
**Qualité de l'eau — Critères permettant
d'établir l'équivalence de méthodes
microbiologiques**

*Water quality — Criteria for establishing equivalence between
microbiological methods*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17994:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3d1f93ec-7ac5-4061-98d6-e35ca4df6ac0/iso-17994-2004>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 17994:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3d1f93ec-7ac5-4061-98d6-e35ca4df6ac0/iso-17994-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3d1f93ec-7ac5-4061-98d6-e35ca4df6ac0/iso-17994-2004>

© ISO 2004

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes, définitions et symboles	1
4 Principe	4
5 Exigences fondamentales relatives aux essais d'équivalence	4
6 Calculs	9
7 Évaluation	11
8 Rapport d'essai	13
Annexe A (informative) Diagramme	14
Annexe B (informative) Études collaboratives d'équivalence	15
Annexe C (informative) Exemple	17
Bibliographie	20

[ISO 17994:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3d1f93ec-7ac5-4061-98d6-e35ca4df6ac0/iso-17994-2004)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3d1f93ec-7ac5-4061-98d6-e35ca4df6ac0/iso-17994-2004>

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 en général 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. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 17994 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 4, *Méthodes microbiologiques*.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 17994:2004
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3d1f93ec-7ac5-4061-98d6-e35ca4df6ac0/iso-17994-2004>

Introduction

La présente Norme internationale expose les critères et les procédures d'évaluation de l'équivalence quantitative moyenne des résultats obtenus par deux méthodes d'analyse microbiologique dont l'une peut — mais pas nécessairement — être une méthode normalisée ou de référence.

Les méthodes étudiées reposent sur des comptages de colonies ou des tubes d'enrichissement liquide positifs et négatifs [méthodes NPP (nombre le plus probable) et P/A (présence/absence)].

NOTE Il est possible d'accepter une méthode qui ne soit pas quantitativement équivalente à une méthode de référence, notamment si elle semble «meilleure» que la référence, du point de vue quantitatif ou autre.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 17994:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3d1f93ec-7ac5-4061-98d6-e35ca4df6ac0/iso-17994-2004>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17994:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3d1f93ec-7ac5-4061-98d6-e35ca4df6ac0/iso-17994-2004>

Qualité de l'eau — Critères permettant d'établir l'équivalence de méthodes microbiologiques

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur de la présente Norme internationale d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale définit une procédure d'évaluation qui permet de comparer deux méthodes visant à détecter ou à quantifier le même groupe cible ou la même espèce de micro-organismes.

Elle fournit les bases mathématiques pour évaluer les performances relatives moyennes des deux méthodes par rapport à des critères d'équivalence déterminés.

Deux méthodes quelconques de dénombrement fondées sur des comptages (de colonies ou de tubes positifs) ou deux méthodes quelconques de détection [méthodes présence/absence (P/A)] visant au même objectif peuvent être comparées.

La présente Norme internationale n'indique aucune solution qui permette de comparer directement une méthode quantitative (comptage de colonies ou NPP) avec une méthode de détection (P/A).

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO/TR 13843:2000, *Qualité de l'eau — Lignes directrices pour la validation des méthodes microbiologiques*

3 Termes, définitions et symboles

3.1 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1.1 Termes généraux

3.1.1.1

méthode de référence

méthode d'analyse prescrite dans le but d'analyser une espèce ou un groupe donné de micro-organismes

NOTE Par convention, la méthode de référence est une méthode normalisée ou couramment utilisée.

3.1.1.2

méthode alternative

toute méthode dont il faut vérifier l'équivalence avec une méthode de référence

3.1.1.3

méthode équivalente

méthode considérée quantitativement équivalente à une autre méthode lorsque la différence relative moyenne de leurs comptages confirmés a pour résultat «sans différence» quand les calculs spécifiés dans la présente Norme internationale sont observés

3.1.1.4

incertitude-type

incertitude du résultat d'un mesurage exprimée sous la forme d'un écart-type

[GUM]

3.1.1.5

incertitude élargie

grandeur définissant un intervalle, autour du résultat d'un mesurage, dont on puisse s'attendre à ce qu'il comprenne une fraction élevée de la distribution des valeurs qui pourraient être attribuées raisonnablement au mesurande

NOTE La fraction peut être considérée comme la probabilité ou le niveau de confiance de l'intervalle. L'association d'un niveau de confiance spécifique nécessite des hypothèses explicites ou implicites sur la loi de probabilité. Le niveau de confiance ne peut être attribué à cet intervalle que dans la mesure où ces hypothèses peuvent être justifiées.

[GUM]

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

3.1.1.6

facteur d'élargissement

facteur numérique utilisé comme multiplicateur de l'incertitude-type (composée) pour obtenir l'incertitude élargie

ISO 17994:2004
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3d1f93ec-7ac5-4061-98d6-e35ca4df6ac0/iso-17994-2004>

NOTE Le facteur d'élargissement choisi dans la présente Norme internationale est $k = 2$ car il est improbable que la répartition de la différence relative suive une loi normale. L'incertitude élargie correspond seulement approximativement à l'intervalle de confiance de 95 %.

3.1.2 Termes spécifiques

3.1.2.1

comptage

nombre observé d'objets, par exemple colonies ou cellules de micro-organismes, plages de bactériophages

NOTE Dans la présente Norme internationale, le résultat d'une estimation du nombre le plus probable (NPP) est également considéré comme un comptage.

3.1.2.2

comptage présumé

nombre d'objets qui, selon leur aspect extérieur, serait vraisemblablement compris dans le comptage

3.1.2.3

comptage confirmé

comptage, corrigé des faux positifs, obtenu après avoir soumis les objets présumés à d'autres tests

3.1.2.4

différence relative

DR

différence entre deux résultats, a et b , mesurée sur une échelle relative (logarithme népérien)

NOTE La valeur de DR, x , exprimée en pourcentage, est donnée par

$$x = [\ln(a) - \ln(b)] \times 100 \%$$

Pratiquement, le même résultat est donné par

$$x = \frac{2(a-b)}{(a+b)} \times 100 \%$$

jusqu'à ce que le rapport entre a et b soit supérieur à environ 3. Cela explique l'usage du terme «différence relative» dans les deux cas.

3.2 Symboles et termes abrégés

- A** est la méthode alternative (symbole de l'idée)
- a un résultat d'essai par la méthode A
- a_i est le résultat (comptage confirmé) obtenu par la méthode A pour l'échantillon i
- B** est la méthode de référence (symbole de l'idée)
- b un résultat d'essai par la méthode B
- b_i est le résultat (comptage confirmé) obtenu par la méthode B pour l'échantillon i
- C** coefficient pour calculer les nombres des échantillons, donnant la valeur de la variance expérimentale
- D** est l'écart maximal admissible (valeur de la limite de confiance) dans le cas où les méthodes A et B sont «sans différence»
- i indice d'incrément
- k facteur d'élargissement utilisé pour calculer l'incertitude élargie
- L** est la plus petite différence relative moyenne significative (c'est-à-dire le maximum acceptable) entre les méthodes A et B
- NPP** méthode quantitative du nombre le plus probable
- m nombre de tubes parallèles par dilution dans une série NPP
- n nombre d'échantillons
- n_A nombre d'échantillons où pour la méthode P/A, A est positif et B est négatif
- n_B nombre d'échantillons où pour la méthode P/A, A est négatif et B est positif
- P/A** méthode de détection présence/absence
- s écart-type expérimental (incertitude-type)
- s^2 variance expérimentale
- $s_{\bar{x}}$ écart-type de la moyenne (incertitude-type)
- U** incertitude élargie

x	différence relative
x_i	valeur de la différence relative entre a_i et b_i pour l'échantillon i
\bar{x}	moyenne arithmétique des x_i ($i = 1, 2, \dots, n$)
x_L	valeur de la différence relative à la limite de confiance approximative inférieure de 95 %, dérivée en soustrayant la valeur de l'incertitude élargie de la moyenne
x_H	valeur de la différence relative à la limite de confiance approximative supérieure de 95 %, dérivée en additionnant la valeur de l'incertitude élargie de la moyenne
X^2	indice expérimental de dispersion de Poisson
y	variable conditionnelle utilisée pour calculer le nombre d'échantillons pour tester et/ou vérifier l'équivalence

4 Principe

Les données de base sont des couples de comptages confirmés (a_i, b_i) obtenus à partir de l'examen de deux prises d'essai égales prélevées dans un même récipient contenant un échantillon pour essai homogénéisé avec précaution, une détermination (comptage) par méthode. L'étude complète se compose d'un grand nombre de déterminations semblables.

Dans la présente Norme internationale, deux méthodes sont considérées comme quantitativement équivalentes («sans différence») si la différence relative moyenne des comptages confirmés par couples ne s'écarte pas de manière significative du zéro et si l'incertitude élargie ne dépasse pas le niveau de l'écart maximal admissible stipulé. Les règles de prise de décision reposant sur le principe ci-dessus sont précisées en 7.2 et 7.3 et un schéma est donné dans l'Annexe A.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3d1f93ec-7ac5-4061-98d6->

NOTE 1 L'attribution d'une valeur à l'écart maximal admissible (D) implique indirectement que la plus petite différence moyenne (L) à considérer comme significative est égale à la moitié de cette valeur.

NOTE 2 Pour les essais internationaux et interlaboratoires de performance de méthodes, il a été suggéré de fixer «l'intervalle de confiance» pour l'eau potable à la limite $D = 10\%$ [2].

NOTE 3 Pour les méthodes chimiques, la moyenne et la fidélité sont utilisées comme critères pour l'équivalence. En microbiologie, une fidélité égale (variance égale) n'est pas un critère d'équivalence.

5 Exigences fondamentales relatives aux essais d'équivalence

5.1 Généralités

Les deux méthodes doivent au moins satisfaire aux exigences minimales de validité spécifiées dans l'ISO/TR 13843.

L'exigence de base la plus importante pour les essais d'équivalence concerne la variété d'échantillons. Il est généralement nécessaire de faire participer de nombreux laboratoires afin de répartir la variété d'échantillons sur de grandes zones géographiques. Aussi estime-t-on couramment que la crédibilité d'une conclusion générale doit être liée à la participation de plusieurs laboratoires. Le résultat de la comparaison n'est, en général, valide qu'à l'intérieur des limites de la variété des types d'échantillons étudiés. Les études collaboratives font l'objet d'un développement dans l'Annexe B.

Il est essentiel que tous les laboratoires participant à une étude collaborative disposent de systèmes d'assurance qualité reconnus et appliquent des techniques de base approuvées en matière de culture de micro-organismes.

5.2 Types d'échantillons

Les exigences requises en matière de comparaisons de méthodes diffèrent quelque peu des procédures de routine quotidiennes. Il est utile et souvent nécessaire de choisir à l'avance ou de préparer des échantillons spéciaux. Il convient que les échantillons utilisés pour les comparaisons de méthodes contiennent suffisamment de bactéries pour qu'il y ait peu de chances d'obtenir un comptage nul.

Il convient que les échantillons utilisés en vue d'effectuer des comparaisons de méthodes représentent les types qui relèvent du domaine d'application des deux méthodes. La procédure idéale consiste à utiliser des échantillons naturels. Il est également possible de préparer des échantillons convenables par dilution, dopage, ou mélange de différentes sortes d'eau pour atteindre la population voulue à une concentration appropriée. Il convient de n'envisager le dopage avec des cultures pures qu'en dernier ressort.

Il peut être pertinent de soumettre la population microbienne de quelques échantillons à un stress en leur appliquant des désinfectants de manière contrôlée^[2] ou en les stockant dans un réfrigérateur de façon à simuler les situations rencontrées dans les pratiques de laboratoire de routine.

5.3 Nombre d'échantillons et de laboratoires participants

5.3.1 Généralités

Il n'est pas possible de déterminer à l'avance le nombre exact d'échantillons requis pour que la comparaison soit valide. Ce nombre est fonction de la différence réellement observée, de l'écart-type expérimental et de la différence considérée comme significative. La présente Norme internationale comprend une clause d'adéquation basée sur un «écart maximal admissible» stipulé et sur l'incertitude élargie. Si les données ne permettent pas d'opter pour le résultat «sans différence», un plus grand nombre d'échantillons doit être collecté et examiné.

Si les méthodes sont nettement différentes, il se peut qu'un petit nombre d'échantillons suffise pour déterminer cet état de fait. C'est pourquoi il est recommandé de procéder par étapes. Il convient que la première étape vise à détecter les grandes différences entre les méthodes. Si l'on ne constate aucune grande différence (résultat non concluant), des échantillons supplémentaires sont prélevés jusqu'à ce que le système soit en mesure de détecter la différence moyenne qui correspond à l'écart maximal admissible choisi au début de l'essai. Les tableaux indiqués en 5.3.3 et 5.3.6 contribuent à faciliter la planification.

5.3.2 Nombre de laboratoires

Le nombre de laboratoires participant aux essais interlaboratoires d'équivalence n'est indiqué dans aucune norme ou règle déjà existante. Provisoirement, il est proposé de fixer le nombre minimal acceptable à six.

5.3.3 Nombre d'échantillons, deux méthodes de comptage des colonies

Le nombre total d'échantillons, n , suffisant pour détecter une différence relative moyenne donnée à un niveau de confiance d'environ 95 % dépend de la variance expérimentale conformément à l'équation:

$$n = Cs^2$$

où

s^2 est la variance;

C est un coefficient qui dépend de la plus petite différence significative choisie.