NORME INTERNATIONALE

ISO 8196-2

FIL 128-2

Deuxième édition
2009-10-01

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

Partie 2: Calibrage et contrôle qualité dans les laboratoires laitiers

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

Part 2: Calibration and quality control in the dairy laboratory

ISO 8196-2:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cb088315-7f51-4a89-bec6-758bfd9961c6/iso-8196-2-2009

Numéros de référence
ISO 8196-2:2009(F)
FIL 128-2:2009(F)

© ISO et FIL 2009

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 8196-2:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cb088315-7f51-4a89-bec6-758bfd9961c6/iso-8196-2-2009

DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO et FIL 2009

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'une ou l'autre des adresses 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

Avant-propos v

Introduction vi

1 Domaine d'application 1

2 Références normatives 1

3 Termes et définitions 1
3.1 Termes et définitions 1
3.2 Symboles 2

4 Calibrage des appareils 3
4.1 Principes généraux 3
4.2 Mode opératoire général 3
4.3 Fréquence de contrôle du calibrage 10
4.4 Calibrage centralisé 11

5 Contrôle qualité en laboratoire laitier de routine 11
5.1 Contrôle de la répétabilité 11
5.2 Contrôle journalier de la stabilité à court terme de l'appareil 11
5.3 Contrôle du biais entre laboratoires 14
5.4 Contrôle de la différence entre les résultats de la méthode de référence et de la méthode alternative 14
5.5 Contrôle de la conformité des résultats de la méthode alternative à une exigence de composition 17

6 Exemples 19
6.1 Calcul des valeurs statistiques 19
6.2 Détermination de la répétabilité 21
6.3 Contrôle de l'exactitude du calibrage 21
6.4 Détermination de la précision 22
6.5 Contrôle de la différence entre les résultats de la méthode de référence et de la méthode alternative 23
6.6 Conclusions 23
6.7 Vérification de la conformité avec les valeurs cibles et les limites supérieures ou inférieures 24

Bibliographie 26

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 8196-2:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/6f0f8315-5f5f-4a91-be36-758bfd9961c6/iso-8196-2-2009

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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

L'ISO 8196-2 | FIL 128-2 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). Elle est publiée conjointement par l'ISO et la FIL.

ISO 8196-2:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cb088315-7f51-4a89-bec6-758bfd9961c6/iso-8196-2-2009

Cette deuxième édition de l'ISO 8196-2 | FIL 128-2 annule et remplace la première édition (ISO 8196-2:2000), qui a fait l'objet d'une révision technique.

L'ISO 8196 | FIL 128 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Lait — Définition et évaluation de la précision globale des méthodes alternatives d'analyse du lait*:

— *Partie 1: Attributs analytiques des méthodes alternatives*

— *Partie 2: Calibrage et contrôle qualité dans les laboratoires laitiers*

— *Partie 3: Protocole pour l'évaluation et la validation des méthodes quantitatives alternatives d'analyse du lait*

© ISO et FIL 2009 – Tous droits réservés

Avant-propos

La **FIL (Fédération Internationale de Laiterie)** est une organisation sans but lucratif représentant le secteur laitier mondial. Les membres de la FIL se composent des Comités Nationaux dans chaque pays membre et des associations laitières régionales avec lesquelles la FIL a signé des accords de coopération. Tout membre de la FIL a le droit de faire partie des Comités permanents de la FIL auxquels sont confiés les travaux techniques. La FIL collabore avec l'ISO pour l'élaboration de méthodes normalisées d'analyse et d'échantillonnage normalisées pour le lait et les produits laitiers.

La tâche principale des Comités permanents est d'élaborer les Normes internationales. 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 de la FIL 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. La FIL ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 8196-2│FIL 128-2 a été élaborée par la Fédération Internationale de Laiterie (FIL) et le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 5, *Lait et produits laitiers*. Elle est publiée conjointement par la FIL et l'ISO.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

L'ensemble des travaux a été confié à l'Équipe d'Action mixte ISO-FIL *Méthodes automatisées* 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, Mr. O. Leray (FR).

ISO 8196-2:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cb088315-7f51-4a89-bec6-758b6b0061c6/iso-8196-2-2009

La présente édition de l'ISO 8196-2│FIL 128-2, conjointement à l'ISO 8196-1│FIL 128-1 et à l'ISO 8196-3│FIL 128-3, annule et remplace la FIL 128:1985, qui a fait l'objet d'une révision technique.

L'ISO 8196│FIL 128 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Lait — Définition et évaluation de la précision globale des méthodes alternatives d'analyse du lait*:

— *Partie 1: Attributs analytiques des méthodes alternatives*

— *Partie 2: Calibrage et contrôle qualité dans les laboratoires laitiers*

— *Partie 3: Protocole pour l'évaluation et la validation des méthodes quantitatives alternatives d'analyse du lait*

© ISO et FIL 2009 – Tous droits réservés

Introduction

Le principal objectif de la présente partie de l'ISO 8196 |FIL 128 est de donner des informations pratiques et des recommandations pour l'étalonnage des appareils et le contrôle qualité dans les laboratoires laitiers, y compris la vérification de la conformité à une valeur ou une limite spécifiées.

L'ISO 8196-1|FIL 128-1 est principalement destinée aux spécialistes pour l'évaluation de méthodes d'analyse alternatives, et sert de guide aux laboratoires de routine utilisant ces méthodes.

La présente partie de l'ISO 8196 |FIL 128 est directement liée à l'ISO 8196-1|FIL 128-1 pour ce qui concerne la définition des caractéristiques de performance pertinentes pour l'évaluation quantitative de la précision globale et la détermination de valeurs limites normalisées pertinentes à respecter pour l'assurance de la qualité analytique telle que décrite. Le concept général s'applique à toutes les méthodes analytiques mais une attention particulière est portée aux méthodes physicochimiques rapides qui sont couramment utilisées pour déterminer la composition du lait.

L'ISO 8196 | FIL 128 (toutes les parties) spécifie uniquement le modèle de régression linéaire simple décrit en tant qu'approche simplifiée permettant aux utilisateurs de déterminer l'équivalence d'une méthode alternative avec une méthode de référence. Toutefois, l'approche par régression linéaire ne s'applique comme détermination d'équivalence de méthode que dans des circonstances limitées ou lorsqu'il existe une forte corrélation entre les résultats de la méthode de référence et la méthode de routine. En l'absence d'une forte corrélation, il convient d'avoir recours à d'autres techniques de modélisation d'erreur de mesure et de traitement de données. Bien qu'elles soient mentionnées dans certains articles, ces techniques ne sont pas décrites dans l'ISO 8196 | FIL 128 (toutes les parties).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 8196-2:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cb088315-7f51-4a89-bec6-758bfd9961c6/iso-8196-2-2009

 © ISO et FIL 2009 – Tous droits réservés

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

Partie 2:
Calibrage et contrôle qualité dans les laboratoires laitiers

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 8196 |FIL 128 donne des directives pour l'étalonnage des appareils et les protocoles de contrôle qualité pour l'analyse du lait dans les laboratoires laitiers.

2 Références normatives

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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 8196-2:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0a0a31a7-7f1a-4a90-bec6-758bfd9961c6/iso-8196-2-2009

ISO 8196-1|FIL 128-1:2009, *Lait — Définition et évaluation de la précision globale des méthodes alternatives d'analyse du lait — Partie 1: Attributs analytiques des méthodes alternatives*

ISO 8196-3|FIL 128-3:2009, *Lait — Définition et évaluation de la précision globale des méthodes alternatives d'analyse du lait — Partie 3: Protocole pour l'évaluation et la validation des méthodes quantitatives alternatives d'analyse du lait*

3 Termes et définitions

3.1 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 8196-1|FIL 128-1 ainsi que les suivants s'appliquent.

3.1.1
étalonnage d'un appareil
évaluation expérimentale de l'exactitude du calibrage d'un appareil par référence aux valeurs vraies données soit par une méthode de référence, soit par des matériaux étalons, soit par un appareil étalon

3.1.2
calibrage d'un appareil
réglage du signal d'un 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

IMPORTANT — Même si le terme «calibrage» est souvent utilisé aussi bien pour l'étalonnage que pour le calibrage des appareils (voir Article 4), il est recommandé d'utiliser ces mots selon les définitions 3.1.1 et 3.1.2.

© ISO et FIL 2009 – Tous droits réservés

3.2 Symboles

b	coefficient de régression linéaire ou pente
$\bar{d}$	moyenne des différences d_i ou biais
d_i	différence entre moyennes des duplicats de x_i et y_i
$\bar{d}_{\text{rel}}$	moyenne relative des biais
$L_{\bar{d}}$	limite des biais moyens $\bar{d}$
$L_{\bar{d}\text{rel}}$	limite de biais moyens
m_0	valeur de référence pour la feuille de contrôle
n	nombre de répétitions
P_{xy}	somme des produits de x et y
q	nombre d'échantillons
r	limite de répétabilité
r_{xy}	coefficient de corrélation
R	limite de reproductibilité
S_d	somme des carrés de d
S_x	somme des carrés de x
S_y	somme des carrés de y
s_b	écart-type de la pente
s_{x_0}	erreur standard de l'estimation x_0
s_y	estimation de l'écart-type de y
s_{yx}	estimation de l'écart-type de la précision
t_{obs}	valeur observée par le test de Student t
$t_{1-\alpha/2}$	valeur t de la distribution de Student pour une probabilité bilatérale $1-\alpha$
$t_{1-\alpha}$	valeur t de la distribution de Student pour une probabilité unilatérale $1-\alpha$
$u_{1-\alpha/2}$	valeur la distribution normale pour une probabilité bilatérale $1-\alpha$
$\bar{x}$	moyenne arithmétique de $\bar{x}_i$
$\bar{x}_i$	moyenne des duplicats de x_i
$\bar{y}$	moyenne arithmétique de $\bar{y}_i$
$\bar{y}_i$	moyenne des duplicats de y_i
$\bar{y}(\bar{x})$	valeurs prévues à partir de $\bar{x}$ par régression linéaire
ν	degré de liberté
σ_r	écart-type de répétabilité
σ_R	écart-type de reproductibilité
σ_y	écart-type de y
σ_{yx}	écart-type de précision
$\sigma_{yx\text{rel}}$	écart-type relatif de précision

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 8196-2:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cb088315-7f51-4a89-bec6-758bfd9961c6/iso-8196-2-2009

© ISO et FIL 2009 – Tous droits réservés

4 Calibrage des appareils

4.1 Principes généraux

Le présent article concerne seulement les principes généraux du calibrage, applicables à toute méthode alternative d'analyse du lait.

Les instructions détaillées et spécifiques concernant les modes opératoires de calibrage ainsi que les contrôles préliminaires seront données pour chaque groupe de méthodes dans une documentation spécifique.

Le calibrage décrit ici est fondé sur l'hypothèse de l'existence d'une relation linéaire entre la méthode alternative et la méthode de référence. L'utilisation d'un modèle de régression linéaire des moindres carrés ordinaire (OLS) avec la méthode de référence comme variable dépendante (axe Y) est recommandée comme pratique et fiable:

a) l'écart-type résiduel mesuré est structurellement le plus faible et est indépendant de l'exactitude du calibrage, il peut donc être utilisé pour le contrôle du calibrage comme une caractéristique de précision de la méthode (voir l'ISO 8196-1|FIL 128-1);

b) la prédiction des valeurs vraies à partir des valeurs obtenues par la méthode alternative et le calcul des erreurs associées sont simplifiés;

c) les différences de résultats de mesure par rapport à l'application d'autres modèles de régression linéaire ne sont pas significatives.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4.2 Mode opératoire général

4.2.1 Vérifications préliminaires

ISO 8196-2:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cb088315-7f51-4a89-bec6-758bfd9961c0/iso-8196-2-2009

4.2.1.1 Contrôles de l'appareil: il convient que tous les contrôles de fonctionnement et les réglages (ajustement du zéro) de l'appareil spécifiés par la Norme internationale pertinente ou le constructeur soient effectués avant l'analyse.

4.2.1.2 Linéarité: sauf indication contraire, la relation entre les lectures du signal instrumental et la concentration du constituant est linéaire dans la gamme de concentrations spécifiée. Normalement, pour les méthodes alternatives, seuls une vérification et un réglage de la linéarité sont nécessaires sur de nouveaux appareils ou lorsque des parties importantes (par exemple cellule ou servo-système) sont remplacées ou font l'objet d'opérations d'entretien.

4.2.1.3 Corrections d'interférences (inter-corrections): lorsque des compensations instrumentales des constituants interférants sont appliquées afin d'optimiser la précision, il convient que celles-ci soient vérifiées et ultérieurement réglées avant l'analyse.

4.2.1.4 Vérification de la répétabilité et de la précision: il convient que la répétabilité et la précision de l'appareil répondent aux spécifications de la Norme internationale pertinente.

4.2.1.5 Linéarité et corrections d'interférences sur une seule matrice: pour vérifier aussi bien la linéarité (4.2.1.2) et les corrections d'interférence (4.2.1.3), une série d'échantillons peut être préparée à partir d'une seule matrice de lait de manière à couvrir la gamme de concentration d'un constituant tout en maintenant les autres constants. Pour la linéarité, la gamme de concentration du constituant se rapporte au mesurande et l'alignement des résultats de mesure est vérifié par rapport aux rapports de mélange théoriques ou aux concentrations correspondantes calculées à partir d'analyses préalables. Pour la correction des interférences, la gamme de concentration concerne le constituant interférant et il y a lieu de vérifier l'absence de biais induits correspondants au niveau du mesurande.

© ISO et FIL 2009 – Tous droits réservés

4.2.2 Étalonnage de l'appareil

4.2.2.1 Échantillons pour essai

4.2.2.1.1 Exigences générales

Des échantillons de lait spécialement collectés à cet effet ou, si l'on en dispose, des matériaux étalons ayant des caractéristiques similaires peuvent être utilisés pour étalonner l'appareil.

Pour obtenir l'estimation la plus précise de la droite de calibrage, les deux exigences principales suivantes doivent être satisfaites:

a) il convient que les échantillons de lait couvrent la totalité de la gamme de concentration du constituant;

b) il convient que l'écart-type résiduel par rapport à la régression soit minimal.

Selon le mesurande, la meilleure façon de procéder peut être un regroupement d'échantillons de lait individuels sélectionnés à différents niveaux de concentration avec un nombre maximal d'échantillons choisis pour leurs valeurs proches des extrémités de la gamme, ou une séparation et une recombinaison des constituants du lait, ou un ajout connu et/ou une dilution aqueuse. Avant utilisation, il convient de valider l'équivalence entre les échantillons alternatifs de calibrage pour le constituant et des échantillons de lait courants.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 8196-2:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ch08315-7f51-4e99-bec6-758bfd9961e6/iso-8196-2-2009

4.2.2.1.2 Nature des échantillons

Pour tout calibrage, il est de la plus haute importance que les échantillons prélevés pour le calibrage soient représentatifs des échantillons normalement soumis à essai, c'est-à-dire qu'ils soient du même type de lait (c'est-à-dire lait d'animaux individuels, grand mélange de laits de troupeaux, lait de silo, lait transformé) soumis au même traitement et à la même conservation et prélevés dans les mêmes zones de collecte aux mêmes périodes. La durée de la période de validité de l'échantillon de calibrage doit être déterminée expérimentalement en tenant compte de la variation des facteurs de production du lait liée aux saisons et aux pratiques régionales en matière d'alimentation des animaux.

Éliminer tout lait dont la qualité physique est manifestement médiocre, afin de garantir des prises d'essai homogènes et un fonctionnement correct de l'appareil (débit de lait approprié).

Il convient d'appliquer la méthode de référence à des échantillons frais, c'est-à-dire avant leur traitement sous forme de sous-échantillons.

4.2.2.1.3 Gamme du mesurande

Il convient que les échantillons collectés couvrent la totalité de la gamme de concentration du constituant considéré. Plus la gamme utilisée pour le calibrage est étendue, plus l'ajustement de la droite de calibrage est précis. À cet égard, il est recommandé que l'écart-type des résultats de référence, s_y, soit conforme à la Condition (1):

$$s_y \geqslant 5 s_{yx} \tag{1}$$

ou, de manière équivalente, que le coefficient de corrélation, r_{xy}, soit conforme à la Condition (2):

$$r_{xy} \geqslant 0{,}98 \tag{2}$$

Subsidiairement, lorsque la précision et/ou la gamme du mesurande ne peuvent pas respecter la recommandation, il est également possible d'envisager des échantillons alternatifs de calibrage appropriés (4.2.2.1.1).

 © ISO et FIL 2009 – Tous droits réservés

NOTE De manière équivalente au regroupement d'échantillons (4.2.2.1.1), le regroupement de données individuelles peut servir à produire un ensemble de données virtuelles de calibrage approprié lorsqu'une corrélation suffisante ne peut pas être établie par des moyens physiques (voir l'ISO 8196-3| FIL 128-3:2009, 5.2.2.2.3.2).

4.2.2.1.4 Nombre d'échantillons

4.2.2.1.4.1 Le nombre d'échantillons dépend de l'objectif du laboratoire, de la précision de la méthode et de l'hétérogénéité de la population d'échantillons pour le mesurande.

4.2.2.1.4.2 Choisir le nombre d'échantillons par rapport à la représentativité de la composition pour les principaux constituants.

Définir le nombre d'échantillons requis eu égard aux diverses origines des échantillons pour essai et au degré de représentativité atteint par leur regroupement. Par exemple, dans l'analyse de la composition, le nombre d'échantillons représentatifs recommandés pour une utilisation au minimum est donné dans le Tableau 1.

Tableau 1 — Origine et nombre d'échantillons représentatifs

Type de lait	Nombre d'échantillons représentatifs
Animal individuel	100
Grand mélange de lait de troupeaux	40
Grand mélange	6
Lait de transformation	Série d'échantillons de lait produits à partir du lait de grand mélange initial ou du matériau utilisé dans le procédé, pour des niveaux appropriés du mesurande

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 8196-2:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cb088315-7f51-4a89-bec6-
7c8ad9c0c0ab/iso-8196-2-2009

Sinon, il est possible d'utiliser une série d'échantillons alternatifs de calibrage ayant une représentativité équivalente, comprenant au moins neuf concentrations de mesurande équidistantes sur une gamme pertinente pour les échantillons de lait mis en mélange.

NOTE Pour les échantillons alternatifs de calibrage, un nombre minimal de neuf niveaux de concentration offre une couverture régulière pour les principaux constituants du lait (c'est-à-dire matière grasse, protéine et lactose) et suffisamment de combinaisons de constituants pour vérifier les réglages de l'appareil (linéarité, interférences).

4.2.2.1.4.3 Assurer la précision du calibrage sur toute la gamme de concentration, comme spécifié en 4.2.2.1.4.4 et 4.2.2.1.4.5.

4.2.2.1.4.4 Pour le niveau moyen, choisir le nombre minimal d'échantillons de manière que tout biais de calibrage (appelé biais moyen $\bar{d}$) dépassant les limites $\pm L_{\bar{d}}$ déterminées par l'utilisateur soit statistiquement significatif pour un risque α d'erreur. De cette condition préalable, il découle que les limites d'incertitude du biais estimé ne sont généralement pas supérieures aux limites de calibrage indiquées.

À partir de l'écart-type de précision, σ_{yx}, estimé par s_{yx} au cours d'une évaluation précédente (voir l'ISO 8196-1| FIL 128-1 et l'ISO 8196-3| FIL 128-3) et des limites de biais de calibrage définies précédemment $\pm L_{\bar{d}}$, il convient que le nombre q satisfasse aux Conditions (3):

$$L_{\bar{d}} \geqslant \frac{u_{1-\alpha/2}\ \sigma_{yx}}{\sqrt{q}} \quad \Leftrightarrow \quad q \geqslant \frac{u_{1-\alpha/2}^2\ \sigma_{yx}^2}{L_{\bar{d}}^2} \quad \Leftrightarrow \quad q \geqslant \frac{3{,}84 \times \sigma_{yx}^2}{L_{\bar{d}}^2} \tag{3}$$

ou en utilisant les limites $\pm L_{\bar{d}\text{rel}}$ du biais relatif moyen et $\bar{d}_{\text{rel}}$ l'écart-type relatif de précision, $\sigma_{yx\text{rel}}$:

$$q \geqslant \frac{u_{1-\alpha/2}^2 \, \sigma_{yx\text{rel}}^2}{L_{\bar{d}\text{rel}}^2} \quad \Leftrightarrow \quad q \geqslant \frac{3{,}84 \times \sigma_{yx\text{rel}}^2}{L_{\bar{d}\text{rel}}^2} \tag{4}$$

où

$u_{1-\alpha/2}$ est la valeur d'une distribution normale pour un niveau de probabilité $1 - \alpha$;

avec

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

$$\bar{d}_{\text{rel}} = \bar{d} \times 100/\bar{y}$$

$$\sigma_{yx\text{rel}} = (\sigma_{yx}/\bar{y}) \times 100$$

$$\alpha = 0{,}05$$

EXEMPLE

Matière grasse: $\sigma_{yx} = 0{,}07$ % en fraction massique de matière grasse
avec $L_{\bar{d}} = 0{,}02$ % en fraction massique de matière grasse acceptée $\Rightarrow q \geqslant 49$

Numération des cellules somatiques: $\sigma_{yx\text{rel}} = 10$ % avec $L_{\bar{d}\,\text{rel}} = 3$ % accepté $\Rightarrow q \geqslant 43$

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 8196-2:2009
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0f8b0d1f-7c2f-4a81-b0ab-fdb0b9d1b0ab/iso-8196-2-2009

4.2.2.1.4.5 Pour la droite de calibrage, il convient que les limites de l'incertitude relative de la pente, b, ne dépassent pas la valeur maximale, δb_{rel}, définie préalablement par l'utilisateur pour le biais de la pente, de manière que toute erreur supérieure soit significative. Par conséquent, avec une population d'échantillons déjà connue pour ce qui concerne, σ_{yx} et σ_y ou le coefficient de corrélation courant, r_{xy}, il convient que le nombre, q, satisfasse aux Conditions (5):

$$q \geqslant u_{1-\alpha/2}^2 \times 100^2 \left(\frac{\sigma_{yx}^2}{\sigma_y^2 - \sigma_{yx}^2} \right) \frac{1}{\delta b_{\text{rel}}^2} \quad \Leftrightarrow \quad q \geqslant 38\,400 \left(\frac{\sigma_{yx}^2}{\sigma_y^2 - \sigma_{yx}^2} \right) \frac{1}{\delta b_{\text{rel}}^2} \tag{5}$$

ou de manière équivalente

$$q \geqslant u_{1-\alpha/2}^2 \times 100^2 \left(\frac{1}{r_{xy}^2} - 1 \right) \frac{1}{\delta b_{\text{rel}}^2} \quad \Leftrightarrow \quad q \geqslant 38\,400 \left(\frac{1}{r_{xy}^2} - 1 \right) \frac{1}{\delta b_{\text{rel}}^2} \tag{6}$$

avec

$$\delta b_{\text{rel}} \geqslant u_{1-\alpha/2} \, \sigma_b \times 100/b = u_{1-\alpha/2} \times 100 \, [\sigma_{yx}/(\sigma_y \sqrt{q})]$$

$$\alpha = 0{,}05$$

EXEMPLE:

Matière grasse: $\sigma_y = 0{,}5$ % en fraction massique $\sigma_{yx} = 0{,}07$ % en fraction massique ($r_{xy} = 0{,}990\,1$) avec une limite $\delta b_{\text{rel}} = 4$ % $\Rightarrow q \geqslant 48$.

Acides gras libres $\sigma_y = 0{,}5$ mmol/100 g $\sigma_{yx} = 0{,}15$ mol/100 g ($r_{xy} = 0{,}953\,9$) avec une limite $\delta b_{\text{rel}} = 5$ % $\Rightarrow q \geqslant 152$.

 © ISO et FIL 2009 – Tous droits réservés