
**Lait — Définition et évaluation de la
précision globale de méthodes indirectes
d'analyse du lait —**

Partie 2:
**Étalonnage et contrôle de la qualité dans
les laboratoires laitiers**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)
*Milk — Definition and evaluation of the overall accuracy of indirect methods
of milk analysis —*

ISO 8196-2:2000
Part 2: Calibration and quality control in the dairy laboratory
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/835b69a2-8e23-41e9-a791-9d071ea78592/iso-8196-2-2000>



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 8196-2:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/835b69a2-8e23-41e9-a791-9d071ea78592/iso-8196-2-2000>

© ISO 2000

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.ch
Web www.iso.ch

Imprimé en Suisse

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 3.

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 de la présente partie de l'ISO 8196 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.

La Norme internationale ISO 8196-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*, en collaboration avec la Fédération internationale de laiterie (FIL) et l'AOAC International (Association des chimistes analytiques officiels); elle sera également publiée par ces deux organisations.

L'ISO 8196 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Lait — Définition et évaluation de la précision globale de méthodes indirectes d'analyse du lait*:

- *Partie 1: Attributs d'analyse de méthodes indirectes*
- *Partie 2: Étalonnage et contrôle de la qualité dans les laboratoires laitiers*

Introduction

Le principal objectif de la présente partie de l'ISO 8196 est de donner des informations pratiques et des recommandations pour l'étalonnage des appareils et le contrôle de qualité dans les laboratoires laitiers.

Alors que l'ISO 8196-1 est principalement destinée aux spécialistes pour l'évaluation de nouvelles méthodes instrumentales indirectes, la présente partie a pour objectif de servir de guide aux laboratoires de routine utilisant ces méthodes.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 8196-2:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/835b69a2-8e23-41e9-a791-9d071ea78592/iso-8196-2-2000>

Lait — Définition et évaluation de la précision globale de méthodes indirectes d'analyse du lait —

Partie 2:

Étalonnage et contrôle de la qualité dans les laboratoires laitiers

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 8196 donne des recommandations et un exemple pour l'étalonnage des appareils et le contrôle de la qualité dans les laboratoires laitiers.

2 Référence normative

Le document normatif suivant contient des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 8196. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente partie de l'ISO 8196 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer l'édition la plus récente du document normatif indiqué ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 8196-2:2000

ISO 8196-1:2000, *Lait — Définition et évaluation de la précision globale de méthodes indirectes d'analyse du lait — Partie 1: Attributs d'analyse de méthodes indirectes.*

3 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 8196, les termes et définitions donnés dans l'ISO 8196-1 ainsi que les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

étalonnage d'un appareil

évaluation expérimentale de l'exactitude de son calibrage par référence aux valeurs vraies données soit par une méthode de référence, soit par des matériaux étalons, soit par un appareil étalon

3.2

calibrage d'un appareil

réglage du signal de l'instrument de façon qu'à chaque niveau du constituant, la moyenne des résultats individuels donnés par l'appareil approche étroitement la valeur vraie de la concentration du constituant

4 Calibrage des appareils

4.1 Principes généraux

Cet article concerne seulement les principes généraux du calibrage, applicables à toute méthode indirecte d'analyse du lait. Les instructions détaillées et spécifiques concernant les procédures de calibrage ainsi que les contrôles préliminaires seront données pour chaque groupe de méthode dans des normes spécifiques.

Même si le terme «calibrage» est souvent utilisé aussi bien pour l'étalonnage que pour le calibrage des appareils (voir l'article 3), il est recommandé d'utiliser ces mots avec leur sens propre.

4.2 Mode opératoire général

4.2.1 Vérifications préliminaires

Les contrôles préliminaires comprennent ce qui suit.

- a) Contrôles de l'instrument: tous les contrôles de fonctionnement et le réglage (du zéro) de l'appareil spécifiés par la norme ou le constructeur doivent être effectués avant l'analyse.
- b) Linéarité: sauf indication contraire, la relation entre les lectures instrumentales du signal et la concentration du constituant est linéaire dans la gamme de concentrations spécifiée. La vérification de la linéarité est une mesure qui permet de préciser comment l'appareil suit la loi d'absorption de l'échantillon. Normalement, il est nécessaire de vérifier et de régler ce point seulement sur de nouveaux appareils ou lorsque des parties importantes (par exemple cellule ou système servo) sont mises en service ou remplacées.
- c) Vérification de la répétabilité et de la précision: la répétabilité et la précision de l'appareil doivent répondre aux spécifications de la norme.

4.2.2 Étalonnage de l'appareil

4.2.2.1 Échantillons pour essai

4.2.2.1.1 Échantillons de lait

Des échantillons de lait cru spécialement collectés à cet effet ou, si l'on en dispose, des matériaux étalons (échantillons de lait ou substituts non laitiers) peuvent être utilisés pour étalonner l'instrument. Dans la présente partie de l'ISO 8196, on ne traite que de l'étalonnage avec des échantillons de lait cru analysés par l'appareil et par une méthode de référence.

Pour obtenir l'estimation la plus précise de la droite de calibrage, il convient de remplir deux caractéristiques principales:

- les échantillons de lait doivent couvrir la totalité de la gamme de concentration du constituant; et
- l'écart-type résiduel de la régression doit être minimal.

Généralement cela peut être obtenu au mieux en regroupant des échantillons de lait individuels sélectionnés à différents niveaux de concentration avec un nombre maximal d'échantillons choisis à des valeurs très proches des extrémités de la gamme.

Dans certains cas, pour l'analyse de la matière grasse, l'addition de crème ou de lait écrémé est valable.

4.2.2.1.2 Nombre d'échantillons

Un minimum de 8 séries d'échantillons de lait individuels mélangés ou d'au moins 40 échantillons individuels est requis.

Il convient de réaliser les essais au moins en double par les méthodes instrumentale et de référence de façon à réduire les erreurs de répétabilité.

4.2.2.1.3 Nature des échantillons

Recueillir des échantillons représentatifs du lait produit dans la zone correspondant aux essais. Éliminer le colostrum et le lait fortement mammiteux. Il convient que ces échantillons soient, si possible, testés au même âge,

conservés avec le même produit chimique à la même concentration et qu'ils aient subi le même traitement que les échantillons qui sont normalement analysés. Ceci garantira que le calibrage de l'appareil tient compte de petites variations dues aux conditions de transport, de conservation et de stockage des échantillons. Cependant, analyser les échantillons encore frais par la méthode de référence avant leur traitement sous forme de sous-échantillons par des moyens appropriés.

4.2.2.2 Analyse statistique

Calculer l'équation de régression $\bar{y}_i = b \bar{x}_i + a$ à partir des données analytiques, en utilisant la méthode des moindres carrés où y_i se rapporte à la méthode de référence et x_i à l'appareil. Voir l'ISO 8196-1.

Calculer l'écart-type résiduel à partir de la régression ($s_{y,x}$).

Il convient que cette valeur soit dans les limites fixées par la norme pour la précision. Réaliser ensuite les étapes suivantes.

- a) Tester si la pente diffère statistiquement de 1,000 en calculant l'écart-type de b :

$$s_b = \left[s_{y,x}^2 / \sum (x_i - \bar{x})^2 \right]^{\frac{1}{2}}$$

La pente est correcte si elle est conforme à une des équations suivantes:

$$b - t_{1-\alpha/2} \cdot s_b \leq 1,000 \leq b + t_{1-\alpha/2} \cdot s_b$$

ou

$$t_{\text{obs}} = |b - 1| / s_b \leq t_{1-\alpha/2}$$

ISO 8196-2:2000

où t est la valeur de la distribution de Student (voir l'ISO 8196-1 et l'ISO 3534-1) et montre à la fois la variable aléatoire (t) et une valeur particulière ou observée de cette variable (t_{obs}).

- b) Tester l'hypothèse nulle selon laquelle la droite de régression passe par le centre de gravité de la population d'échantillons en calculant l'écart-type de $\bar{y}(\bar{x}) = b\bar{x} + a$ à l'aide de l'équation suivante:

$$s_{\bar{y}(\bar{x})} = s_{y,x} / \sqrt{q}$$

où q est le nombre d'échantillons.

La correction de la moyenne est correcte si elle est effectuée conformément à une des équations suivantes:

$$\bar{y}(\bar{x}) - t_{1-\alpha/2} \cdot s_{\bar{y}(\bar{x})} \leq \bar{x} \leq \bar{y}(\bar{x}) + t_{1-\alpha/2} \cdot s_{\bar{y}(\bar{x})}$$

ou

$$[\bar{x} - \bar{y}(\bar{x})] - t_{1-\alpha/2} \cdot s_{\bar{y}(\bar{x})} \leq 0 \leq [\bar{x} - \bar{y}(\bar{x})] + t_{1-\alpha/2} \cdot s_{\bar{y}(\bar{x})}$$

ou

$$t_{\text{obs}} = [\bar{x} - \bar{y}(\bar{x})] / s_{\bar{y}(\bar{x})} \leq t_{1-\alpha/2}$$

avec $q - 2$ degrés de liberté et $\alpha = 0,05$.

- c) Une correction du calibrage sera nécessaire si la pente et/ou le biais moyen de la droite de régression diffèrent respectivement de 1,000 et de zéro.

Le deuxième essai, b), équivaut à tester la moyenne des différences $d_i = x_i - y_i$ ou le biais moyen \bar{d} , par rapport à zéro lorsque la pente ne diffère pas statistiquement de 1,000, étant donné que:

$$\bar{y}(\bar{x}) = \bar{y} \quad \text{et} \quad d = \bar{x} - \bar{y} = \bar{x} - \bar{y}(\bar{x})$$

Dans ce cas, la correction de la moyenne est correcte si elle est effectuée conformément à l'équation suivante:

$$\bar{d} - t_{1-\alpha/2} \cdot s_d / \sqrt{q} \leq 0 \leq \bar{d} + t_{1-\alpha/2} \cdot s_d / \sqrt{q}$$

avec $q - 1$ degrés de liberté et $\alpha = 0,05$.

- d) Tester le biais implique l'application du test dans une seconde étape: en effet, il est possible que l'essai ne soit pas probant si la pente diffère de 1,000 car s_d augmente parallèlement au biais de la pente jusqu'à 1,000.

Si les deux tests (correction de la pente et de la moyenne) sont négatifs, l'ordonnée à l'origine ne diffère pas statistiquement de zéro selon une des formules suivantes:

$$a - t_{1-\alpha/2} \cdot s_a \leq 0 \leq a + t_{1-\alpha/2} \cdot s_a$$

ou

$$t_{\text{obs}} = |a| / s_a \leq t_{1-\alpha/2}$$

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

avec $s_a = s_{y,x} \left[\frac{1}{q} + \bar{x}^2 / \text{SOS}_x \right]^{1/2}$

ISO 8196-2:2000
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/835b69a2-8e23-41e9-a791-9d071ea78592/iso-8196-2-2000>

4.2.3 Calibrage de l'instrument

En utilisant les systèmes de contrôle appropriés de l'appareil, ajuster la pente et l'ordonnée de la droite de calibrage de façon à faire coïncider la droite de calibrage observée avec la droite théorique. Comme certains appareils permettent seulement le réglage de la pente (supposant l'ordonnée à l'origine toujours égale à zéro), alors que d'autres permettent à la fois une correction de la pente et de l'ordonnée à l'origine, aucune règle générale ne peut être donnée. Pour effectuer un bon calibrage, suivre les instructions du fabricant et la norme spécifique.

Pour tous les cas, une fois le réglage final effectué, contrôler avec des échantillons de lait que le calibrage est correct à la fois pour la pente et pour l'ordonnée à l'origine, c'est-à-dire à des niveaux faibles et élevés. Il est important de s'assurer que les valeurs moyennes obtenues à la fois avec l'appareil et la méthode de référence ou les matériaux étalons ne sont pas statistiquement différentes.

4.3 Fréquence de contrôle du calibrage

En routine, l'étalonnage de l'appareil et le réajustement éventuel de son calibrage ne sont nécessaires que lorsque la relation entre les valeurs données par l'appareil et la référence peut avoir changé. Cela peut se produire dans les conditions suivantes:

- après réparation ou entretien des composants principaux de l'appareil (par exemple cellule, servo, homogénéisateur, fibres optiques);
- quand les propriétés ou la composition de lait influençant le dosage du constituant ont changé en raison de divers facteurs biologiques.

Si l'on suppose que la composition et les propriétés du lait restent inchangées pendant une période de 1 ou 2 semaines, il n'est pas nécessaire d'étalonner l'instrument trop fréquemment (par exemple chaque jour). Cette opération est coûteuse et, si elle est effectuée avec un trop petit nombre d'échantillons ou avec des échantillons non recueillis dans ce but, elle peut introduire des erreurs supplémentaires qui correspondent plus à une mauvaise procédure d'étalonnage qu'à une variation réelle du calibrage de l'appareil.

Avec le développement des microprocesseurs, on peut penser qu'à l'avenir le réglage du calibrage sera effectué automatiquement avec un grand degré de précision.

4.4 Calibrage centralisé

Lorsqu'il est clairement démontré qu'un seul calibrage de l'appareil peut être utilisé pour analyser des échantillons d'origines diverses sans perte de précision, un système centralisé de calibrage est recommandé. Celui-ci peut être réalisé par un laboratoire de référence qui étalonne et calibre un instrument de référence ou étalon selon la méthode spécifiée. Puis, au moyen de matériaux étalons appropriés, le calibrage de l'instrument de référence peut être transféré à des instruments identiques dans d'autres laboratoires.

5 Contrôle de la qualité dans un laboratoire laitier de routine

NOTE Cet article concerne tous les contrôles qu'un laboratoire laitier de routine est censé effectuer pour garantir la qualité de ses résultats analytiques. Ces recommandations peuvent être considérées comme de la bonne pratique de laboratoire.

5.1 Contrôle de la répétabilité

Le premier contrôle et le plus fréquent qui doit être effectué est celui de la répétabilité, car il s'agit du test le plus simple indiquant si oui ou non l'instrument fonctionne correctement.

Vérifier que, en conditions de répétabilité, l'écart-type de répétabilité de l'appareil est en accord avec la spécification donnée par la norme.

Sélectionner un ensemble de q échantillons ($q = 20$) en bonne condition physico-chimique couvrant une large gamme de compositions. Les analyser consécutivement deux fois dans un ordre aléatoire de façon à prendre en compte le degré de contamination d'un échantillon sur l'autre. Noter la différence absolue entre les résultats en double (w_i) et calculer l'écart-type de répétabilité, s_r , à l'aide de l'équation suivante:

$$s_r = \left(\frac{1}{2q} \sum_{i=1}^q w_i^2 \right)^{\frac{1}{2}}$$

Si un plus petit nombre d'échantillons est utilisé, répéter la détermination au moins trois fois et calculer s_r en utilisant une analyse de variance à une voie. La variance de l'erreur (s_e^2), ou variance intra-échantillon, est un estimateur sans biais de σ_r^2 .

Il convient d'effectuer une intervention si s_r est supérieur à la valeur spécifiée.

5.2 Contrôle journalier de la stabilité à court terme de l'appareil

5.2.1 Objet

Ce contrôle est caractéristique de toute méthode instrumentale automatique. L'instabilité du signal de l'appareil peut être due à plusieurs origines, par exemple une dérive électrique, une variation de température, un écrasement des parois de la cellule, etc.

Vérifier, en analysant régulièrement un ou plusieurs échantillons de lait de contrôle, que les résultats se situent dans les limites de confiance acceptables, en supposant qu'aucun changement dans les caractéristiques physico-chimiques du lait de contrôle ne se produise pendant la période de contrôle. Cet essai est utile non

seulement pour vérifier la stabilité de l'instrument pendant une journée de travail, mais également d'un jour à l'autre entre deux étalonnages de l'appareil par rapport à la méthode de référence.

5.2.2 Mode opératoire

5.2.2.1 Sélectionner un échantillon de lait de composition moyenne ou, de préférence, deux échantillons de lait de faible et forte teneur, en utilisant un lait pasteurisé du commerce pour lequel la gamme de concentration en matière grasse, protéines et lactose a été étendue par addition de poudre de lait écrémé, de crème, etc.

Préparer avec précaution, sous agitation constante, le nombre de prises d'essai nécessaires pour un ou plusieurs jours de travail. Les conserver à 4 °C avec un conservateur adéquat. Un lait pasteurisé de bonne qualité, conservé par exemple avec du Bronopol, peut être stocké sans risque pendant 2 semaines. Avec les appareils équipés d'un homogénéisateur, un lait homogénéisé ne peut être utilisé que si l'efficacité de l'homogénéisation a été vérifiée séparément.

Analyser des échantillons de contrôle à intervalles réguliers tous les 40 à 60 échantillons.

5.2.2.2 Pour surveiller la qualité de la totalité du mode opératoire analytique, incluant bien entendu la stabilité de l'instrument, préparer une carte de contrôle selon les principes suivants.

a) Déterminer soigneusement la teneur de référence moyenne (m_0) du lait de contrôle et l'écart-type de reproductibilité de la méthode (σ_R) d'un jour à l'autre ou dans la journée. S'il est inconnu, σ_R peut être estimé grossièrement à deux fois la valeur de l'écart-type de répétabilité.

b) La carte de contrôle (voir Figure 1) représentera:

- 1) une ligne droite au centre correspondant à la valeur de référence m_0 ;
- 2) une courbe de confiance supérieure et inférieure qui correspond pour une probabilité $1 - \alpha$ aux limites de confiance de la moyenne cumulée m des résultats du lait de contrôle; ces limites sont obtenues en utilisant la formule suivante:

$$m_0 \pm u_{1-\alpha/2} \cdot \sigma_R / \sqrt{n}$$

où

u est une valeur particulière de variable aléatoire normalisée U (voir l'ISO 8196-1 et l'ISO 3534-1); sa valeur dépend du niveau de probabilité ($1 - \alpha$) et des degrés de liberté;

n est le nombre d'échantillons de contrôle analysés;

α est la probabilité de rejet de l'hypothèse nulle ($m = m_0$), bien qu'elle soit correcte, indiquant un besoin de réajuster l'appareil alors que ce n'est pas nécessaire. Pour éviter les réglages trop fréquents et inutiles, un niveau de probabilité de 0,01 peut être utilisé; dans ce cas, la valeur $u_{1-\alpha/2} = 2,58$;

- 3) une droite individuelle supérieure et inférieure qui correspondent à la probabilité ($1 - \alpha$) de l'intervalle de confiance statistique des essais individuels; ces limites sont obtenues en utilisant la formule suivante:

$$m_0 \pm k_{(n,p,1-\alpha)} \cdot \sigma_R$$

où k est un coefficient déterminé pour le nombre d'échantillons n et le niveau de probabilité $1 - \alpha$ que l'intervalle statistique contienne au moins une proportion p de la population.

NOTE Pour n infini, avec $1 - \alpha = 0,99$ et $p = 99 \%$, la valeur de $k = 2,58$.

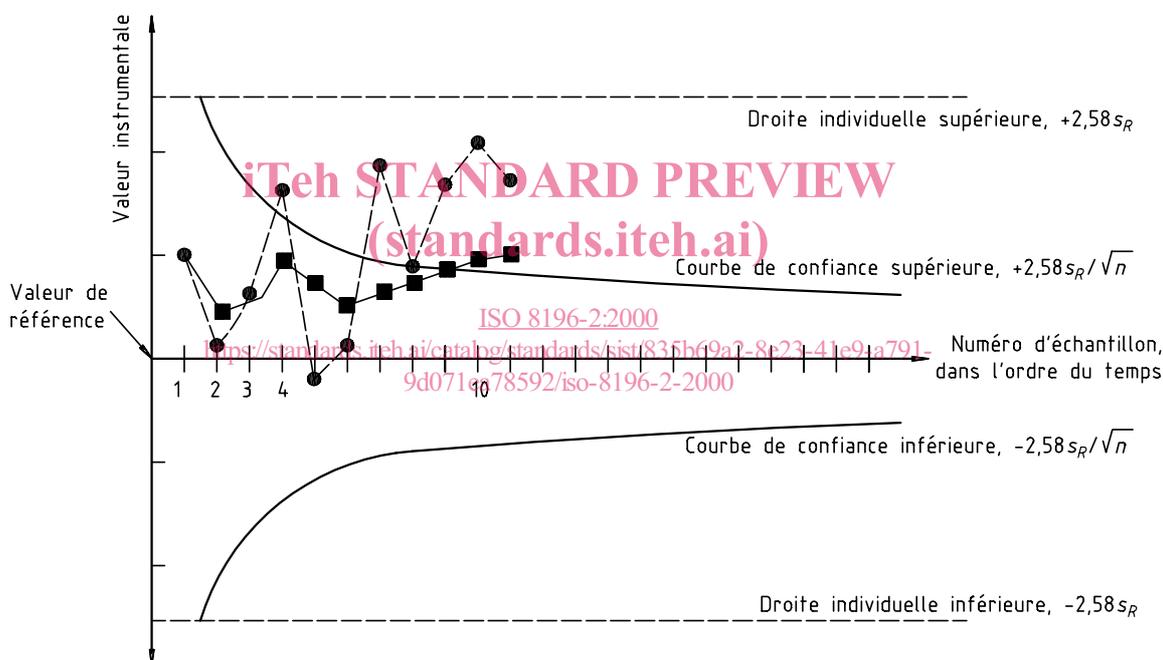
- c) Enregistrer sur la carte de contrôle chaque résultat individuel de l'échantillon de contrôle et la moyenne arithmétique (m) des résultats des échantillons qui ont été analysés.

Il convient d'effectuer une intervention quand:

- 1) la moyenne arithmétique (m) est, pour deux échantillons consécutifs, au-delà de la même courbe de confiance (supérieure ou inférieure), ce qui indique que l'appareil est en train de dériver; cette déviation est normalement dans le même sens que les déviations des résultats individuels au-delà de la droite individuelle correspondante;
- 2) les résultats individuels se trouvent souvent proches ou au-delà des droites individuelles, ce qui indique une mauvaise répétabilité de l'instrument ou une mauvaise qualité de l'échantillon de lait.

Dans chaque cas, arrêter et contrôler les fonctions de l'appareil et, si nécessaire, régler à nouveau le calibrage. L'utilisation d'un micro-ordinateur et d'un système automatique de saisie des données est très utile mais, dans ce cas, une correction automatique des résultats est interdite pour éviter de donner des résultats «corrects» alors que l'instrument ne fonctionne pas correctement.

L'instrument étant à nouveau réglé, préparer une nouvelle carte de contrôle.



Légende

- Résultats individuels
 ———— Moyenne arithmétique des résultats

NOTE 1 Courbes de confiance relatives à la moyenne arithmétique des moyennes individuelles cumulées (\bar{x}_i).

NOTE 2 Droites individuelles relatives aux résultats individuels.

NOTE 3 Ces limites contiennent 99 % de la population avec une probabilité de 99 %.

Figure 1 — Modèle de carte de contrôle pour la méthode d'analyse instrumentale

5.3 Contrôle du biais entre laboratoires

5.3.1 Généralités

Le contrôle des différences entre laboratoires, sans se soucier d'une comparaison de leurs valeurs à la valeur vraie, fait partie des contrôles de la performance du laboratoire. Il est effectué à l'aide d'essais interlaboratoires