
**Lait — Mesure quantitative de la qualité
bactériologique — Lignes directrices
pour établir et vérifier une relation de
conversion entre les résultats de la
méthode de routine et les résultats de
la méthode d'ancrage**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

*Milk — Quantitative determination of bacteriological quality — Guidance
for establishing and verifying a conversion relationship between routine
method results and anchor method results*

ISO 21187:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f194eed-e04d-4806-91a8-a14c64340fa7/iso-21187-2004>



Numéros de référence
ISO 21187:2004(F)
FIL 196:2004(F)

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 et la FIL déclinent 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 et les comités nationaux de la FIL. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central de l'ISO à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW **(standards.iteh.ai)**

[ISO 21187:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f194eed-e04d-4806-91a8-a14c64340fa7/iso-21187-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f194eed-e04d-4806-91a8-a14c64340fa7/iso-21187-2004>

© ISO et FIL 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 soit de l'ISO soit de la FIL à l'adresse respective ci-après.

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

Fédération Internationale de Laiterie
Diamant Building • Boulevard Auguste Reyers 80 • B-1030 Bruxelles
Tel. + 32 2 733 98 88
Fax + 32 2 733 04 13
E-mail info@fil-idf.org
Web www.fil-idf.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principes	2
4.1 Conditions préalables	2
4.2 Mise en place de l'organisation	3
5 Établissement d'une relation de conversion	3
5.1 Prise en compte des facteurs ayant une incidence et de leurs conséquences	3
5.2 Échantillons pour essai	5
5.3 Traitement préalable des échantillons pour essai	6
5.4 Analyse	7
5.5 Calcul	7
5.6 Expression des résultats	8
6 Vérification d'une relation de conversion	8
6.1 Fréquence	8
6.2 Échantillons pour essai	9
6.3 Traitement préalable des échantillons pour essai	9
6.4 Analyse	9
6.5 Calcul et vérification d'une relation de conversion	9
7 Rapport d'essai	9
Annexe A (informative) Nombre d'échantillons dans une régression linéaire	10
Bibliographie	14

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 21187|FIL 196 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*, et la Fédération internationale de laiterie (FIL), en collaboration avec l'AOAC International. Elle est publiée conjointement par l'ISO et la FIL, et séparément par l'AOAC International.

[ISO 21187:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f194eed-e04d-4806-91a8-a14c64340fa7/iso-21187-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f194eed-e04d-4806-91a8-a14c64340fa7/iso-21187-2004>

Avant-propos

La **FIL (Fédération internationale de laiterie)** est une fédération mondiale du secteur laitier avec un Comité National dans chacun de ses pays membres. Chaque Comité National a le droit de faire partie des Comités permanents de la FIL auxquels sont confiés les travaux techniques. La FIL collabore avec l'ISO et avec l'AOAC International pour l'élaboration de méthodes normalisées d'analyse et d'échantillonnage pour le lait et les produits laitiers.

Les projets de Normes internationales adoptés par les Équipes d'Action et les Comités permanents sont soumis aux Comités Nationaux pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 50 % au moins des Comités Nationaux votants.

L'ISO 21187|FIL 196 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*, et la Fédération internationale de laiterie (FIL), en collaboration avec l'AOAC International. Elle est publiée conjointement par l'ISO et la FIL, et séparément par l'AOAC International.

L'ensemble des travaux a été confié à l'Équipe d'Action mixte ISO/FIL/AOAC, *Analyse de routine en microbiologie quantitative*, du Comité permanent chargé de *l'assurance de la qualité, des statistiques des résultats d'analyse et de l'échantillonnage*, sous la conduite de son chef de projet, Monsieur H.J.C.M. van den Bijgaart (NL).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 21187:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f194eed-e04d-4806-91a8-a14c64340fa7/iso-21187-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f194eed-e04d-4806-91a8-a14c64340fa7/iso-21187-2004>

Introduction

La conversion en microbiologie quantitative signifie l'expression, en unités d'une autre méthode, généralement une méthode de référence ou d'ancrage, du résultat d'une mesure quantitative de l'état bactériologique d'un échantillon pour essai obtenu en appliquant une méthode de routine. De ce fait, les résultats quantitatifs obtenus selon les méthodes de routine peuvent être comparés aux valeurs ou aux limites présentées dans les unités de la méthode de référence ou d'ancrage. Pour établir et appliquer une relation de conversion, il convient de respecter un certain nombre de conditions préalables. On y renvoie dans la présente Norme internationale mais elles sont généralement décrites par ailleurs.

Bien que les principes appliqués pour la conversion coïncident pour une grande part avec ceux appliqués pour le calibrage des méthodes indirectes ou de routine par rapport à une méthode de référence ou à l'aide de matériaux de référence (certifiés), il faut souligner que les raisons et les buts de l'application de la conversion sont différents de ceux du calibrage. Le calibrage implique la détermination de l'ajustement nécessaire pour chaque niveau d'un analyte afin d'approcher de près la valeur vraie de sa concentration ou de son nombre. Toutefois, une valeur vraie au sens strict du terme ne peut être établie en microbiologie quantitative et n'est définie que par la description de la méthode appliquée. Lors de l'application de méthodes de routine pour la mesure quantitative de la qualité bactériologique, les principes méthodologiques sont souvent différents et par conséquent aussi les unités. La conversion vise à transférer les résultats obtenus avec différentes méthodes sur une échelle commune.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 21187:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f194eed-e04d-4806-91a8-a14c64340fa7/iso-21187-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f194eed-e04d-4806-91a8-a14c64340fa7/iso-21187-2004>

Lait — Mesure quantitative de la qualité bactériologique — Lignes directrices pour établir et vérifier une relation de conversion entre les résultats de la méthode de routine et les résultats de la méthode d'ancrage

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale donne des lignes directrices pour l'établissement d'une relation de conversion entre les résultats d'une méthode de routine et une méthode d'ancrage et sa vérification en vue de la mesure de la qualité bactériologique du lait.

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 3534-1, *Statistique — Vocabulaire et symboles — Partie 1: Probabilité et termes statistiques généraux*

ISO 8196-1|FIL 128, *Lait — Définition et évaluation de la précision globale de méthodes indirectes d'analyse du lait — Partie 1: Attributs d'analyse de méthodes indirectes*

ISO 8196-2|FIL 128, *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*

3 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les termes et définitions donnés dans l'ISO 3534-1, l'ISO 8196-1|FIL 128-1, l'ISO 8196-2|FIL 128-2 ainsi que les suivants s'appliquent.

3.1

méthode de routine

méthode alternative

méthode d'analyse permettant de quantifier l'état bactériologique d'un échantillon pour essai

NOTE 1 La méthode peut être une méthode brevetée ou une méthode non commerciale.

NOTE 2 Dans la présente Norme internationale, le terme «routine» ou «alternative» désigne l'ensemble de la méthode. Il englobe tous les aspects, que ce soit le traitement préalable de l'échantillon, les matériaux, les instruments ou d'autres éléments nécessaires à l'exécution de la méthode.

NOTE 3 L'expression «méthode de routine» est employée dans la présente Norme internationale.

3.2

méthode d'ancrage **méthode de référence**

méthode d'analyse reconnue dans le monde entier par les experts ou du fait d'un accord entre les parties, et utilisée, par exemple, dans la législation pour indiquer les limites officielles de la qualité bactériologique

NOTE On souligne que, en microbiologie quantitative, toute valeur obtenue est seulement définie par la description de la méthode appliquée. Ceci s'applique à toute méthode de routine, ainsi que, par exemple, au comptage normalisé des plaques, pour l'énumération des micro-organismes. Pour des besoins de conversion, on préfère le terme «méthode d'ancrage» à celui de «méthode de routine»; ce premier terme sera donc utilisé dans la présente Norme internationale.

3.3

analyte

élément ou propriété mesuré par la méthode d'analyse

NOTE L'analyte peut être le micro-organisme, des particules colorées (dénombrement microscopique, par exemple), des éléments de micro-organismes (les lipopolysaccharides, par exemple), le résultat de leur aptitude à se multiplier (unités formant colonies, par exemple) ou de leur activité métabolique (changement de conductivité/d'impédance, par exemple).

3.4

laboratoire organisateur

laboratoire, éventuellement désigné par les autorités compétentes, disposant d'un personnel qualifié et des aptitudes requises pour organiser, coordonner et rendre compte du résultat des activités, en vue de l'établissement ou de l'entretien d'une relation de conversion

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4 Principes

4.1 Conditions préalables

ISO 21187:2004

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f194eed-e04d-4806-91a8-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f194eed-e04d-4806-91a8-a14c6434067/iso-21187-2004)

[a14c6434067/iso-21187-2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7f194eed-e04d-4806-91a8-a14c6434067/iso-21187-2004)

Les conditions préalables suivantes s'appliquent pour l'établissement et la vérification d'une relation de conversion entre les résultats d'une méthode de routine et la méthode d'ancrage.

- a) Il convient que la méthode de routine ait été validée conformément à l'ISO 16140¹⁾. Il convient de formaliser par écrit, de strictement normaliser et de contrôler, en accord avec l'ISO/CEI 17025, EA-4/10 ou des normes comparables, les procédures d'échantillonnage, de conservation des échantillons pour essai, de transport, de stockage et de traitement préalable des échantillons, d'analyse et de calcul des résultats.
- b) Il convient que la méthode d'ancrage ait été validée, consignée par écrit, strictement normalisée et contrôlée en accord avec l'ISO/CEI 17025, EA-4/10 ou d'autres normes comparables.
- c) Il convient de formaliser par écrit le protocole d'établissement de la relation de conversion et sa vérification. Il convient que ce protocole satisfasse aux exigences de la présente Norme internationale. Il est recommandé de solliciter l'aval des autorités compétentes si l'objectif final est d'apprécier les résultats de la méthode de routine en fonction de limites officielles établies en unités de la méthode d'ancrage.

1) La FIL 161A donne des indications supplémentaires sur les aspects relatifs au lait et non traités dans l'ISO 16140.

4.2 Mise en place de l'organisation

L'établissement et la vérification d'une relation de conversion reposent sur l'examen d'échantillons pour essai selon les deux méthodes, couvrant le domaine d'application et l'éventail des échantillons analysés selon la méthode de routine.

Il est possible de distinguer un certain nombre de situations, comme suit.

- a) La méthode de routine et la méthode d'ancrage sont appliquées totalement dans le même laboratoire.
- b) La méthode de routine est appliquée dans un certain nombre de laboratoires et la méthode d'ancrage dans un seul laboratoire (pas nécessairement un laboratoire de routine). Dans ce cas, il faudra préparer des sous-échantillons et les transporter de l'endroit où la méthode de routine doit être appliquée au laboratoire dans lequel la méthode d'ancrage doit être employée, ou le contraire.
- c) La méthode de routine et la méthode d'ancrage sont toutes deux appliquées dans un certain nombre de laboratoires. De même que dans la situation b), il faudra soigneusement organiser la préparation et le transport des sous-échantillons.

Du fait de l'instabilité et de la variabilité de l'état bactériologique des échantillons de lait, les relations de conversion les plus fiables seront obtenues lorsque la méthode de routine et la méthode d'ancrage seront employées simultanément, sur les mêmes échantillons pour essai, au même endroit, c'est-à-dire dans la situation a).

Dans tous les cas, il convient que la mise en place de l'organisation comporte toutes les dispositions nécessaires pour garantir que la relation de conversion obtenue est représentative des circonstances dans lesquelles la méthode de routine est employée et que la relation de conversion qui en résulte est appliquée ultérieurement.

Il convient que le laboratoire organisateur fournisse des conseils aux laboratoires participants. En outre, il convient qu'il recueille des informations sur les points critiques de la procédure. Il est recommandé de demander à tous les collaborateurs de consigner les informations pertinentes, telles que les détails de la ou des méthodes utilisées, les données relatives à la maîtrise de la qualité et, éventuellement, des données relatives aux conditions de stockage et de transport.

5 Établissement d'une relation de conversion

5.1 Prise en compte des facteurs ayant une incidence et de leurs conséquences

5.1.1 Généralités

Un certain nombre de facteurs peuvent influencer sur le résultat des déterminations obtenues avec la méthode de routine ou la méthode d'ancrage ou les deux. L'importance relative des effets peut varier en fonction des échantillons pour essai et n'est pas nécessairement identique pour les deux méthodes. Cela implique que certains facteurs peuvent également avoir une incidence sur la relation de conversion. Lors de l'évaluation d'une méthode de routine, il convient de déterminer et d'envisager tous les facteurs pertinents sous l'angle de la nécessité de couvrir les conséquences de leur variation dans une unique relation de conversion ou bien pour établir des relations de conversion distinctes.

D'une manière générale, lorsqu'il n'est pas possible de faire la distinction entre les échantillons ou que celle-ci n'est pas faite dans les conditions des analyses de routine, il convient de traiter la variation des variables sous-jacentes en une seule relation de conversion. S'il s'avère qu'un facteur a un effet non négligeable sur la relation de conversion, il peut être nécessaire d'établir et d'appliquer plusieurs relations de conversion.

Un certain nombre de facteurs ayant éventuellement une incidence sont énumérés ci-dessous, à titre d'exemples. L'explication fournie pour chacun de ces facteurs est en même temps destinée à donner des indications sur la façon de traiter d'autres facteurs.

5.1.2 Type des bactéries et phase de croissance

Lors du dénombrement des bactéries totales ou viables, il n'est fait aucune distinction entre le type des bactéries, leur phase de croissance ou leur activité métabolique. La quantification est le résultat de différents degrés de susceptibilité à la détection par la méthode concernée. Aussi, il convient que la variation normale de cette diversité soit prise en compte dans une seule relation de conversion.

5.1.3 Conditions de stockage du produit

Les conditions de stockage du produit auront une incidence sur le nombre de bactéries et leur phase de croissance. Lorsque des limites officielles sont fixées en fonction des conditions de stockage (durée, température) et que ces conditions ont un effet non négligeable sur la relation de conversion, il convient d'établir et d'appliquer différentes relations de conversion.

5.1.4 Influence de la région et conditions de production

Lors de l'examen du lait cru, ce facteur englobe en fait des facteurs décrits en 5.1.2 et 5.1.3. Il est lié aux caractéristiques générales de l'élevage laitier et de la production de lait, telles que la méthode de traite et les intervalles de collecte. Lorsque cela peut avoir une incidence sur la relation de conversion, il faut évaluer s'il est possible de mettre en évidence des différences statistiquement significatives, par exemple pour différentes régions. Il convient ensuite d'établir et d'appliquer des relations de conversion distinctes. Là encore, il convient de noter que l'application de différentes relations de conversion se limite aux situations dans lesquelles on fait une distinction entre les sous-populations d'échantillons correspondantes dans les conditions des analyses de routine.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5.1.5 Influence de la saison

La flore bactérienne peut varier au cours de l'année. Cette variation peut être décelée à des degrés différents selon avec des méthodes différentes, mais il convient de l'envisager comme une conséquence de la mesure de caractéristiques différentes du même produit par des méthodes distinctes. Lorsque l'influence de la saison sur la relation de conversion est évidente, il convient de baser la relation de conversion sur un ensemble de données portant sur l'année entière.

5.1.6 Conservation des échantillons pour essai

Dans le cas de certaines méthodes de routine, la conservation des échantillons pour essai peut s'appliquer à des fins de stabilisation. Il convient d'apporter la preuve que cela n'a pas d'incidence sur la détectabilité de l'analyte par la méthode de routine. Lorsque des échantillons sont analysés en parallèle avec la méthode d'ancrage, il convient de veiller à surveiller l'état bactériologique des échantillons juste avant l'adjonction d'un conservateur et le mélange avec ce dernier pour les besoins de la méthode de routine mise en œuvre.

5.1.7 Échantillonnage, stockage, transport et traitement préalable de l'échantillon pour essai

L'échantillonnage, le stockage, le transport et le traitement préalable de l'échantillon pour essai ne font pas partie de la mesure en soi mais de la méthode d'analyse globale, et ils peuvent avoir une incidence sur le résultat. Des modifications de la structure, même dans les limites indiquées dans la description de la méthode, peuvent nécessiter une adaptation d'une relation de conversion.

5.1.8 Produits chimiques

Il convient que le choix des produits chimiques utilisés en méthodologie analytique garantisse le bon fonctionnement de la méthode, c'est-à-dire qu'il y a lieu que des modifications mineures des caractéristiques n'aient pas d'incidence sur le résultat des mesurages. Toutefois, les produits chimiques ayant notamment des origines naturelles peuvent présenter des fluctuations de leurs propriétés. Lorsqu'un effet non négligeable sur les résultats quantitatifs obtenus est manifeste, il convient d'en tenir compte en adaptant la relation de conversion établie.

5.2 Échantillons pour essai

5.2.1 Calcul du nombre d'échantillons pour essai

En supposant une régression linéaire, le nombre requis d'échantillons pour essai, n , dans la série d'échantillons finale peut être calculé à partir des statistiques d'un test t , selon l'équation suivante (voir Annexe A):

$$n = \left[t^2(1-r^2)/(\delta^2 \cdot r^2) \right] + 1$$

où

- n est le nombre requis d'échantillons pour essai;
- t est la valeur numérique de la distribution de t de Student, à un niveau de confiance de 95 %;
- δ est la valeur numérique de l'erreur relative de l'estimation de la régression ($\delta = 0,1$ est jugé approprié pour l'objectif en question);
- r est la valeur numérique du coefficient de corrélation estimé entre les résultats de la méthode de routine et ceux de la méthode d'ancrage.

NOTE Le but est de déterminer un nombre approprié d'une série d'échantillons pour estimer les coefficients de régression à partir d'une distribution normale à deux variables pour un coefficient de corrélation supposé et une estimation d'erreur relative prédéterminée ou à un niveau de confiance choisi. Il convient d'insister sur le fait que ceci est différent de la vérification d'un étalonnage avec une évaluation subséquente des coefficients de régression.

Dans le cas où il apparaîtrait à partir des calculs (voir 5.5.2) que le coefficient de corrélation présumé préalablement, a été sous-estimé, le nombre de données en double requis devrait être inclus et le calcul répété.

Il convient que le nombre d'échantillons pour essai soit suffisamment important pour représenter la variation (le cas échéant)

- a) de la composition bactériologique, du niveau et des propriétés de la population d'échantillon,
- b) de la région géographique,
- c) sur une année, et
- d) selon les différents laboratoires/instruments, lors de l'application de la méthode de routine dans les situations b) et c) de 4.2.

5.2.2 Plage des échantillons

Dans toute l'étendue de mesure, il convient que les niveaux couvrent uniformément la plage intéressante pour la méthode de routine en question.

Lorsque les données doivent être transformées avant le traitement statistique (voir 5.5), il convient que les paires de données couvrent uniformément l'échelle transformée.

5.2.3 Représentativité

Il est primordial de travailler avec des échantillons pour essai naturels. Il convient que ces échantillons soient vraiment représentatifs aux différents niveaux de la population étudiée (voir 5.1).