
**Microbiologie des aliments — Lignes
directrices pour l'estimation de
l'incertitude de mesure pour les
déterminations quantitatives**

*Microbiology of food and animal feeding stuffs — Guidelines for the
estimation of measurement uncertainty for quantitative determinations*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TS 19036:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8b2505df-ec6f-433e-8fc1-64c5ab059b7d/iso-ts-19036-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8b2505df-ec6f-433e-8fc1-64c5ab059b7d/iso-ts-19036-2006>



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/TS 19036:2006](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8b2505df-ec6f-433e-8fc1-64c5ab059b7d/iso-ts-19036-2006)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8b2505df-ec6f-433e-8fc1-64c5ab059b7d/iso-ts-19036-2006>

© ISO 2006

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 Termes et définitions	1
3 Principes	3
3.1 Approche globale de l'estimation de l'incertitude de mesure (IM)	3
3.2 Prise en considération du biais	4
4 Aspects généraux	4
4.1 Incertitude type composée	4
4.2 Écart-type de reproductibilité	4
4.3 Incertitude élargie	5
4.4 Règles générales d'estimation de l'écart-type de reproductibilité	5
5 Écart-type de reproductibilité intralaboratoire	5
5.1 Généralités	5
5.2 Protocole expérimental	5
5.3 Calculs	8
6 Écart-type de reproductibilité de la méthode dérivé d'un essai interlaboratoires	9
6.1 Généralités	9
6.2 Utilisation en microbiologie des aliments	10
7 Écart-type de reproductibilité dérivé d'un essai interlaboratoires d'aptitude	11
8 Expression de l'incertitude de mesure dans les rapports d'essai	11
Annexe A (informative) Résultats des essais concernant la composante d'incertitude liée au sous-échantillonnage de la prise d'essai et à la préparation de la suspension mère	12
Bibliographie	17

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.

Dans d'autres circonstances, en particulier lorsqu'il existe une demande urgente du marché, un comité technique peut décider de publier d'autres types de documents normatifs:

- une Spécification publiquement disponible ISO (ISO/PAS) représente un accord entre les experts dans un groupe de travail ISO et est acceptée pour publication si elle est approuvée par plus de 50 % des membres votants du comité dont relève le groupe de travail;
- une Spécification technique ISO (ISO/TS) représente un accord entre les membres d'un comité technique et est acceptée pour publication si elle est approuvée par 2/3 des membres votants du comité.

Une ISO/PAS ou ISO/TS fait l'objet d'un examen après trois ans afin de décider si elle est confirmée pour trois nouvelles années, révisée pour devenir une Norme internationale, ou annulée. Lorsqu'une ISO/PAS ou ISO/TS a été confirmée, elle fait l'objet d'un nouvel examen après trois ans qui décidera soit de sa transformation en Norme internationale soit de son annulation.

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/TS 19036 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 9, *Microbiologie*.

Les laboratoires accrédités selon l'ISO/CEI 17025 et les systèmes connexes sont tenus d'évaluer l'incertitude de mesure (IM) pour les analyses qu'ils effectuent, et, le cas échéant, de rapporter cette incertitude. L'estimation de l'incertitude de mesure permet de mesurer la confiance qui peut être accordée aux résultats d'analyse, mais pas à la compétence du laboratoire.

Compte tenu de ces besoins, l'ISO/TC 34/SC 9 a considéré qu'il était nécessaire de définir une approche générale de l'estimation de l'incertitude de mesure en microbiologie des aliments, sur la base des lignes directrices générales d'expression de l'incertitude de mesure. Il est parvenu à un consensus sur les déterminations quantitatives, et a pris conscience du fait qu'il était également nécessaire d'estimer l'incertitude de mesure pour les déterminations qualitatives, mais cela demandera plus de temps et fera ultérieurement l'objet d'une publication distincte.

Pour accélérer la publication d'un document permettant d'adopter une approche harmonisée qui puisse être appliquée à l'accréditation, l'ISO/TC 34/SC 9 a décidé d'élaborer une Spécification technique plutôt qu'une Norme internationale. Il a été considéré que cela encouragerait les utilisateurs de cette publication à consigner leur expérience de la mise en application de l'approche décrite. L'ISO/TC 34/SC 9 pourrait alors réviser le document, à la lumière de l'expérience acquise.

Introduction

Le *Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure* (GUM) [15] constitue une approche normalisée largement adoptée, qui recommande, comme l'illustrent les exemples fournis, d'estimer les sources individuelles de variabilité contribuant à l'incertitude du processus de mesurage. L'incertitude globale est ensuite dérivée selon des principes formels de propagation de l'incertitude. Cette approche est décrite de manière plus pratique pour les mesures analytiques, principalement de nature chimique, par le Guide EURACHEM/CITAC [16], ainsi que pour la microbiologie dans la Référence [17].

L'ISO/TC 34/SC 9 a considéré que cette approche «étape par étape» n'est pas satisfaisante dans le cas de l'analyse microbiologique des aliments, pour laquelle il est difficile de bâtir un modèle vraiment complet du processus de mesurage. Comme il est possible de passer à côté d'une source importante d'incertitude, il y a un risque élevé de sous-estimation de la valeur vraie de l'incertitude de mesure. En outre, il semble difficile de quantifier avec précision la contribution de chaque étape du processus d'analyse en microbiologie des aliments, où

- l'analyte est un organisme vivant, dont l'état physiologique peut être très variable, et
- la cible de l'analyse inclut différentes souches, différentes espèces, ou différentes genres.

En d'autres termes, les analyses microbiologiques ne permettent pas d'obtenir une estimation métrologiquement rigoureuse et statistiquement valable de l'incertitude de mesure.

L'ISO/TC 34/SC 9 a donc préféré une approche «de haut en bas», ou «globale», de l'incertitude de mesure, fondée sur un écart-type de reproductibilité du résultat final du processus de mesurage. Il s'agit d'une approche fondée sur des résultats expérimentaux (avec répétition de la même analyse) qui, dans le cas de la microbiologie, semble plus satisfaisante que l'approche «étape par étape».

L'approche globale a été avalisée pour un usage plus général par la Spécification technique ISO/TS 21748, élaborée par l'ISO/TC 69 *Application des méthodes statistiques*, SC 6, *Méthodes et résultats de mesure*. Ce document clarifie le fait que l'approche «étape par étape» et l'approche globale ne s'excluent pas mutuellement, car toutes les composantes de l'incertitude de mesure peuvent être considérées comme incluses dans la performance globale du processus d'analyse, qui peut être caractérisée par la fidélité et le biais observables.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/TS 19036:2006

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/8b2505df-ec6f-433e-8fc1-64c5ab059b7d/iso-ts-19036-2006>

Microbiologie des aliments — Lignes directrices pour l'estimation de l'incertitude de mesure pour les déterminations quantitatives

1 Domaine d'application

La présente Spécification technique donne des lignes directrices pour l'estimation et l'expression de l'incertitude de mesure (IM) liée aux résultats des analyses quantitatives en microbiologie des aliments.

Elle est applicable à l'analyse quantitative

- des produits destinés à la consommation humaine et à l'alimentation des animaux, et
- d'échantillons environnementaux dans le domaine de la production et de la manutention de produits alimentaires,

normalement effectuée par dénombrement de micro-organismes selon une technique de comptage des colonies, mais également à l'analyse quantitative selon des méthodes alternatives, instrumentales.

La présente Spécification technique n'est pas applicable

- au dénombrement utilisant une technique de Nombre le Plus Probable, ou
- à l'analyse de faibles niveaux de micro-organismes.

Dans la présente Spécification technique, l'incertitude de mesure associée aux «faibles» nombres de micro-organismes ¹⁾, tel que décrit par l'ISO 7218, n'est pas estimée car il n'a pas été convenu de méthode simple à appliquer dans ce cas.

La présente Spécification technique adopte une approche globale, fondée sur l'écart-type de reproductibilité du résultat final du mesurage.

2 Termes et définitions

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

2.1

incertitude (de mesure)

paramètre, associé au résultat d'un mesurage, qui caractérise la dispersion des valeurs qui pourraient raisonnablement être attribuées au mesurande

NOTE 1 Le paramètre peut être, par exemple, un écart-type (ou un multiple de celui-ci) ou la demi-largeur d'un intervalle de niveau de confiance déterminé.

1) C'est-à-dire moins de 10 colonies dénombrées sur au moins une boîte, ce qui correspond normalement à moins de 100 ufc par gramme ou par millilitre, ou 1 000 ufc par gramme ou par millilitre de produit, en fonction du volume de l'inoculum (1 ml ou 0,1 ml).

NOTE 2 L'incertitude de mesure comprend, en général, plusieurs composantes. Certaines peuvent être évaluées à partir de la distribution statistique des résultats de séries de mesurages et peuvent être caractérisées par des écarts-types expérimentaux. Les autres composantes, qui peuvent aussi être caractérisées par des écarts-types, sont évaluées en admettant des lois de probabilité, d'après l'expérience acquise ou d'après d'autres informations.

NOTE 3 Il est entendu que le résultat du mesurage est la meilleure estimation de la valeur du mesurande, et que toutes les composantes de l'incertitude, y compris celles qui proviennent d'effets systématiques, telles que les composantes associées aux corrections et aux étalons de référence, contribuent à la dispersion.

[GUM:1993 [15]]

2.2 incertitude type

$u(x_i)$

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

[GUM:1993 [15]]

2.3 incertitude type composée

$u_c(y)$

incertitude type du résultat d'un mesurage, lorsque ce résultat est obtenu à partir des valeurs d'autres grandeurs, égale à la racine carrée d'une somme de termes, ces termes étant les variances ou covariances de ces autres grandeurs, pondérées selon la variation du résultat de mesure en fonction de celle de ces grandeurs

[GUM:1993 [15]]

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

2.4 incertitude élargie

U

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

ISO/TS 19036:2006

NOTE 1 La fraction peut être considérée comme la probabilité ou le niveau de confiance de l'intervalle.

NOTE 2 L'association d'un niveau de confiance spécifique à l'intervalle défini par l'incertitude élargie nécessite des hypothèses explicites ou implicites sur la loi de probabilité caractérisée par le résultat de mesure et son incertitude type composée. Le niveau de confiance qui peut être attribué à cet intervalle ne peut être connu qu'avec la même validité que celle qui se rattache à ces hypothèses.

[GUM:1993 [15]]

NOTE 3 L'incertitude élargie U est calculée à partir d'une incertitude type composée $u_c(y)$ et d'un facteur d'élargissement k , selon:

$$U = ku_c(y)$$

2.5 facteur d'élargissement

k

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

NOTE Un facteur d'élargissement, k , a sa valeur typiquement comprise entre 2 et 3.

[GUM:1993 [15]]

2.6

biais

différence entre l'espérance mathématique des résultats d'essais et la valeur de référence acceptée

NOTE Le biais est une erreur systématique totale par opposition à l'erreur aléatoire. Il peut y avoir une ou plusieurs composantes d'erreurs systématiques qui contribuent au biais. Une différence systématique importante par rapport à la valeur de référence acceptée est reflétée par une grande valeur du biais.

[ISO 3534-1:—]

3 Principes

3.1 Approche globale de l'estimation de l'incertitude de mesure (IM)

La présente Spécification technique adopte une approche globale pour l'estimation de l'incertitude de mesure. Elle se fonde sur la variabilité globale du processus d'analyse, qui débouche sur le résultat d'essai. Cette variabilité globale inclut à la fois la fidélité observable (composante aléatoire) et le biais (composante systématique). Dans la pratique, dans le domaine de la microbiologie des aliments, seule la fidélité est prise en compte (voir 3.2).

L'approche globale de l'estimation de l'incertitude de mesure adoptée par la présente Spécification technique est dérivée d'une estimation expérimentale de l'écart-type de reproductibilité du résultat final du processus complet de mesurage. Cet écart-type correspond à l'incertitude type composée (voir 4.1).

L'approche globale peut être considérée comme un système de «boîte noire», comme le montre le diagramme de la Figure 1, où sont identifiées les principales sources d'incertitude en microbiologie des aliments. Ce diagramme peut être utile pour identifier les sources d'incertitude qui sont ou ne sont pas prises en compte par le protocole expérimental choisi.

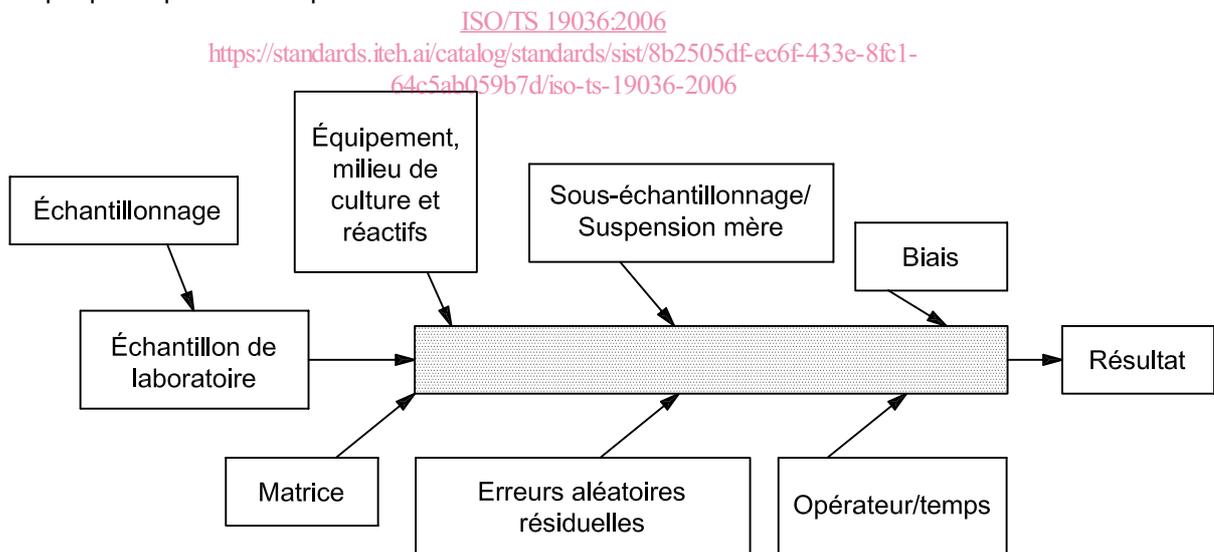


Figure 1 — Diagramme des principales sources d'incertitude en microbiologie des aliments, et approche «boîte noire» de l'incertitude de mesure

Dans la Figure 1, l'échantillonnage [le prélèvement de(s) l'unité(s) d'échantillonnage à soumettre à l'essai dans le lot à contrôler] introduit une partie significative (si ce n'est essentielle) de l'erreur totale, mais il ne fait pas partie de l'incertitude liée au mesurage lui-même. Le sous-échantillonnage correspond au prélèvement de la prise d'essai dans un échantillon pour analyse (une des unités prélevées du lot). Cette prise d'essai est utilisée dans la préparation de la suspension mère dans les techniques de dénombrement des bactéries, conformément à l'ISO 6887-1. Les sources principales d'incertitude au cours du processus analytique sont

l'opérateur/le temps et l'équipement/les milieux de culture/les réactifs. Enfin, les erreurs aléatoires résiduelles sont celles qui ne s'expliquent pas par les facteurs précités, et qui sont généralement évaluées en laboratoire dans des conditions de répétabilité.

L'adoption de cette approche globale nécessite que les résultats soient obtenus selon un processus de mesurage bien maîtrisé.

3.2 Prise en considération du biais

On considère généralement que le biais n'est pas pris en compte dans l'estimation de l'incertitude de mesure, étant donné la nature empirique des dénombrement microbiens. En d'autres termes, le mode opératoire d'analyse détermine directement le résultat du mesurage, par exemple le nombre d'unités formant colonie par échantillon. Par conséquent, il n'est pas possible dans la pratique de déterminer une valeur vraie, nécessaire pour déterminer le biais. Même en utilisant des matériaux de référence certifiés, ou des valeurs dérivées d'essais interlaboratoires, seule une partie du biais total peut être évaluée.

Il est toutefois reconnu qu'une partie du biais peut être estimée par des essais interlaboratoires utilisés pour deux des options retenues dans la présente Spécification technique pour évaluer l'écart-type de reproductibilité (voir Articles 6 et 7). La façon de prendre en compte la composante de biais de l'incertitude n'est pas décrite dans la présente Spécification technique. Cependant, même si la composante de biais de l'incertitude de mesure n'est pas évaluée formellement, il peut être démontré que le biais de laboratoire est sous contrôle, en participant par exemple à des essais interlaboratoires d'aptitude, ou en analysant des matériaux de référence (certifiés).

4 Aspects généraux

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4.1 Incertitude type composée

Lorsque les principales composantes de l'incertitude sont sous contrôle (4.1), l'incertitude type composée $u_c(y)$ (2.3) est, en général, la combinaison d'une incertitude type liée à une fidélité observable et, le cas échéant, au biais.

Dans le cadre de la présente Spécification technique, l'incertitude type composée est estimée par l'écart-type expérimental de reproductibilité du résultat final du mesurage (4.2).

NOTE La manière de combiner une incertitude type liée au biais n'est pas décrite ici.

4.2 Écart-type de reproductibilité

Trois possibilités différentes ont été choisies pour l'estimation de l'écart-type de reproductibilité (s_R), avec un ordre de priorité:

- 1^{re} option: écart-type de reproductibilité intralaboratoire;
- 2^e option: écart-type de reproductibilité de la méthode dérivée d'un essai interlaboratoires;
- 3^e option: écart-type de reproductibilité dérivé d'un essai interlaboratoires d'aptitude.

Une priorité nette est donnée à la première option, qui a été soumise à des essais, et pour laquelle un protocole expérimental est décrit en détail.

Des règles générales d'estimation de l'écart-type de reproductibilité sont données en 4.4, et chaque option est détaillée dans les Articles 5 à 7.

4.3 Incertitude élargie

L'incertitude élargie U (2.4) telle que définie par le GUM est dérivée de l'incertitude type composée $u_c(y)$ (voir 4.1), avec un facteur d'élargissement k (2.5), d'une valeur de 2 dans la présente Spécification technique (correspondant approximativement à un niveau de confiance de 95 %) :

$$U = 2 u_c(y) = 2 s_R$$

4.4 Règles générales d'estimation de l'écart-type de reproductibilité

Il convient que le concept de la boîte noire décrit dans la présente Spécification technique prenne en compte le plus grand nombre possible des sources d'incertitude représentées à la Figure 1. En particulier, il convient que le laboratoire ait une bonne connaissance de la répartition des micro-organismes au sein des matrices qu'il analyse, pour pouvoir en tenir compte dans l'estimation de la composante d'incertitude du sous-échantillonnage (voir 3.1).

L'écart-type de reproductibilité doit être estimé pour chaque type de micro-organismes cibles (ou groupe cohérent de micro-organismes cibles) et pour chaque matrice (ou groupe cohérent de matrices), pour une méthode donnée utilisée par le laboratoire pour obtenir ses résultats de routine.

NOTE 1 Le terme «cohérent» signifie que le groupe de micro-organismes/méthodes ou le groupe de matrices donne des valeurs équivalentes d'incertitude de mesure.

NOTE 2 L'estimation de l'incertitude de mesure est liée au laboratoire, et associe une incertitude de mesure donnée au résultat d'essai correspondant, déterminé dans des conditions définies (opérateurs, mode opératoire, matériel, réactifs, etc.). L'estimation de l'incertitude de mesure ne caractérise pas la méthode d'analyse elle-même, indépendamment du laboratoire qui la met en oeuvre.

Conformément aux principes de l'ISO/CEI 17025, il convient d'identifier les facteurs critiques, associés à la méthode ou au laboratoire, et susceptibles d'avoir une incidence sur le résultat du mesurage, et de démontrer qu'ils sont sous contrôle. Ces facteurs critiques sont, par exemple, la source et le type de milieux de culture et/ou autres réactifs (comme ceux utilisés pour la confirmation), les techniques de dénombrement (manuel ou automatique), l'opérateur ou le groupe d'opérateurs, etc. Une surveillance continue de l'estimation de l'incertitude de mesure est nécessaire afin de montrer que cette estimation reste valable et que les résultats d'essai sont sous contrôle. Toute modification de l'un des facteurs critiques doit entraîner une réévaluation de l'estimation de l'incertitude de mesure.

5 Écart-type de reproductibilité intralaboratoire

5.1 Généralités

L'écart-type de reproductibilité intralaboratoire est la meilleure option pour obtenir l'incertitude de mesure, car elle permet à un laboratoire d'associer la valeur de l'incertitude de mesure à ses résultats, respectant ainsi le principe de la définition de l'incertitude de mesure. Cela correspond à un cas particulier de fidélité intermédiaire, selon l'ISO 5725-3. Cette option présente l'inconvénient théorique de ne pas pouvoir prendre en compte le biais.

5.2 Protocole expérimental

5.2.1 Généralités

En microbiologie des aliments, l'effet de la matrice sur l'incertitude de mesure ne peut pas être évité; par conséquent, le protocole expérimental prend en compte l'effet du sous-échantillonnage pour prélever la prise d'essai dans l'échantillon de laboratoire (c'est-à-dire l'échantillon d'aliment soumis à l'essai).