

Assurer le suivi des phénols volatils avec Qualité !



A l'image du dosage de l'acidité volatile dans le cadre de la problématique des bactéries acétiques, le dosage des phénols volatils est devenu une analyse de référence dans la prévention et le suivi du risque *Brettanomyces*. Cette stratégie analytique est parfaitement cohérente à condition bien sûr de respecter certaines rigueurs analytiques notamment en termes d'exigences de qualité. Malheureusement ces derniers temps, force est de constater que la course à l'analyse la moins chère et/ou la plus rapide fait rage et perturbe le technicien souhaitant disposer avant tout du résultat le plus fiable.

UNE ANALYSE ACCRÉDITÉE COFRAC

Historiquement, les laboratoires SARCO et EXCELL furent parmi les premiers laboratoires d'analyses œnologiques à être accrédités COFRAC sur les dosages des phénols volatils.

L'accréditation COFRAC est un processus complexe, exigeant, rigoureux et coûteux pour un laboratoire. Il permet d'attester de la rigueur globale tout au long du processus analytique (enregistrement, analyse, rapport).

Compte-tenu de son importance pour nos partenaires, nous avons toujours maintenu l'accréditation COFRAC du dosage des phénols volatils tout en optimisant les méthodes, les techniques et les appareils d'analyses.

A ce jour le laboratoire EXCELL, né de la fusion des laboratoires SARCO et EXCELL, regroupe une vingtaine de chromatographes pilotés par une équipe de neuf experts en chimie analytique, et encadrés par deux qualificateurs à plein temps.

Nous souhaitons ici préciser nos exigences en matière de qualité sur une analyse aussi essentielle que le dosage des phénols volatils. En effet, celle-ci ne doit pas devenir « un consommable » uniquement évalué par son prix mais bien un outil décisionnel fondamental dans le pilotage de la gestion du risque *Brettanomyces*.

QU'EST-CE QUE L'ACCRÉDITATION COFRAC ?

La réponse à cette question est clairement précisée sur le site du COFRAC : « *Délivrée en France par le COFRAC, l'accréditation est à la fois la clé de voûte et le premier maillon de la chaîne de confiance* » entre le demandeur de l'analyse et le laboratoire.

L'accréditation COFRAC atteste en toute objectivité et impartialité des compétences techniques et des processus du laboratoire. C'est une démarche initiée par le laboratoire qui témoigne d'une volonté et d'un engagement forts afin de démontrer son savoir-faire, le faire valider et reconnaître par un organisme tiers et officiel.

Cela implique au préalable :

- une validation complète de la méthode analytique pour appréhender les performances de celle-ci (Limite de détection et quantification, gamme dynamique, incertitudes, spécificité...). Ces termes sont définis dans l'Abécédaire ci-après (p4).
- la mise en place d'un système qualité de la réception de l'échantillon à l'émission du rapport d'analyses

Au quotidien, cela se traduit par :

- la réalisation de nombreux contrôles analytiques
- la participation à des chaînes inter-laboratoires (à titre d'exemple, lors du dernier EIL BIPEA, le dernier Z-score du laboratoire EXCELL était inférieur à 1 : soit 0,81 pour le 4-éthylphénol et 0,78 pour le 4-éthylgâïacol)
- l'évaluation fréquente du laboratoire par des audits internes et externes

Il s'agit aussi d'une vraie volonté de transparence.

Dans chacun de nos rapports d'analyses des phénols volatils vous trouverez la technique analytique employée, la limite de détection, la limite de quantification et l'incertitude de mesure (exemple ci-contre de rapport envoyé à nos clients). D'un point de vue applicatif, ce dernier point est essentiel afin de garantir des suivis précis et pouvoir détecter d'éventuelles hausses significatives.

Tout ce processus a un coût non négligeable qui est à la charge du laboratoire.

excell		RAPPORT D'ANALYSES N° :		
L'EXPERTISE ANALYTIQUE		À Floirac le 31/10/2019		
25 RUE ARISTIDE BERGES - 33270 FLOIRAC - FRANCE				
TEL. 05 57 77 96 27				
info@sarco.fr - www.sarco.fr				
Référence laboratoire				
Identification du prélèvement				
Site de prélèvement				
Informations complémentaires				
Appellation				
Matrice/Couleur	Vin rouge	Date de réception	29/10/2019	Volume
Millésime	2018	Date d'analyse	29/10/2019	
Paramètre	Méthode	Résultat	Incertitude	Unité
4-Ethyl-phénol [E4P] LD=3 LG=10	* SPME/GC/MS	203	15%	µg/L
4-Ethyl-gâïacol [E4G] LD=3 LG=10	* SPME/GC/MS	67	15%	µg/L
Ethyl phénols [E4P]+[E4G]	Calcul	270		µg/L
[E4P]+[E4G] / [Seuil de perception]	Calcul	0.63		

LE PROCESS D'ANALYSE DES PHÉNOLS VOLATILS CHEZ EXCELL

Au même titre que les analyses réglementées telles que les analyses exports, les analyses de substances soumises à réglementation (cuivre, méthanol, sulfates, allergènes...), le laboratoire EXCELL a placé le dosage des phénols volatils au centre de son système qualité.

Ce processus débute dès la collecte des échantillons. Pour nos partenaires locaux (Nouvelle Aquitaine), nous réalisons la collecte des échantillons et pour les partenaires plus lointains nous proposons des systèmes d'envois d'échantillons au travers desquels nous assurons la plus grande partie de la logistique (envoi de flacons, colis de renvoi affranchis).

Cela assure d'être garant de l'engagement du processus analytique au plus près de nos clients. Tout est pensé et organisé autour du processus analytique afin d'assurer une qualité et une garantie de service à nos clients.

Par la suite, au laboratoire, l'échantillon entre dans le processus du système de management de la Qualité. Outre la technique analytique en soi, le traitement du signal analytique et la validation du résultat sont des éléments clés.

A l'heure actuelle, pour des raisons de gain de temps et de coûts, il serait possible de tomber dans la facilité d'un envoi de résultats directement depuis le chromatographe sur la messagerie électronique du client sans aucune vérification. Chez EXCELL nous avons souhaité maintenir et entretenir l'intervention d'experts au travers d'un processus de double-validation. Après un contrôle de tous ses indicateurs, le technicien saisit le résultat. Ce dernier est vérifié par un premier expert qui contrôle le bon respect de la démarche analytique. Puis le résultat est définitivement validé et envoyé au client par un second expert qui atteste de sa cohérence dans le contexte analytique.

Lors de cette dernière étape, il nous est possible d'établir des fichiers avec le suivi en phénols volatils des lots afin d'alerter sur des hausses éventuelles.

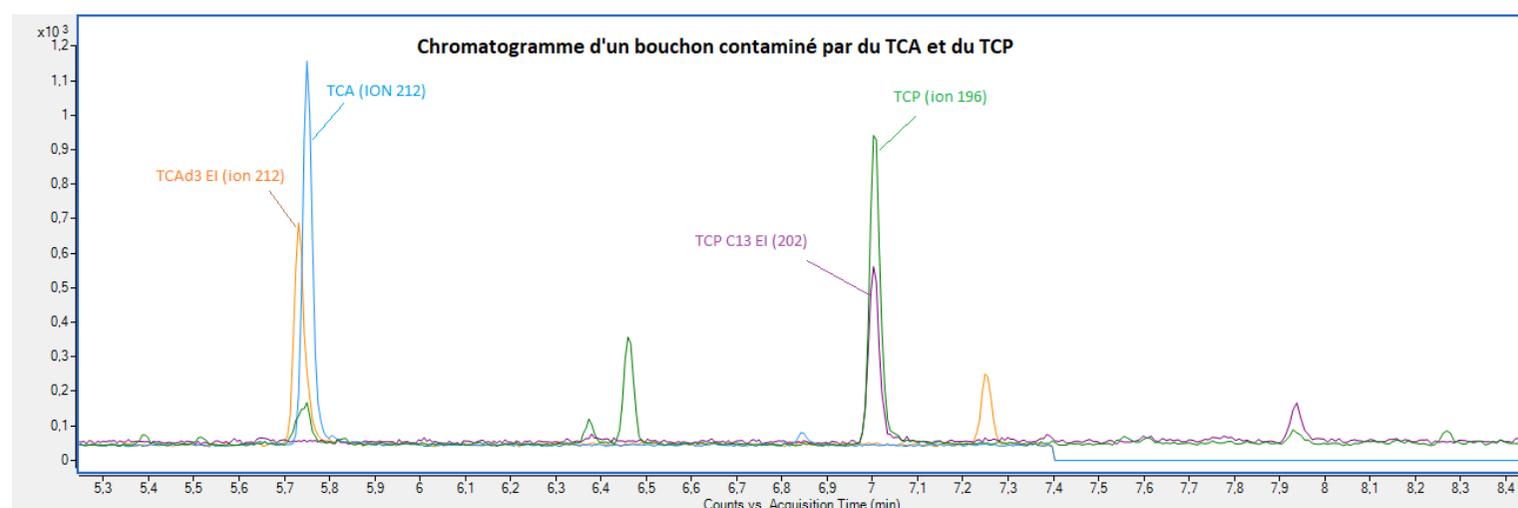
Cette démarche s'ajoute à celle de l'accréditation COFRAC en terme de prise en charge par le laboratoire. Mais toutes les deux permettent de consolider la confiance entre le client et le laboratoire et nous assurent de rendre un service le plus juste possible.

LES PHÉNOLS VOLATILS ET LES HA/HP : MÊME ENJEU !

Outre les phénols volatils, le dosage des HA/HP est aussi au centre de nombreux enjeux et là encore, la course à l'analyse la plus économe entraîne certains raccourcis de qualité. Le laboratoire EXCELL souhaite maintenir le respect des processus Qualité aussi bien dans le cadre des dosages de phénols volatils que des dosages des composés de type HA/HP qui est plus complexe au niveau analytique car nécessitant de quantifier de faibles traces.

Le laboratoire EXCELL était aussi pionnier sur ce dosage car le premier en France accrédité COFRAC pour la quantification du TCA sur matrice vins ou bouchons. Cette volonté d'excellence ne néglige aucun détail. Par exemple pour les autocontrôles, lors du dosage des HA/HP certaines méthodes analytiques n'incluent qu'un auto-contrôle sur le TCA.

Chez EXCELL, nous tenons à passer des auto-contrôles pour chacune des molécules : le TCA, le TeCA, le TBA et PCA, comme l'illustre la figure ci-après, avec l'isotope deutéré du TCA et l'isotope C¹³ du TCP, tous deux permettant de s'assurer de l'identité des pics à intégrer.



CONCLUSION

D'un côté les progrès des matériels analytiques sont indéniables et de l'autre les attentes de nos partenaires sont de plus en plus précises et exigeantes. Parmi ces exigences, celle inhérente à la qualité du résultat rendu et de la prestation de service nous semble prioritaires.

Nos accréditations COFRAC sont en ce sens un témoignage fort de nos engagements. Nul doute aussi qu'une analyse fautive est une analyse toujours bien trop chère. Ainsi, nous travaillons pour vous garantir la meilleure qualité de service possible à des prix de marché cohérents notamment pour les analyses aussi stratégiques que sont le dosage des phénols volatils et le dosage des haloanisoles et des halophénols.

Pour toute question complémentaire :
cecile.bergia@sarco.fr - 06 07 38 21 26
vrenouf@sarco.fr - 07 89 63 65 54



Auto-contrôle : valeur de référence dont la différence entre la valeur cible et la mesure ne doit pas excéder l'incertitude définie par le laboratoire.

BIPEA : le BIPEA est un organisme scientifique européen indépendant chargé d'organiser des chaînes interlaboratoires (EIL). L'adhésion au BIPEA est une démarche de volontariat pour un laboratoire. Cela démontre son souhait de pouvoir se confronter à des valeurs de référence afin de pouvoir s'assurer de la qualité de ses processus analytiques et le cas échéant de pouvoir détecter et résoudre des anomalies.

EIL : ce sigle signifie Essai Inter Laboratoires. Un EIL consiste à faire réaliser les essais analytiques par différents laboratoires sur un même échantillon. Cela permet d'évaluer les performances analytiques des laboratoires en comparant leurs résultats analytiques sur un même échantillon homogène. Ces essais de comparaisons inter-laboratoires s'inscrivent dans la démarche qualité des laboratoires. Elles sont par ailleurs organisées selon les recommandations de la norme ISO/CEI 17043 : « Exigences générales concernant les essais d'aptitude » par un organisme indépendant. Le laboratoire EXCELL participe à différents circuits de chaînes inter-laboratoire, le BIPEA évoqué ci-dessus mais aussi les chaînes inter-laboratoires de la FFLOI (Fédération Française des Laboratoires d'Oenologie Indépendants).

Gamme dynamique : elle représente le domaine de mesure, c'est-à-dire un ensemble des valeurs de grandeurs d'une même nature qu'un instrument ou un système peut mesurer avec une incertitude spécifiée, dans des conditions déterminées.

Incertitude de mesure : paramètre non négatif qui caractérise la dispersion des valeurs attribuées à un résultat de mesure.

LD : la limite de détection (LD) est la plus faible concentration du composé recherché qui produit un signal détectable différent de celui produit par un « blanc » dans les mêmes conditions de traitement.

LQ : la limite de quantification (LQ) est la plus petite concentration du composé recherché pouvant être déterminée avec une incertitude spécifiée.

Linéarité : le domaine de linéarité d'une méthode d'analyse est l'intervalle de concentration dans lequel la réponse instrumentale est proportionnelle à la quantité en composé à doser dans l'échantillon.

Métrologie : il s'agit de la science des mesurages et ses applications. La métrologie comprend tous les aspects théoriques et pratiques des mesurages, quels que soient l'incertitude de mesure et le domaine d'application. Elle permet notamment :

- de créer, développer et maintenir des étalons de référence
- de garantir les mesures dans le cadre de contrôle Qualité lié à notre système de management
- d'appliquer les exigences réglementaires

Répétabilité : c'est la condition de mesurage dans un ensemble de conditions qui comprennent la même procédure de mesure, les mêmes opérateurs, le même système de mesure, les mêmes conditions de fonctionnement et le même lieu, ainsi que des mesurages répétés sur le même objet ou des objets similaires pendant une courte période de temps. La répétabilité est une notion différente de l'incertitude.

Spécificité : une méthode analytique est « spécifique » si elle garantit que le signal mesuré provient uniquement du composé à doser.

Standard : molécule de référence dont la qualité et la concentration sont connues.

Z-score : le Z-score obtenu lors d'une participation à une chaîne inter-laboratoire est l'écart entre la valeur obtenue par le laboratoire et la variation moyenne calculée à partir des résultats fournis par l'ensemble des laboratoires ayant participé à la chaîne inter-laboratoire. Sa valeur absolue supérieure à 2,0 est équivalente au signal d'avertissement pour le laboratoire; une valeur absolue supérieure à 3,0 est considérée comme un signal d'action.