier et le dernier prélèvement élémentaire;