



LIGNES DIRECTRICES POUR RÉPONDRE AUX EXIGENCES DE LA NORME ISO 17025 CONCERNANT LA COMPÉTENCE DES LABORATOIRES D'ANALYSE SENSORIELLE, NOTAMMENT EN CE QUI CONCERNE L'HUILE D'OLIVE VIERGE

INTRODUCTION

Pour l'accréditation des laboratoires d'analyse sensorielle, toutes les exigences de l'ISO/IEC 17025:2017 doivent être respectées et vérifiées par l'organisme d'accréditation compétent. Cependant, comme la mise en œuvre de la norme dans les laboratoires d'analyse sensorielle présente certaines difficultés, le COI a publié ce guide supplémentaire, qui traite de la gestion organisationnelle correcte d'un laboratoire d'analyse sensorielle, telle qu'interprétée aux fins de la norme ISO/IEC 17025:2017.

OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Les lignes directrices décrivent les étapes à suivre pour se conformer aux exigences énoncées dans la norme ISO/IEC 17025:2017 pour l'accréditation des laboratoires d'analyse sensorielle, en particulier pour l'huile d'olive vierge, dans le cadre du système international d'accréditation des laboratoires d'essais.

Le présent guide a pour objet de fournir une source de recommandations, d'orientations et de suggestions pour les chefs de jury et aux laboratoires souhaitant obtenir une accréditation, ainsi qu'une source d'orientation et d'uniformité pour les inspecteurs responsables des systèmes d'audit pour l'analyse sensorielle de l'huile d'olive vierge.

Ce document de lignes directrices ne constitue pas une liste obligatoire des exigences pour l'accréditation d'un jury au titre de la norme ISO 17025:2017.

RÉFÉRENCES NORMATIVES

ISO/IEC 17025:2017. Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais.

ISO 9001:2015. Systèmes de management de la qualité - exigences.

ISO 13299:2016 : Orientations générales pour l'établissement d'un profil sensoriel

EA-4/09 G:2017. Accreditation for sensory testing laboratories

COI/T.20/Doc. N° 4. Vocabulaire général de base.

ISO 16657:2006. Appareillage - Verre pour la dégustation de l'huile d'olive (COI/T.20/Doc. N° 5).

COI/T.20/Doc. N° 6. Guide pour l'installation d'une salle de dégustation.

COI/T.20/Doc. N° 14. Guide pour la sélection, l'entraînement et le contrôle des dégustateurs qualifiés d'huile d'olive vierge.

COI/T.20/Doc. N° 15. Méthode d'évaluation organoleptique de l'huile d'olive vierge COI/T.20/Doc.

N° 22. Méthode d'évaluation organoleptique des huiles d'olive vierges extra en appellation d'origine.

COI/T.20/Doc. N° 17. Guide interne de contrôle de la qualité pour les laboratoires d'analyse sensorielle.

ISO 5555:2001. Graisses et huiles animales et végétales - Échantillonnage.

PORTEE DE L'ACCREDITATION

Les organismes d'accréditation agréés n'accréditent que les essais sensoriels objectifs qui sont dûment documentés et validés. Les laboratoires doivent prouver que les essais ont été effectués sous contrôle en démontrant qu'ils obtiennent des résultats qui s'inscrivent à l'intérieur de limites définies. Dans la mesure du possible, ils doivent également démontrer qu'ils obtiennent des résultats équivalents à ceux obtenus par d'autres laboratoires accrédités.

Les laboratoires d'analyse sensorielle accrédités doivent disposer d'une documentation adéquate démontrant la répétabilité et la reproductibilité des essais au sein d'un laboratoire donné et entre un nombre considérable de laboratoires (également appelés essais interlaboratoires).

Les laboratoires effectuant l'analyse sensorielle des huiles d'olive vierges doivent prouver aux inspecteurs chargés de l'accréditation qu'ils appliquent les normes de référence du COI pour la méthodologie d'essai lorsqu'ils effectuent cette analyse.

REVUE DES EXIGENCES

Exigences générales

Les principaux facteurs qui déterminent si les activités d'un laboratoire d'analyse sensorielle sont réalisées correctement et de manière fiable sont les suivants :

- Facteurs humains ;
- Conditions de l'environnement et du poste de travail ;
- Équipement ;
- Traçabilité des mesures ;
- Méthodes d'essai, d'étalonnage et de validation ;
- Manipulation de l'appareillage de l'essai ;
- Contrôle des registres techniques ;
- Assurance de la validité des résultats.

Le laboratoire doit tenir compte des facteurs susmentionnés lorsqu'il élabore des méthodes d'essai et des procédures connexes et lorsqu'il forme ou qualifie du personnel technique et des sujets sensoriels des huiles d'olive vierges.

Exigences structurelles (5 ISO//IEC 17025:2017)

Le laboratoire d'analyse sensorielle doit être une entité juridique ou une partie définie d'une entité juridique. Il doit définir l'organisation et la structure de sa direction et documenter ses procédures dans la mesure nécessaire pour assurer l'application cohérente de ses activités et la validité des résultats.

Le système de management mis en œuvre doit garantir l'identification des écarts et la mise en place de mesures visant à prévenir ou à minimiser de tels écarts, afin d'assurer la validité requise des activités du laboratoire.

Personnel (6.2 ISO/IEC 17025:2017)

Le directeur du laboratoire doit s'assurer que chaque personne participant aux essais est compétente et consciente de son rôle.

Pour les laboratoires effectuant l'analyse sensorielle des huiles d'olive vierges, le personnel comprend le *chef du jury* et le *chef de jury adjoint* et, éventuellement, des techniciens de jury, qui assistent le chef de jury dans l'exécution des essais sensoriels. Les évaluations sensorielles des huiles d'olive vierges sont réalisées par les sujets sensoriels des huiles d'olive vierges (dégustateurs), qui disposent des outils d'analyse pour effectuer l'essai. Généralement, ils ne font pas partie du personnel car leur fonction principale n'est pas liée à la gestion du laboratoire d'analyse sensorielle. Les dégustateurs sont recrutés parmi les membres du laboratoire, de l'organisation à laquelle il appartient ou parmi des membres extérieurs et ils constituent un véritable instrument de mesure. Les laboratoires d'analyse sensorielle doivent veiller à ce que les dégustateurs opèrent selon les principes du volontariat, de l'impartialité et de la confidentialité de toutes les informations privées.

La norme de référence COI/T.20/Doc. N° 14 précise la formation requise du chef de jury et des sujets sensoriels de l'huile d'olive vierge. Elle définit également la méthodologie pour déterminer le seuil de détection du jury des attributs caractéristiques, pour sélectionner des dégustateurs selon la méthode de classification d'intensité et les techniques de contrôle de la performance des jurys.

A) Chef de jury

L'analyse sensorielle doit être effectuée sous la supervision d'un chef de jury dûment qualifié et expérimenté. La direction doit assigner au responsable du jury un poste dans l'organigramme. Elle doit fournir les moyens nécessaires et le temps suffisant pour que le chef de jury puisse s'acquitter de ses tâches et doit reconnaître comme il se doit le travail accompli.

Le paragraphe 8.1 du document COI/T.20/Doc. N° 15 "Méthode d'évaluation organoleptique de l'huile d'olive vierge" décrit en détail les tâches des chefs de jury et le paragraphe 7.2 du document COI/T20/Doc. N° 14 précise les qualifications et l'expérience requises pour les chefs de jury.

B) Sujets (dégustateurs)

Un jury d'analyse sensorielle est un outil de mesure et les résultats des analyses effectuées dépendent des membres du jury. Les dégustateurs d'un jury étant les instruments de mesure de l'analyse sensorielle, des exigences strictes en termes de qualification sont requises pour que le dégustateur soit membre d'un jury et donne des résultats fiables. Ces exigences sont précisées au paragraphe 7.1 du document COI/T20/Doc. N° 14.

Le laboratoire doit documenter le programme de sélection et d'entraînement pour s'assurer que tous les sujets sensoriels sont correctement formés à leur rôle.

C) Requalification

Le laboratoire doit mettre en place des procédures et des critères pour la requalification des sujets sensoriels qui n'ont pas effectué un essai depuis un certain temps ou dont les résultats ne se situent pas dans des limites acceptables. Le paragraphe 6 du document COI/T20/Doc. N° 14 précise les cas dans lesquels un dégustateur doit être requalifié.

Installations et conditions ambiantes (6.3 ISO/IEC 17025:2017)

6.3.1. Le laboratoire doit disposer de tout le matériel nécessaire pour assurer la réalisation optimale des essais sensoriels. Le matériel de laboratoire doit faciliter l'exécution des essais.

Les verres de dégustation et le dispositif pour chauffer les verres à la température optimale sont essentiels pour la dégustation des huiles d'olive vierges. Les détails techniques du verre de dégustation et de l'appareil de chauffage sont donnés dans la norme COI/T.20/Doc. N° 5 (ISO 16657:2006).

Le chef de jury doit s'assurer que les conditions environnementales sont adéquates afin que les résultats ne soient pas invalidés ou de moindre qualité.

6.3.2. Le chef de jury doit *surveiller, maîtriser et enregistrer* les conditions ambiantes, qui doivent être conformes aux spécifications. La température ambiante recommandée est spécifiée dans la norme de référence pour l'installation d'un laboratoire effectuant l'analyse sensorielle des huiles d'olive vierges (COI/T.20/Doc. N° 6), pour assurer le *confort* des dégustateurs lors des analyses.

Une attention particulière doit être accordée lors de l'échantillonnage de l'huile d'olive vierge. Des installations appropriées doivent être disponibles pour stocker le produit dans des conditions de température contrôlée au moyen de systèmes qui peuvent être vérifiés et enregistrés.

6.3.3. Les essais doivent être effectués dans un endroit spécialement prévu à cet effet. En général, les locaux utilisés pour effectuer les essais sensoriels doivent être calmes et exempts de distractions. Ils doivent disposer de cabines individuelles pour réduire au minimum le contact visuel, de surfaces inodores, d'une ventilation et d'un éclairage adéquats ; les murs doivent être de couleur neutre. Une zone distincte doit être réservée à la préparation des échantillons (COI/T.20/Doc. N° 6).

6.3.4. Si la zone de préparation des échantillons n'est pas à proximité de la zone d'analyse, il faut être prudent lors du transport des échantillons. L'accès à la zone de préparation des échantillons par les membres du jury doit être contrôlé pour éviter que des repères visuels n'influencent l'analyse.

6.3.5. Le directeur du laboratoire et les techniciens doivent être conscients de l'importance de maintenir les zones d'essai et de préparation des échantillons propres et en ordre.

Équipements (6.4 ISO/IEC 17025:2017)

Le laboratoire doit disposer de tous les équipements nécessaires pour l'échantillonnage, le stockage et l'évaluation sensorielle des huiles d'olive.

Le laboratoire doit procéder régulièrement à l'entretien et aux contrôles pour s'assurer que l'équipement est conforme aux spécifications techniques. Des étalonnages et des contrôles sont nécessaires lorsque l'équipement peut avoir une influence significative sur le résultat de l'essai.

Les équipements qui ne sont pas utilisés directement dans les analyses ou les essais, tels que les machines à laver ou les purificateurs d'eau, doivent être soumis à un programme d'entretien et de nettoyage approprié. *Le laboratoire doit tenir un registre des travaux d'entretien.*

L'équipement doit être étiqueté. Chaque pièce d'équipement doit être identifiée, à l'exception des verres de dégustation et des couvercles.

Les étalonnages réguliers et tout entretien doivent être enregistrés pour chaque pièce d'équipement identifiée. Le registre doit indiquer :

- Identification
- Nom du fabricant
- Contrôles de conformité
- Emplacement dans le laboratoire
- Instructions du fabricant
- Dates et certificats d'étalonnage
- Plan d'entretien
- Non-conformités évidentes (les équipements non conformes doivent être retirés de l'utilisation)

L'équipement nécessaire à l'évaluation sensorielle des huiles d'olive vierges comprend :

- Verre pour la dégustation des huiles d'olive vierges (COI/T.20/Doc. N° 5 - ISO 16657:2006)
- Dispositif de chauffage contrôlé par thermostat (COI/T.20/Doc. N° 5)
- Laboratoire d'analyse sensorielle (COI/T.20/Doc. N° 6)

La performance des appareils de chauffage dépend d'une série de variables. S'ils sont déterminants, il peut être nécessaire d'établir des profils de chauffage et de donner des instructions claires sur la manière d'utiliser les appareils sur la base de ces profils.

La température de l'huile pendant l'essai doit être vérifiée pour démontrer que tous les sujets ont dégusté l'huile à la même température (28 ± 2 °C).

Tracabilité métrologique (6.5 ISO/IEC 17025:2017)

Le laboratoire doit utiliser des matériaux de référence appropriés pour former les sujets sensoriels, pour superviser les résultats du laboratoire et pour valider et comparer les méthodes.

Ces matériaux sont des matériaux de référence certifiés (MRC) s'ils sont disponibles au laboratoire ; sinon, des échantillons provenant d'essais interlaboratoires effectués par le COI et d'autres fournisseurs accrédités (selon ISO 17043) peuvent être utilisés. Le contrôle de la qualité peut être effectué avec ces échantillons, conformément aux règles énoncées dans le document COI/T.20/Doc. N° 17. Lorsque cela n'est pas possible, le laboratoire doit préparer suffisamment de matériau interne et attribuer la valeur de référence au moyen de l'analyse d'au moins trois jurys accrédités. Les critères d'attribution des valeurs de référence du défaut principal et/ou de l'attribut fruité doivent être définis au préalable.

La gamme des échantillons doit être variée afin de couvrir différentes catégories, intensités et attributs de l'huile d'olive vierge, tout au long d'une campagne oléicole.

Le laboratoire doit définir la « date limite d'utilisation » du matériau de référence si le fournisseur ne l'a pas fait (c'est-à-dire les échantillons utilisés pour les essais de compétence).

Les matériaux de référence et les étalons chimiques doivent être clairement étiquetés de manière à pouvoir être identifiés facilement. Des informations doivent être disponibles sur la durée de validité, les conditions de stockage, l'applicabilité et les restrictions d'utilisation. Les matériaux de référence et les étalons doivent être manipulés de manière les protéger de toute contamination.

Sélection, vérification et validation des méthodes (7.2 ISO/IEC 17025:2017)

Les procédures qui complètent la méthode d'évaluation sensorielle doivent être courtes, concises et efficaces. Le laboratoire doit documenter la méthode avec tous les détails nécessaires pour garantir qu'elle est appliquée correctement.

La procédure d'analyse sensorielle doit comprendre :

- a) la composition du jury
- b) les exigences de formation des sujets sensoriels
- c) les conditions ambiantes et les installations spécifiques
- d) la préparation et la présentation des échantillons
- e) la procédure d'exécution de l'essai
- f) la supervision et le contrôle du sujet
- g) les méthodes d'analyse statistique des résultats

La méthode d'analyse sensorielle utilisée fait appel à des techniques robustes, également appelées techniques *libres de distribution*, insensibles aux valeurs aberrantes.

Le calcul de la médiane et du témoin à partir du CV_r% (valeur non linéaire inversement proportionnelle à l'intensité de l'attribut) permet de surmonter ces contraintes.

La norme COI/T.20/Doc. N° 15 définit la méthodologie générale pour la procédure d'évaluation sensorielle et spécifie la méthodologie statistique. La norme COI/T.20/Doc. N° 14 concerne la sélection, l'entraînement et le suivi des dégustateurs d'huile d'olive vierge.

Les données sont enregistrées et vérifiées à l'aide d'une feuille de calcul afin que les méthodes statistiques puissent être appliquées pour la robustesse des résultats. Les données sont contrôlées par le chef de jury qui peut décider de répéter l'essai ou de l'approuver et de le signer, autorisant et soumettant ainsi le rapport d'essai à la direction du laboratoire.

Validation des méthodes : La méthode de détermination de la catégorie commerciale des huiles d'olive vierges en fonction de leur profil sensoriel a été validée dans le cadre d'un essai de compétence de deux ans du COI impliquant un groupe international de jurys officiels hautement qualifiés à l'essai d'évaluation sensorielle des huiles d'olive vierges et par une validation statistique approfondie.

Vérification des méthodes : Chaque laboratoire doit vérifier la méthode en déterminant au moins la répétabilité et la reproductibilité. La vérification doit être réalisée périodiquement.

Manutention des objets d'essai (7.4 ISO/IEC 17025:2017)

Le laboratoire doit disposer de procédures appropriées pour s'assurer que les échantillons ne s'abîment pas ou ne s'endommagent pas et qu'ils peuvent être tracés au laboratoire.

L'échantillonneur est responsable du transport de l'échantillon au laboratoire, qui doit être fait dans les conditions appropriées (ISO 5555:2001). Le laboratoire est responsable de la manutention de l'échantillon à l'intérieur du laboratoire et doit respecter les règles dans la norme susmentionnée.

La salle de stockage où les produits sont conservés avant l'analyse doit être maintenue à une température contrôlée. Les registres correspondants doivent être disponibles. Le produit doit être traçable tout au long de l'essai, c'est-à-dire que des registres permanents doivent être tenus sur les mouvements de l'échantillon à l'intérieur du laboratoire.

Pour les échantillons qui ne sont pas conservés à température ambiante, le laboratoire doit disposer de moyens pour amener l'échantillon à la température correcte et homogène et pour maintenir cette température aussi longtemps que nécessaire. Le laboratoire doit conserver des registres prouvant que cette exigence est respectée.

Lorsque les contenants d'échantillons sont marqués, les feutres à forte odeur doivent être évités.

Enregistrements techniques (7.5 ISO/IEC 17025:2017)

Les enregistrements doivent être vérifiés régulièrement, mis à jour et suivis. Les enregistrements de chaque essai doivent contenir les informations nécessaires pour permettre de répéter l'essai dans des conditions aussi proches que possible de l'original. Les informations suivantes sont particulièrement importantes pour l'analyse sensorielle :

- (a) Instructions et questionnaires adressés aux sujets sensoriels
- (b) Feuilles de résultats des essais ou références à des fichiers informatiques
- (d) Codes d'identification des échantillons et (sous-)échantillons
- (e) Méthode de préparation des échantillons et équipement utilisé
- (f) Identité du personnel qui prépare les échantillons
- (g) Ordre de présentation des échantillons à chaque sujet et détails de la présentation
- (h) Identité des sujets et niveau de qualification approprié pour la méthode utilisée
- (i) Identité du responsable du jury
- (j) Définition de la méthode de recueil des données

(k) Définition de la méthode utilisée pour l'analyse statistique

Évaluation de l'incertitude de mesure (7.6 ISO/IEC 17025:2017)

L'analyse sensorielle est une discipline scientifique qui applique l'analyse statistique. Elle ne permet pas, néanmoins, un calcul strict, métrologique et statistiquement valide de l'incertitude de la mesure.

Dans certains cas, lorsqu'un résultat numérique est exprimé, l'estimation de l'incertitude peut être fondée exclusivement sur des données de répétabilité et de reproductibilité.

Assurance de la validité des résultats (7.7 ISO/IEC 17025:2017)

A) Contrôle interne de la qualité

Bien que les résultats des essais sensoriels soient vérifiés statistiquement ($CV_r \leq 20\%$ pour la médiane du défaut prédominant et de l'attribut fruité), le laboratoire d'analyse sensorielle doit disposer de procédures de contrôle de qualité adéquates pour vérifier la validité de ses résultats.

Quelle que soit la méthode utilisée pour le contrôle de la qualité, la même méthode doit être utilisée à chaque dégustation. Elle doit être documentée et accompagnée de critères d'acceptation et de rejet clairement définis. Les preuves correspondantes doivent exister et correspondre à l'information documentée.

Le niveau et le type de contrôle de la qualité dépendront de la nature et de la fréquence de l'analyse, ainsi que la difficulté et la fiabilité des essais. À titre d'orientation, la fréquence des contrôles de l'échantillonnage devrait porter sur au moins 9% de tous les échantillons analysés.

Les procédures internes de contrôle de la qualité doivent être appliquées à la fois au jury et à chaque dégustateur.

Le laboratoire doit définir des mesures de contrôle de la qualité dans les documents relatifs à son système qualité.

Les techniques utilisées pour le contrôle interne de la qualité dans les laboratoires d'analyse sensorielle de l'huile d'olive vierge sont expliquées dans le document COI/T.20/Doc. N° 17. Elle comprend un large éventail de procédures, mais l'application de toutes ces procédures n'est pas obligatoire. C'est au chef du jury de sélectionner les procédures qui garantissent la compétence des dégustateurs et du jury et de prouver que les résultats sont fiables.

B) Essais d'aptitude (7.7.2 ISO/IEC 17025:2017)

Les laboratoires sont tenus, conformément à la norme ISO/IEC 17025:2017, de participer périodiquement à des essais d'aptitude (recommandé au moins une fois par an). Dans certains cas, comme pour les laboratoires de contrôle officiels, la participation peut être obligatoire.

Les laboratoires doivent appliquer un contrôle de qualité externe non seulement pour détecter d'éventuelles erreurs systématiques, mais également pour vérifier la validité de l'ensemble du système qualité.

Ils doivent évaluer la qualité des résultats obtenus lors de ces essais et émettre le rapport correspondant en fonction de leurs propres critères, ainsi que l'évaluation effectuée par l'organisateur de l'essai d'aptitude.

Au moins trois critères simultanés sont utilisés pour ce type d'évaluation :

- Les laboratoires doivent classer correctement l'échantillon, en tenant compte de l'incertitude lorsque les échantillons se situent dans les limites entre deux catégories.
- Les laboratoires doivent obtenir un z-score satisfaisant ($\pm 2,0$) pour les attributs de classement. Le seuil d'action pour le z-score est $\pm 3,0$.
- L'intensité des attributs de classification doit s'inscrire dans les limites préalablement définies. Cette évaluation est effectuée en utilisant l'erreur normalisée (E_n), définie comme suit :

$$E_n = \frac{|Me_{lab} - Me_{pt}|}{\sqrt{U_{lab}^2 + U_{pt}^2}} \leq 1,0$$

où :

- Me_{lab} est la valeur de la médiane de l'attribut (positif ou négatif) obtenue par le laboratoire.
- Me_{pt} est la valeur de la médiane assignée à l'essai d'aptitude pour le même attribut.
- U_{lab} est ($c * U_{lab}$), avec c (facteur de couverture) = 1,96 pour un intervalle de confiance de 95%, et U_{lab} est la valeur s^* expérimentale obtenue par le laboratoire.
- U_{pt} est ($c * U_{pt}$), avec $c = 1,96$ pour un intervalle de confiance de 95%, U_{pt} étant la valeur cible s^* de l'essai d'aptitude.

L'erreur normalisée doit être égale ou inférieure à 1,0.

Pour l'huile d'olive vierge extra, le z-score et la valeur E_n de l'attribut fruité doivent être calculés. Pour les autres catégories, le calcul sera effectué pour la médiane du défaut prédominant et du fruité, si ce dernier est présent.

Les causes de tout résultat non conforme doivent être étudiées et des mesures correctives doivent être établies et évaluées après leur mise en œuvre afin de démontrer que les causes des mauvais résultats ont été corrigées. Des enregistrements de ces activités doivent être conservés.

Rapport sur les résultats (7.8 ISO/IEC 17025:2017)

Les résultats doivent être présentés dans un rapport d'essai comprenant les sections suivantes :

- Titre (rapport d'essai)
- Nom et adresse du laboratoire et lieu où les essais ont été effectués
- Identification claire et sans équivoque du rapport d'essai sur chaque page
- Nom et adresse du client
- Identification claire des données fournies par le client : le laboratoire n'est pas responsable de cette information
- Spécification claire de la méthode utilisée
- Description, état et identification des échantillons à analyser
- Date de réception des échantillons
- Date de l'analyse
- Date d'émission du rapport
- Référence aux plans d'échantillonnage, le cas échéant
- Résultats des essais - Classement précis de l'échantillon ou identification du profil sensoriel déterminé
- Nom, fonction et signature de la personne autorisant le rapport

Si des avis ou des interprétations sont donnés dans le rapport, ils doivent être clairement identifiés comme tels et être fondés sur les résultats de l'essai. Le laboratoire doit documenter le processus d'émission des avis et interprétations dans la procédure appropriée. De même, les personnes qui exercent cette activité doivent être identifiées et autorisées par la direction sur la base de leur formation et de leur expérience.

Lorsqu'un rapport publié est modifié ou corrigé, les modifications doivent être clairement indiquées et la raison de ces changements doit être justifiée. Un amendement ne peut être apporté que si un autre document est publié et indique clairement qu'il s'agit d'une correction d'une analyse antérieure, qui doit être référencée.