

PLAN DE PRELEVEMENT ET D'ANALYSES

CONTEXTE :

En l'absence de normes de prélèvement et d'analyse pour certains produits ou certains contrôles, des méthodologies sont proposées ci-dessous à titre indicatif. Ces méthodes peuvent également être utilisés en remplacement de normes existantes.

Ces méthodologies ne sont à employer que si nécessaire.

METHODOLOGIE par TYPE DE PRODUITS :

Liège préparé Par défaut un lot est une quantité de matière homogène de moins de 10 tonnes (équivalent à 1 camion de liège préparé)

Prélèvement : 1kg de chute de triage de diverses planches / échantillon / analyse.

Préparation de l'échantillon : Enlever la croute des planches et broyer les parties sans croute.

Méthodologie pour l'analyse du TCA relargable : Faire la macération avec 40 grammes du broken dans un flacon de 2 litres puis analyser le macérat selon la méthodologie de la norme ISO 20752

Granulé Par défaut un lot est une quantité de matière homogène de moins de 10 tonnes (équivalent à 1 journée de production d'une trituration standard)

Prélèvement : prélever environ 100 g par sac/contenant dans 10 sacs/contenants et mélanger le prélèvement. Prélever 80 g du mélange pour analyses.

Méthodologie pour l'analyse du TCA relargable : Faire la macération avec 40 grammes de granulé dans un flacon de 2 litres puis analyser le macérat selon la méthodologie de la norme ISO 20752

Méthodologie pour le contrôle sensoriel : Faire la macération en huit flacons avec 5 grammes de granulé pour 250 ml d'eau en bouteilles neutre. Après 24 h de macération faire l'analyse sensorielle selon la norme ISO 22308 (au minimum sur le mois/TCA).

Rondelles Par défaut un lot est une quantité de matière homogène de moins de 400 000 rondelles (équivalent à 1 journée de production d'une perforatrice standard)

Prélèvement : prélever 10 rondelles par sac/contenant dans 10 sacs/contenants.

Humidité : chaque analyse comprendra la mesure de l'humidité de 10 rondelles

Méthodologie pour l'analyse du TCA relargable : Pour chaque analyse, faire la macération avec 20 rondelles dans un flacon de 0,5 litre puis analyser le macérat selon la méthodologie de la norme ISO 20752

Méthodologie pour le contrôle sensoriel : Pour chaque analyse, faire dix macérations de 5 rondelles/flacon de 100 ml pleins d'eau en bouteilles neutre. Après 24 h faire l'analyse sensorielle selon la norme ISO 22308 (au minimum sur le mois/TCA).

Bouchons Bruts (sans lavage) / corps de bouchons à tête, en liège naturel et bouchons multi-pièces

Prélèvement : prélever 10 bouchons par sac dans 10 sacs.

Humidité : chaque analyse comprendra la mesure de l'humidité de 10 bouchons

Méthodologie pour l'analyse du TCA relargable : Pour chaque analyse, faire la macération avec 20 bouchons dans un flacon de 1 litre puis analyser le macérat selon la méthodologie de la norme ISO 20752

Méthodologie pour le contrôle sensoriel : Pour chaque analyse, faire dix macérations de 5 bouchons/flacon de 250 ml pleins d'eau en bouteilles neutre. Après 24 h faire l'analyse sensorielle selon la norme ISO 22308.

Bouchons / corps de bouchons à tête / manches agglomérés et microaggloméré et bouchons agglomérés/microagglomérés avec rondelles

Prélèvement : prélever 10 bouchons par sac dans 10 sacs.

Humidité : chaque analyse comprendra la mesure de l'humidité de 10 bouchons

Méthodologie pour l'analyse du TCA relargable : Pour chaque analyse, faire la macération avec 20 bouchons dans un flacon de 1 litre puis analyser le macérat selon la méthodologie de la norme ISO 20752

Méthodologie pour le contrôle sensoriel : Pour chaque analyse, faire dix macérations de 5 bouchons/flacon de 250 ml pleins d'eau en bouteilles neutre. Après 24 h faire l'analyse sensorielle selon la norme ISO 22308.

Bouchons semi-finis pour tous les types de bouchons ras de bague ou corps de bouchons à tête (ou possibilité d'appliquer la norme ISO 17727 pour les vins tranquilles)

Prélèvement : prélever 10 bouchons par sac dans 10 sacs

Humidité : chaque analyse comprendra la mesure de l'humidité de 10 bouchons

Méthodologie pour l'analyse du TCA relargable : Pour chaque analyse, faire la macération avec 20 bouchons dans un flacon de 1 litre puis analyser le macérat selon la méthodologie de la norme ISO 20752

Méthodologie pour le contrôle sensoriel : Pour chaque analyse, faire dix macérations de 5 bouchons/flacon de 250 ml pleins d'eau en bouteilles neutre. Après 24 h faire l'analyse sensorielle selon la norme ISO 22308.

Tenue du colmatage : observation visuelle du macérat ; vérification de l'intégrité du colmatage.

Tenue du revêtement : observation visuelle du macérat ; vérification de l'intégrité du revêtement.

Absorbance à 420 nm : Chaque analyse comprendra la mesure de 3 macérats de bouchons lavés, rincés et séchés

Méthodologie pour la détermination de l'absorbance : Pour chaque analyse, immerger complètement 5 bouchons dans un flacon contenant 250 millilitres d'eau déminéralisée (ou désionisée) pour une durée de 1h, à température ambiante en agitant à 100 rpm. Conserver en parallèle, dans les mêmes conditions température, un flacon contenant uniquement l'eau utilisée (solution de référence, à utiliser pour auto-zero et lecture à double faisceau). Après le période de macération de 1h procéder à la filtration des macérats au travers d'un filtre Whatman n° 1 ou équivalent, pour retenir les dépôts et / ou des solides en suspension. En utilisant un spectrophotomètre UV-Visible déterminer ensuite l'absorbance de chacun des macérats à la longueur d'onde 420 nm, dans des cuves de 10 mm de trajet optique, par rapport à la solution de référence ci-dessus décrite. La valeur de l'absorbance sera la moyenne arithmétique des 3 mesures.

Bouchons finis pour tous les bouchons ras de bague et bouchons à têtes (ou possibilité d'appliquer la norme ISO 17727 pour les vins tranquilles)

Prélèvement : prélever 10 bouchons par sac dans 10 sacs.

Humidité : chaque analyse comprendra la mesure de l'humidité de 10 bouchons

Méthodologie pour l'analyse du TCA relargable : Pour chaque analyse, faire la macération avec 20 bouchons dans un flacon de 1 litre puis analyser le macérat selon la méthodologie de la norme ISO 20752

Méthodologie pour l'analyse sensorielle: Pour chaque analyse, faire dix macérations de 5 bouchons/flacon de 250 ml pleins d'eau en bouteilles neutre. Après 24 h faire l'analyse sensorielle selon la norme ISO 22308.

Bouchons finis bouchons enfoncés partiellement

Prélèvement : prélever 10 bouchons par sac dans 10 sacs.

Humidité : chaque analyse comprendra la mesure de l'humidité de 10 bouchons

Méthodologie pour l'analyse du TCA relargable : Pour chaque analyse, faire la macération avec 20 bouchons placés debout (éventuellement avec les rondelles) et 1 cm d'aggloméré en immersion puis analyser le macérat selon la méthodologie de la norme ISO 20752.

Méthodologie pour l'analyse sensorielle: Pour chaque analyse, faire macérer 20 bouchons à l'unité dans l'eau en bouteilles neutre (éventuellement avec les rondelles) et 1 cm d'aggloméré en immersion selon la norme ISO 22308.

PLAN DE CONTRÔLE POUR TRANSACTIONS

Ce plan de contrôle est applicable aux entreprises qui produisent et commercialisent des produits intermédiaires et /ou qui produisent et commercialisent des produits finis.

Les résultats des contrôles proviendront :

- des analyses des fournisseurs ;
- des contrôles réalisés par l'entreprise, qu'il s'agisse
 - de contrôles à réception,
 - de contrôle en cours d'élaboration des produits ou
 - de contrôles d'expédition, y compris les analyses réalisées pour répondre à des cahiers des charges clients.

Si l'entreprise effectue des analyses pour la sélection des marchandises de ses fournisseurs, elle peut conserver ces analyses à l'expédition des produits chez ses clients.

Pour les paramètres sur lesquels les opérations successives réalisées par l'entreprise elle-même n'ont pas d'incidence sur les caractéristiques précédemment contrôlés, les contrôles effectués peuvent ne pas être répétés au moment de la transaction et provenir des contrôles précédents de l'entreprise.

Les analyses concernées sont les suivantes :

- TCA relargable
- Sensoriel
- Masse volumique pour les produits concernés
- Peroxydes

Les contrôles suivants seront obligatoirement réalisés lors de la transaction par les entreprises qui commercialisent des bouchons semi-finis :

- Humidité
- Peroxydes
- Dimensionnel

Rappel : comme il est indiqué dans les pratiques générales obligatoires l'entreprise doit mettre en place un plan de gestion des non conformités avec les actions correctives appropriées et les mettre en pratique.

Pour le TCA relargable, du fait des incertitudes de mesures, le seuil d'acceptation ou de rejet considérera les valeurs nominales $\pm 10\%$

Les spécifications non fixées seront déterminées en fonction des systèmes normatifs nationaux et/ou des exigences clients.

Liège préparé

Caractéristiques	Nbre minimal d'essais	Méthode	Spécifications
Humidité	Avant Constitution des Fardeaux Avant expédition	ISO 2386	< 8 %
TCA relargable qu'il y ait eu ou non une <u>activité</u> <u>transversale 0</u>	1/lot préparé (<10 tonnes) après stabilisation	Base ISO 20752	< 4 ng/l

Granulé

Caractéristiques	Nbre minimal d'essais	Méthode	Spécifications
Humidité	1/Après séchage	ISO 2190	6±2%
TCA relargable	1/10 tonnes/par lot	Base ISO 20752	Max. 4 ng/l
Densité apparente	1 par heure de production	ISO 2031	Max. 80 Kg/m ³
Granulométrie	1 par jour de production	ISO 2030	Interne entreprise
TCA relargable - Granulé ayant suivi une <u>activité transversale 0</u>	1/5 tonnes/par lot	Base ISO 20752	Max. 2 ng/l

Pour les lots rompus considérer la règle des arrondis.

Exemple :

Pour un lot < 5 000kg, faire le même nombre d'analyses.

Pour un lot > 5 000kg, faire le nombre d'analyses requis pour chaque fraction de 5 000kg en considérant

de 5 000 à 7 500kg effectuer le nombre d'analyses requis pour 5 000kg

de 7 501 à 10 000kg effectuer le double du nombre d'analyses requis pour 5 000kg

Le même principe est à appliquer pour toutes les tailles de lot.

Rondelles

Caractéristiques	Nbre minimal d'essais	Méthode	Spécifications
Humidité	1/Après séchage	Base ISO 9727-3	6±2%
TCA relargable pour rondelles ayant ou non suivies une <u>activité transversale 0</u>	1/400.000 unités	Base ISO 20752	- Si destinées à des Bouchons enfoncés partiellement Max. 2 ng/l. - des Bouchons ras de bague Max. 3 ng/l.
Analyse sensorielle	1/400.000 unités destinées à des bouchons enfoncés partiellement	Base ISO 22308	Interne entreprise
Dimensions	1 fois au démarrage de chaque poste	Base ISO 9727-1	Interne entreprise

Pour les lots rompus considérer la règle des arrondis.

Pour un lot < 400 000 unités, faire le même nombre d'analyses.

Pour un lot > 400 000 unités, faire le nombre d'analyses requis pour chaque fraction de 400 000 unités en considérant la règle des arrondis.

Exemple :

de 400 000 à 600 000 unités effectuer le nombre d'analyses requis pour 400 000 unités

de 600 001 à 800 000 unités effectuer le double du nombre d'analyses requis pour 400 000 unités

Le même principe sera appliqué partout en suivant.

Bouchons Bruts (avant lavage) / corps de bouchons à tête, en liège naturel et bouchons multi-pièces

Caractéristiques	Nbre minimal d'essais	Méthode	Spécifications
Humidité	1/Après séchage	Base ISO 9727-3	6% ±2%
TCA relargable qu'il y ait eu ou non une <u>activité transversale 0</u>	1/200.000 unités	ISO 20752	≤3 ng/L
Dimensions	1 fois au démarrage de chaque poste	ISO 9727-1	Interne entreprise
Tenue des bouchons au collage	1/50.000 unités Pour les bouchons multi pièces	Interne entreprise	Interne entreprise

Bouchons / corps de bouchons à tête / manches agglomérés et microaggloméré (bruts avant lavage)

Caractéristiques	Nbre minimal d'essais	Méthode	Spécifications
Humidité	1/Après séchage	Base ISO 9727-3	6% ±2%
TCA relargable qu'il y ait eu ou non une <u>activité transversale 0</u>	1/250.000 unités	ISO 20752	- Si destinés à des Bouchons enfoncés partiellement Max. 2 ng/l. - des Bouchons ras de bague Max. 3 ng/l.
Analyse sensorielle	1/250.000 unités Si destinés à des Bouchons enfoncés partiellement	Base ISO 22308	Interne entreprise
Dimensions	1 fois au démarrage de chaque poste	Base ISO 9727-1	Interne entreprise
Masse volumique	1/250.000 unités	ISO 9727	Interne entreprise
Torsion	1/250.000 unités Si destinés à des Bouchons enfoncés partiellement	Interne entreprise	Interne entreprise
Complète polymérisation des colles utilisées	1 analyse des amines aromatiques (TDA et/ou MDA) /type de colle/moulage et-ou extrusion/formulation	Selon méthode validée	< 10 microgrammes/L d'amines aromatiques (TDA et/ou MDA)

Bouchons agglomérés/microagglomérés avec rondelles (destinés à des Bouchons enfoncés partiellement ou à des Bouchons ras de bague) (bruts avant lavage éventuel)

Caractéristiques	Nbre minimal d'essais	Méthode	Spécifications
Humidité	1/Avant expédition	Base ISO 9727-3	6% ±2%
TCA relargable qu'il y ait eu ou non une <u>activité transversale 0</u>	1/250.000 unités	ISO 20752	- Si destinés à des Bouchons enfoncés partiellement Max. 2 ng/l. - des Bouchons ras de bague Max. 3 ng/l
Analyse sensorielle	1/250.000 unités Si destinés à être des Bouchons enfoncés partiellement	Base ISO 22308	Interne entreprise
Dimensions	1 fois au démarrage de chaque poste	Base ISO 9727-1	Interne entreprise



Tenue des rondelles	1/50.000 unités Si destinés à être des Bouchons enfoncés partiellement	Interne entreprise	Interne entreprise
---------------------	--	--------------------	--------------------

Bouchons semi-finis (destinés à être des Bouchons Ras de Bague) et Corps de bouchons à tête

Caractéristiques	Nbre minimal d'essais	Méthode	Spécifications
Humidité	1/Après séchage et avant expédition	Base ISO 9727-3	6% ±2%
TCA relargable qu'il y ait eu ou non une activité transversale 0	1/150.000 unités sauf pour les bouchons agglomérés 1/250.000 unités	ISO 20752	≤2 ng/L
Analyse sensorielle	1/par lot d'origine/200.000 unités sauf pour les bouchons agglomérés 1/500.000 unités	ISO 22308	Interne entreprise
Dimensions	1/Avant expédition	Base ISO 9727-1	Interne entreprise
Masse volumique	1/Avant expédition Pour bouchons agglomérés et microagglomérés	ISO 9727-2	Interne entreprise
Teneur en Peroxydes	Avant expédition	Base ISO 21128	< 0,1 mg/bouchon
Absorbance à 420 nm		Méthodologie décrite	≤ 0,1
Tenue du colmatage	<i>Par Tambour de Colmatage Pour les bouchons colmatés</i>	Méthodologie décrite	Interne entreprise
Tenue d'enrobage	<i>Par Tambour d'Enrobage Pour les bouchons enrobés</i>	Méthodologie décrite	Interne entreprise

Bouchons finis pour tous les types de bouchons ras de bague et pour les bouchons à tête

Caractéristiques	Nbre minimal d'essais	Méthode	Spécifications
Humidité	1 par lot d'origine	Base ISO 9727-3	6% ±2%
TCA relargable	Bouchons naturels + colmatés : 1/100.000 unités	ISO 20752	≤2 ng/L
	<u>Bouchons aggro 1+1 :</u> 1/150.000 unités	ISO 20752	≤2 ng/L
	<u>Bouchons agglomérés et microagglomérés :</u> 1/200.000 unités	ISO 20752	≤2 ng/L
Analyse sensorielle	Bouchons naturels + colmatés : 1/200.000 unités	ISO 22308	Interne entreprise
	<u>Bouchons aggro 1+1 :</u> 1/200.000 unités	ISO 22308	Interne entreprise
	<u>Bouchons agglomérés et microagglomérés :</u> 1/500.000 unités	ISO 22308	Interne entreprise
Dimensions	1 par lot d'origine	Base ISO 9727-1	Interne entreprise
Masse volumique	1 par lot d'origine Pour <u>Bouchons agglomérés et microagglomérés</u>	ISO 9727-2	Interne entreprise
Teneur en Peroxydes	1 par lot d'origine	Base ISO 21128	< 0,1 mg/bouchon
Force d'extraction	Voir ci-dessous suivi process paramètres finition	ISO 9727-5	entre 15–45 daN
Poussière		ISO 9727-7	<1,5 à <2,5 mg selon la gamme
Étanchéité aux liquides		ISO 9727-6	De 1,2 à 0,9 bar selon la gamme



Tenue des têtes	1 par lot d'origine	Interne entreprise	Interne entreprise
Verticalité	1 par lot d'origine	Interne entreprise	Interne entreprise

Pour les paramètres de finition, force d'extraction, poussière et étanchéité aux liquides :

1 fois par mois, par machine de traitement et par type de bouchons ***

Pour la poussière :

1 fois par mois et par type de bouchons ***

- * Par type de bouchons équivalent à : bouchons naturels, bouchons agglomérés/microagglomérés, agglomérés avec rondelles, tous types de bouchons colmatés et de bouchons enrobés. On appliquera le principe de rotation pour le type de bouchon à contrôler, ce qui équivaut à réaliser au moins 2 analyses par mois.
- ** Cette pratique s'entend quand les machines sont utilisées et quand tous les types de bouchons sont traités. Si une machine n'est pas employée ou si un type de bouchons n'est pas traité, les contrôles ne sont pas à réaliser.

Bouchons finis pour bouchons enfoncés partiellement

Caractéristiques	Nbre minimal d'essais	Méthode	Spécifications
Humidité	1 par lot d'origine	ISO 9727	6% ±2%
TCA relargable	1/100.000 unités	ISO 20752	≤2 ng/L
Analyse sensorielle	1/100.000 unités	ISO 22308	Interne entreprise
Dimensions	1 par lot d'origine	Base ISO 9727-1	Interne entreprise

Avertissement : Pour les lots rompus la règle des arrondis s'applique pour chaque produit même si aucun exemple ne figure dans le document.

CONTROLES DE PROCÉDÉS POUR LES ACTIVITES 13, 14 et 15 POUR SYSTECODE BASE ET SYSTECODE PREMIUM

METAUX LOURDS :

1 analyse tous les 5 ans*, par type de bouchons** sur des bouchons finis prêts à l'emploi marqués à l'encre, sauf si l'entreprise change la fourniture d'encre ou la technique d'application de l'encre.

MIGRATION GLOBALE :

1 analyse (par simulant considéré) tous les 3 ans*, par type de bouchons** sur des bouchons finis prêts à l'emploi, sauf si l'entreprise change les produits chimiques utilisés ou la technique d'application de ces produits : Selon les denrées alimentaires conditionnées les simulants à utiliser seront :

- Solution hydroalcoolique 20% (v/v) ou Solution hydroalcoolique 50% (v/v)
- Solution acide acétique 3% (v/v)

* Ce qui permet un principe de rotation sur plusieurs années pour les analyses sur les différents types de bouchons.

** Par type de bouchon équivaut à : bouchons naturels, bouchons agglomérés / microagglomérés, agglomérés avec rondelles, tous types de bouchons colmatés et de bouchons enrobés. Si l'entreprise fabrique /transforme plusieurs types de bouchons, elle réalisera 2 analyses par an, tout en appliquant le principe de la rotation sur les types de bouchon à contrôler.

CONTROLES PRODUIT ANNUEL POUR LES ACTIVITES 13, 14 et 15 POUR SYSTECODE BASE ET SYSTECODE PREMIUM

OCHRATOXINE A :

1 analyse par an sur des bouchons finis prêts à l'emploi (si non disponible sur bouchons semi-finis).

CHLOROPHENOLS : analyse du PCP et des TCP

1 analyse par an sur des bouchons finis prêts à l'emploi (si non disponible sur bouchons semi-finis).

MICROBIOLOGIE :

1 analyse par an et par type de bouchons* sur des bouchons finis prêts à l'emploi

* Par type de bouchon équivaut à : bouchons naturels, bouchons agglomérés/microagglomérés, agglomérés avec rondelles, tous types de bouchons colmatés et de bouchons enrobés. Si l'entreprise fabrique /transforme plusieurs types de bouchons, elle réalisera 2 analyses par an, tout en appliquant le principe de la rotation sur les types de bouchon à contrôler.

Analyse des cartons d'emballage d'expédition des bouchons :

1 analyse par an et par fournisseur, dosage des halophénols et haloanisoles

Note : Les spécifications pour les contrôles de procédés et les contrôles produit annuel sont celles des textes réglementaires et/ou de la résolution Liège. Les spécifications non fixées seront déterminées en fonction des systèmes normatifs nationaux et/ou des exigences clients.