

Protocole d'échantillonnage



Ce document ne se substitue en aucun cas à la réglementation en vigueur.

CONTEXTE

Dans le cadre de la **certification**, le **houblon** présenté doit être conforme aux conditions visées par le règlement (CE) n°1850/2006 relatif aux modalités de certification du houblon et des produits du houblon, à savoir :

- a) être sous forme de houblon non-préparé**, c'est-à-dire du houblon ayant subi uniquement les opérations de premier séchage et de premier emballage et dont les opérations de séchage et d'emballage finales n'ont pas été finalisées.
- b) ou être sous forme de houblon préparé**, c'est-à-dire du houblon qui a subi des opérations de séchage et d'emballage finales.

Ce houblon doit respecter l'ensemble des exigences minimales de commercialisation selon les usages commerciaux courants (mention houblon avec ou sans graines) :

- concernant les déchets, la présence ou non de graines,
- concernant le taux d'humidité, ce respect est obtenu grâce à des analyses effectuées selon les méthodes visées par le règlement 1850/2006.

Les houblons soumis à transformation en produits de houblon (pellets, poudre, poudre enrichie en lupuline, extrait de houblon...) le sont obligatoirement à partir de houblons préparés ou non préparés préalablement certifiés.

Afin de procéder au respect de la conformité du **houblon en cônes**, un **protocole d'échantillonnage** est mis en œuvre, utilisable pour :

- le houblon conditionné (préparé ou non préparé), destiné à la certification en vue de la réalisation des analyses pour le taux d'humidité et autres (déchets, graines),
- le houblon en tas, uniquement pour la réalisation d'analyses portant sur les usages commerciaux courants (déchets, graines...).

Rappel : Les prélèvements sont effectués à réception des lots pour certification. Ils doivent être représentatifs du lot présenté.

PROTOCOLE D'ÉCHANTILLONNAGE

1 - Préparation des échantillons :

Des prélèvements seront réalisés de façon représentative dans le lot avant d'être regroupés et homogénéisés pour constituer un **échantillon composite au moins de 250 g qui sera envoyé pour analyse.**

1-1 Dans le cas de houblon en colis :

Deux types de conditionnement sont possibles :

- houblon conditionné compacté, présenté en balles (ex : de 50 à 60 kg)
- houblon conditionné non-compacté en sachets de poids variables.

Pour les deux types de conditionnement, prélever, dans le nombre de colis prévu, un poids de houblon proportionnel au poids du colis pour que l'échantillon soit représentatif du colis, en réalisant des prélèvements en plusieurs endroits du colis.

✓ Détermination du nombre de colis à échantillonner : (ou nombre de colis sur lesquels effectuer les prélèvements)

- si nombre de colis strictement inférieur à 20 : 2 colis *a minima*
- si nombre de colis compris entre 21 et 30 : 3 colis *a minima*
- si nombre de colis compris entre 31 et 40 : 4 colis *a minima*
- si nombre de colis compris entre 41 et 50 : 4 colis *a minima*
- si nombre de colis compris entre 51 et 60 : 5 colis *a minima*
-

Dans tous les cas, **le prélèvement porte, pour chaque lot, sur au moins un colis sur dix et, dans tous les cas sur deux colis au moins d'un même lot.**

✓ Vérification de la représentativité des colis sélectionnés.

Afin de respecter le principe de proportionnalité, le poids total des colis sélectionnés au prélèvement doit, *a minima*, correspondre à 10% du poids total du lot.

Dans le cas de houblon conditionné non compacté en sachets de poids variables et si le nombre de colis sélectionné ne correspond pas à 10% du poids du lot total, un nombre complémentaire de colis doit être sélectionné afin d'atteindre les 10% du lot minimal.

1-2 Dans le cas de houblon en vrac (houblon en tas) - Uniquement pour les analyses autres que l'humidité :

✓ Détermination des prises minimales :

Dans tous les cas, une prise devra être d'un poids minimal de 25 g jusqu'à 150 g.

Ces prises minimales permettront d'établir le prélèvement composite qui fera l'objet de l'analyse.

✓ Détermination du nombre de prélèvements :

Prélever des portions égales provenant de 5 à 10 endroits différents du tas, aussi bien en surface qu'à diverses profondeurs pour constituer un échantillon.

✓ Vérification de la représentativité des prélèvements :

Afin de respecter le principe de proportionnalité, le nombre de prélèvements doit, *a minima*, correspondre aux préconisations suivantes :

- quantité inférieure ou égale à 100 kg : 10
- quantité supérieure à 100 kg mais inférieure ou égale à 500 kg : 15
- quantité supérieure à 500 kg mais inférieure ou égale à 1000 kg : 20
- quantité supérieure à 1000 kg mais inférieure ou égale à 1500 kg : 25
- quantité supérieure à 1500 kg mais inférieure ou égale à 2000 kg : 30
- quantité supérieure à 2000 kg mais inférieure ou égale à 2500 kg : 35
- quantité supérieure à 2500 kg mais inférieure 3000 kg : 40
-

2- Méthode de prélèvements

Les **modes de prélèvement** connus à ce jour diffèrent selon les **équipements** disponibles, à savoir :

- prélèvement par **carottage** dans les balles de houblon compacté, grâce à un équipement spécifique, dont la fréquence d'activation est soit manuelle, soit informatique,
- prélèvement **manuel** ou à l'aide de petit matériel (pelle, sceau...).

Points de vigilance pour la réalisation de prélèvements :

Houblon emballé :

Pour le **houblon compacté conditionné** -> prélèvement à effectuer de **préférence au milieu du sac à l'aide d'une carotteuse** (le compactage limite la perte de produit et le risque de mélange de lot même après prélèvement).

Pour le **houblon non-compacté conditionné** -> prélèvement manuel à effectuer de **préférence au milieu du sac** (il convient de veiller à ne pas mélanger des lots du fait du risque de dispersion du houblon non-compacté).

Houblon en tas :

Prélever des **portions égales provenant de 5 à 10 endroits différents du tas**, aussi bien en surface qu'à diverses profondeurs, pour ne pas risquer de ne prendre que du houblon exposé à l'air et donc susceptible de fausser les résultats.

Mettre l'échantillon dès que possible dans le récipient.

Pour éviter une détérioration rapide, la quantité de houblon doit être suffisamment importante pour qu'il soit fortement comprimé lors de la fermeture du récipient.

2-1 Constitution du prélèvement composite soumis à analyses :

Les échantillons primaires sont regroupés pour constituer l'échantillon composite, représentatif du lot selon la méthode décrite ci-après.

Les différents prélèvements seront rassemblés afin de constituer un échantillon d'une masse minimale **de 250 g**, pour servir de support aux analyses **quels que soient le poids du lot et sa présentation**.

Les échantillons doivent ensuite être soigneusement mélangés / homogénéisés pour être représentatif du lot.

Pour constituer l'échantillon composite, il convient de :

- Mettre la totalité des prélèvements sur une bâche propre,
- Étaler la totalité de l'échantillon pour former une galette,
- Laminer la surface du dépôt pour faire un cercle d'une épaisseur comprise entre 5 à 20 centimètres,
- Diviser le cercle en 4,
- Prélever sur toute la profondeur avec une petite pelle, une quantité par quartier jusqu'à obtenir la masse souhaitée,
- Diviser cette quantité en deux conditionnements,
- Identifier le ou les prélèvements : celui qui sera envoyé pour analyse et celui éventuellement conservé pour contre-analyse,
- Rassembler les fractions non prélevées.

Remarque :

Si un échantillon pour contre analyse a été réalisé au moment du prélèvement initial, seul celui-ci pourra être utilisé en cas de contestation des résultats de la première analyse.

En cas d'absence de constitution d'échantillon d'appel au moment du prélèvement initial, le contre analyse sera rendue impossible et le résultat de l'analyse sera considéré comme définitif.

Il revient au producteur, selon son analyse de risques, de prévoir ou non un échantillon supplémentaire pour l'appel, afin de réaliser une contre-analyse éventuelle.

2.2. Conditionnement des échantillons :

Les échantillons doivent être conditionnés en un ou plusieurs échantillons dans un récipient hermétique et étanche (tel qu'une boîte métallique ou un bocal en verre).

Le prélèvement pourra être conditionné dans un sac plastique.

Si le prélèvement a lieu dans un site disposant sur place d'un laboratoire : un simple sac plastique sera autorisé.

Si le prélèvement au lieu dans un site ne disposant pas sur place d'un laboratoire : un double emballage sera exigé (double poche sur sac plastique).

Doivent être respectées les règles d'hygiène et de sécurité, de propreté de l'emplacement des prélèvements ainsi que de celles applicables aux matières contrôlées. Les prélèvements ne doivent pas nuire à l'hygiène des produits.

2-3 Conservation des échantillons :

Sauf pendant leur transport, les échantillons doivent être conservés au froid. On prendra soin de n'ouvrir le récipient pour effectuer l'examen ou l'analyse de l'échantillon que lorsque celui-ci sera revenu à la température ambiante.

2-4 Envoi des échantillons pour analyses :

Les modalités de transport sont à organiser avec le prestataire de son choix.

Les analyses pour la recherche du taux d'humidité sont **à effectuer auprès d'un laboratoire accrédité Cofrac (programme LAB GTA 78)**, permettant la réalisation d'analyses dans le domaine des vins, boissons alcoolisées et leurs additifs.

3- Contrôle du respect des exigences minimales de commercialisation hors humidité :

3-1. Détermination des proportions de feuilles et de tiges et de déchets de houblon :

Des échantillons de 5 fois 100 grammes ou un échantillon de 250 grammes sont passés par un tamis de 2 à 3 millimètres. La lupuline, les déchets et les graines obtenus sont ramassés et les graines sont séparées à la main.

Les échantillons sont placés d'un côté. Le contenu du tamis de 2 à 3 millimètres est transféré séparément sur un tamis de 8 à 10 millimètres et tamisé à nouveau.

Les cônes de houblon, les feuilles, les tiges et les corps étrangers sont ramassés à la main sur le tamis tandis que les feuilles de cône, les graines, les déchets de lupuline et quelques feuilles et tiges passent au travers du tamis. Tout ceci est trié à la main et les morceaux sont regroupés ainsi :

- feuilles et tiges ;
- houblon (feuilles de cône, cônes de houblon et lupuline) ;
- déchets ;
- semences.

Bien qu'une séparation précise des déchets et de la lupuline soit très difficile à réaliser, à l'aide d'un tamis à mailles de 0,8 millimètre, il est cependant possible de déterminer approximativement la part relative des déchets et de la lupuline.

Pour l'estimation de la proportion de lupuline, il convient de prendre en considération que la masse volumique de la lupuline est quatre fois plus importante que celle des déchets.

Les différents groupes sont pesés et le pourcentage de chaque groupe est déterminé par rapport au poids de l'échantillon initial.

3-2. Détermination de la proportion de graines :

Un échantillon de 25 grammes sera déposé dans un récipient métallique doté d'un couvercle et placé dans une étuve à 115 °C pendant deux heures afin de neutraliser la substance résineuse gluante.

L'échantillon séché sera enveloppé dans un linge de coton à maille grossière et frotté vigoureusement — ou bien battu mécaniquement — afin de détacher les graines du houblon. Le houblon séché et brisé en fines particules sera séparé des graines de houblon à l'aide d'un broyeur ou en utilisant un tamis à maille métallique de 1 millimètre.

Les rachis de strobile restants avec les graines seront séparés, soit en utilisant un plateau incliné garni de papier-émeri, soit en ayant recours à d'autres dispositifs qui permettent d'atteindre le même objectif, c'est-à-dire de retenir les rachis de strobile et autres matières et de laisser passer les graines.

Les graines doivent être pesées. Le pourcentage de graines doit être calculé par rapport au poids de l'échantillon initial.

4- Contrôle du respect des exigences minimales de commercialisation concernant le taux d'humidité :

Méthode de contrôle du taux d'humidité (Règlement (CE) n°1850/2006 – annexe II)

Méthode (i)

Il est recommandé de ne pas moudre l'échantillon destiné à la détermination de l'humidité. Il est très important de n'exposer les échantillons à l'air que le minimum de temps nécessaire à leur transfert du récipient au vase à peser (qui sera muni d'un couvercle).

Appareillage

Balance sensible à 0, 005 gramme,

Etuve électrique thermostatée à 105 – 107 degrés Celsius, dont on contrôlera l'efficacité par le test au sulfate de cuivre,

Boîtes métalliques de 70 à 100 millimètres de diamètre et 20 à 30 millimètres de profondeur munies d'un couvercle bien adapté,

Dessiccateurs ordinaires, permettant de recevoir les boîtes et contenant un agent desséchant tel que du silicagel avec indicateur coloré de saturation.

Mode opératoire

Peser exactement 3 à 5 grammes de houblon dans une boîte tarée munie de son couvercle. Opérer aussi rapidement que possible. Enlever le couvercle et mettre la boîte dans l'étuve pendant exactement une heure. Recouvrir rapidement la boîte et la mettre à refroidir pendant au moins vingt minutes dans le dessiccateur avant de la peser.

Calcul

Calculer la perte de poids et l'exprimer en pourcentage du poids de houblon initial. L'écart maximal admis pour une seule détermination est égale à 1 %.

Autre solution : la méthode à appliquer est la dernière version de la méthode analytique EBC 7,2

Méthode (ii)

Méthode utilisant soit un appareil à peser électrique qui sèche le houblon à l'aide de rayons infrarouges ou d'air chauffé, soit un appareil de mesure électrique, ces appareils indiquant sur une échelle le taux d'humidité de l'échantillon traité.