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

Partie 1:

Attributs d'analyse de méthodes indirectes

iTeh STANDARD PREVIEW

*Milk — Definition and evaluation of the overall accuracy of indirect methods
of milk analysis*

Part 1: Analytical attributes of indirect methods

ISO 8196-1:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/51c9e13f-6d1d-4544-ab56-af7461beba4b/iso-8196-1-2000>



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 8196-1:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/51c9e13f-6d1d-4544-ab56-af7461beba4b/iso-8196-1-2000>

© 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 8196-1 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 les définitions des différentes caractéristiques couvertes par le concept général de «précision globale» d'une méthode analytique, ainsi que des modèles expérimentaux et des méthodes statistiques recommandées pour évaluer quantitativement ces caractéristiques.

Les caractéristiques de performance d'une méthode analytique peuvent être définies comme une série de valeurs quantitatives déterminées expérimentalement relatives à des critères très importants pour évaluer des conditions d'application d'une méthode dans un but donné. Le concept général s'applique à toutes les méthodes analytiques mais une attention particulière est portée aux méthodes physico-chimiques indirectes qui sont couramment utilisées pour déterminer la teneur du lait en matières grasses, en protéines, en lactose ainsi que son extrait sec.

L'ISO 8196-2, correspondant à une application des données de précision, donne des détails pratiques et des recommandations pour l'étalonnage des appareils et le contrôle qualité dans les laboratoires laitiers de routine.

Alors que la présente partie de l'ISO 8196 est principalement destinée aux spécialistes pour évaluer de nouvelles méthodes instrumentales indirectes, la partie 2 a pour objectif de servir de guide aux laboratoires de routine utilisant ces méthodes.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 8196-1:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/51c9e13f-6d1d-4544-ab56-af7461beba4b/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

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 8196 définit les différentes caractéristiques qui constituent la précision globale d'une méthode analytique et décrit les modèles expérimentaux et les méthodes recommandées pour évaluer quantitativement ces caractéristiques. Elle donne également des recommandations pour l'étalonnage des appareils et pour les protocoles de contrôle de qualité dans les laboratoires laitiers.

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent 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 les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués 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 3534-1, *Statistique — Vocabulaire et symboles — Partie 1: Probabilité et termes statistiques généraux.*

ISO 3534-2, *Statistique — Vocabulaire et symboles — Partie 2: Maîtrise statistique de la qualité.*

ISO 3534-3, *Statistique — Vocabulaire et symboles — Partie 3: Plans d'expérience.*

ISO 5725 (toutes les parties), *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure.*

3 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 8196, les termes et définitions donnés dans les parties 1 à 3 de l'ISO 3534 et dans l'ISO 5725-1 ainsi que les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1 Définitions générales

3.1.1

valeur vraie

valeur, connue ou fixée, que caractérise une grandeur mesurée, parfaitement définie dans les conditions existant au moment de l'analyse

NOTE C'est une valeur idéale qu'on ne pourrait atteindre que si l'on pouvait éliminer toutes les causes d'erreur de mesure et si la population était infinie.

3.1.2

méthode de référence

méthode internationalement reconnue par les experts ou par accord entre les parties, qui donne la «valeur vraie ou fixée» de la grandeur du constituant à mesurer

3.1.3

méthode indirecte

méthode qui ne dose pas directement le composant à mesurer, mais mesure à sa place une ou plusieurs grandeurs ou propriétés qui sont liées à ce composant

NOTE Le signal est relié à des valeurs quantitatives connues ou des valeurs vraies du composant, obtenues soit par des matériaux ou des instruments étalons ou plus souvent par une méthode de référence.

3.1.4

précision globale

degré de confiance ou d'exactitude d'une valeur mesurée

NOTE 1 C'est une valeur qui indique l'importance de l'erreur impliquée et est habituellement exprimée comme l'erreur associée à la méthode utilisée et calculée dans les conditions appropriées.

NOTE 2 Lorsqu'une seule mesure quantitative (x_i) d'un constituant (ou variable) est effectuée en utilisant une méthode d'analyse donnée, cette mesure est toujours une estimation de sa valeur vraie (μ). L'erreur de la méthode est donnée par la différence $x_i - \mu$. Plus la différence $x_i - \mu$ est petite, plus la précision globale est bonne.

Fondamentalement, cette différence dépend des quatre caractéristiques analytiques principales de la méthode:

- la fidélité,
- la justesse de la moyenne,
- la sensibilité,
- la limite de détection.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 8196-1:2000

NOTE 3 Seules la fidélité et la justesse de la moyenne seront abordées dans l'ISO 8196.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/51c9e13f-6d1d-4544-ab56-ar/461beba4b/iso-8196-1-2000>

3.1.5

sensibilité

le plus petit changement de concentration qui peut être mesuré par une technique analytique

3.1.6

limite de détection

la plus petite concentration (ou quantité) d'une substance qui peut être détectée, avec un degré de confiance donné, par une technique analytique

NOTE Avec les méthodes instrumentales indirectes, la sensibilité et la limite de détection sont généralement déterminées par la sensibilité du détecteur et le rapport signal/bruit. Ces caractéristiques sont généralement très bonnes pour les méthodes instrumentales utilisées dans les analyses chimiques du lait.

3.2 Définitions statistiques

3.2.1

fidélité

étroitesse de l'accord entre les résultats obtenus en appliquant une technique normalisée sur un matériau identique dans des conditions déterminées

3.2.2**limite de répétabilité***r*

valeur au-dessous de laquelle est située, avec une probabilité spécifiée, la valeur absolue de la différence entre deux résultats individuels obtenus dans les mêmes conditions (même opérateur, même appareil, même laboratoire et court intervalle de temps)

NOTE En l'absence d'indication, la probabilité est de 95 %.

3.2.3**limite de reproductibilité***R*

valeur au-dessous de laquelle est située, avec une probabilité spécifiée, la valeur absolue de la différence entre deux résultats individuels obtenus dans des conditions différentes (opérateurs différents, appareils différents, laboratoires différents et/ou époques différentes)

NOTE En l'absence d'indication, la probabilité est de 95 %.

3.2.4**justesse de la moyenne**

étroitesse de l'accord entre la valeur vraie et la moyenne des résultats qui serait obtenue en appliquant le procédé expérimental un grand nombre de fois de façon à réduire les erreurs aléatoires de fidélité

NOTE La justesse de la moyenne correspond à la partie de l'erreur globale associée à la méthode à un niveau donné du constituant qui n'est pas due à l'erreur aléatoire de mesure, mais à des facteurs connus ou inconnus qui ne permettent pas à la mesure d'atteindre la valeur vraie.

Iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

3.2.5**exactitude d'étalonnage**

étroitesse de l'accord, à chaque niveau du constituant, entre la valeur de la méthode indirecte et la moyenne estimée de la valeur vraie donnée par la méthode de référence pour des échantillons individuels au niveau correspondant

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/51c9e13f-6d1d-4544-ab56-af7461beba4b/iso-8196-1-2000>

3.2.6**précision**

étroitesse de l'accord entre les moyennes individuelles de résultats d'essai obtenus par la méthode de référence et la méthode indirecte sur des matériaux identiques, à condition que l'étalonnage de la méthode indirecte soit exact

4 Expressions statistiques**4.1 Fidélité**

Fondamentalement, la fidélité couvre tous les types d'erreurs fortuites et aléatoires qui ne peuvent être complètement évitées et dont les caractéristiques principales varient d'un essai à l'autre (par exemple volume délivré par une pipette, conditions de l'environnement, stabilité d'un instrument, bruit électronique, etc.).

Les erreurs, telles que celles de lecture ou de fonctionnement ou, plus généralement, toute valeur trouvée aberrante avec les tests appropriés, ne peuvent être prises en considération et ne sont pas incluses dans les données de fidélité.

La variabilité entre les résultats sera, bien entendu, plus faible quand les essais sont effectués au sein d'un même laboratoire dans les conditions les plus semblables possible (essais en double), et plus importantes quand les essais sont effectués par des laboratoires différents dans des conditions assez différentes (conditions de répétition d'essais).

De façon à donner des mesures quantitatives de la variabilité entre résultats dans ces deux situations extrêmes, la fidélité est exprimée en termes de répétabilité et reproductibilité. Bien que beaucoup de situations intermédiaires soient concevables (par exemple variation d'un jour sur l'autre, variations entre instruments ou manipulateurs au

sein d'un même laboratoire), la répétabilité et la reproductibilité sont apparues comme les mieux adaptées à la plupart des cas pratiques.

4.2 Limites de répétabilité et de reproductibilité

Dans la pratique, cela signifie que:

- deux résultats individuels obtenus dans un laboratoire dans les conditions de répétabilité doivent être considérés comme suspects s'ils diffèrent de plus de r , et
- deux résultats individuels obtenus par deux laboratoires dans les conditions de reproductibilité doivent être considérés comme suspects s'ils diffèrent de plus de R .

4.3 Erreurs systématiques ou biais

Les sources d'erreurs systématiques ou de biais avec les méthodes indirectes, et en particulier avec les méthodes instrumentales d'analyse du lait, peuvent provenir de l'erreur d'étalonnage et de variations des caractéristiques physico-chimiques du composé à mesurer ou de l'influence de facteurs qui interfèrent sur la mesure. Cette dernière source est appelée «effet de matrice».

Par conséquent, selon l'origine de l'erreur et de la possibilité d'éliminer une source d'erreur par ajustement de l'étalonnage, la justesse de la moyenne est divisée en deux composantes: l'exactitude d'étalonnage (3.2.5) et la précision de l'estimation ou précision (3.2.6).

La précision mesure la partie de l'erreur systématique qui n'est pas due à l'erreur d'étalonnage.

Le fait de séparer le biais en deux composants, celui dû à l'étalonnage et celui dû aux autres facteurs, a deux objectifs pratiques: tout d'abord de permettre une comparaison entre méthodes indirectes et, ensuite, de chiffrer précisément les qualités analytiques des appareils et en particulier les limites de confiance par rapport à la méthode de référence.

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/51c9e13f-6d1d-4544-ab56-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/51c9e13f-6d1d-4544-ab56-af7461beba4b/iso-8196-1-2000)

Lorsque le réglage de l'étalonnage est entièrement sous la responsabilité du manipulateur, l'exactitude de l'étalonnage n'est pas considérée comme une caractéristique analytique d'une méthode indirecte.

Toutefois, dans la pratique, il est important de connaître exactement la justesse réelle de la méthode, par exemple l'étendue du biais moyen et le degré d'incertitude de résultats individuels, quelle que soit l'origine de l'erreur systématique. Cette question est considérée dans l'ISO 8196-2 en tant qu'application des données de précision et de fidélité.

5 Expressions mathématiques

5.1 Généralités

Dérivées de l'analyse de variance des données obtenues par un essai interlaboratoires (voir 6.1), la répétabilité et la reproductibilité d'une méthode sont exprimées pour une gamme donnée de concentrations du produit à analyser par:

- l'écart-type de répétabilité, σ_r , et
- l'écart-type de reproductibilité, σ_R .

L'utilisation du coefficient de variation ($CV = \sigma/\text{moyenne} \times 100$) est recommandée toutes les fois que l'écart-type varie proportionnellement au niveau du constituant.

Ce concept s'applique principalement aux méthodes indirectes étalonnées par rapport à une méthode de référence ou des matériaux étalons ou lorsque la valeur vraie de la concentration d'un constituant est connue.

5.2 Justesse de la moyenne

La justesse de la moyenne est calculée à partir des différences algébriques (d_i) entre les valeurs mesurées et les valeurs vraies pour une population d'échantillons; elle est exprimée par:

- la moyenne des différences ou biais (\bar{d});
- l'écart-type des différences (σ_d);
- l'exactitude de calibrage; en supposant que la relation entre les valeurs de la méthode de référence (\bar{y}_i) et les résultats de la méthode indirecte (\bar{x}_i) soit linéaire, l'étalonnage d'un appareil est considéré comme exact si la pente de l'équation de régression linéaire ($\bar{y}_i = b\bar{x}_i + a$) est égale à 1,000 et l'ordonnée à l'origine est égale à zéro; en pratique, il convient que la pente ne diffère pas statistiquement de 1,000 et que la moyenne des valeurs instrumentales \bar{x} ne diffère pas de la moyenne des valeurs de référence \bar{y} [moyenne des différences $d_i = (x_i - y_i)$ non différente de zéro];
- la précision; la précision d'une méthode indirecte est donnée par les limites de l'intervalle de confiance à l'intérieur duquel la valeur vraie est estimée avec une probabilité donnée, lorsque la méthode indirecte est étalonnée exactement.

La précision est exprimée par l'écart-type résiduel ($\sigma_{y,x}$) des différences entre la valeur vraie (\bar{y}_i) et l'estimation moyenne de la valeur de référence (\hat{y}) obtenue à partir de la régression de la droite d'étalonnage (voir Figure 1). Elle reflète, par une expression mathématique, la sélectivité et la spécificité de la méthode pour prédire les valeurs vraies d'un composant à mesurer.

En pratique, pour tout échantillon individuel, la moyenne \bar{x}_i des résultats donnés par une méthode indirecte exactement étalonnée doit être considérée comme suspecte si la différence entre \bar{x}_i et la valeur de référence \bar{y}_i est en dehors des limites de l'intervalle de confiance statistique.

6 Évaluation de la fidélité et de la précision

NOTE Il convient de garder à l'esprit qu'aussi bien la méthode indirecte que la méthode de référence devraient être normalisées ou, du moins, qu'un mode opératoire détaillé et très précis des méthodes devrait être disponible avant d'entreprendre une évaluation de la précision globale.

6.1 Fidélité: Essai interlaboratoires

6.1.1 Généralités

Pour les détails relatifs à l'organisation et à l'analyse statistique, se reporter à l'ISO 5725-1.

Afin de déterminer la fidélité (répétabilité et reproductibilité) d'une méthode, un essai interlaboratoires est organisé; au cours de celui-ci, des sous-échantillons d'un nombre déterminé d'échantillons, couvrant la gamme habituelle de concentrations du constituant, sont analysés plusieurs fois par plusieurs laboratoires en utilisant la même méthode normalisée. La variabilité intralaboratoire et interlaboratoires des résultats permet d'estimer la fidélité de la méthode.

6.1.2 Modèle expérimental

Il convient de conduire la préparation et l'organisation d'un tel essai dans des conditions précises, brièvement résumées ci après.

- a) Il convient que le nombre de laboratoires participants soit aussi grand que possible ($p \geq 8$). En pratique, avec des méthodes instrumentales à coût élevé il peut être difficile de trouver l'équipement dans de nombreux laboratoires.