



**Norme
internationale**

ISO 33406

**Approches pour la production de
matériaux de référence avec des
propriétés qualitatives**

*Approaches for the production of reference materials with
qualitative properties*

**Première édition
2024-05**

**ISO Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview**

[ISO 33406:2024](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/54d3e8cd-705c-479a-8044-67ea91df6354/iso-33406-2024)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/54d3e8cd-705c-479a-8044-67ea91df6354/iso-33406-2024>

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 33406:2024](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/54d3e8cd-705c-479a-8044-67ea91df6354/iso-33406-2024)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/54d3e8cd-705c-479a-8044-67ea91df6354/iso-33406-2024>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2024

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
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 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Propriétés qualitatives	1
5 Satisfaction des exigences techniques et des exigences de production	2
5.1 Caractérisation	2
5.1.1 Considérations générales	2
5.1.2 Matériaux caractérisés sur la base de la provenance	2
5.1.3 Matériaux dont l'identité est caractérisée sur la base de mesurages	3
5.1.4 Caractérisation par une combinaison de méthodes	4
5.2 Application de la traçabilité métrologique aux déterminations qualitatives	5
5.2.1 Généralités	5
5.2.2 Traçabilité métrologique	5
5.2.3 Données de référence et matériaux de référence pour les déterminations qualitatives	5
5.2.4 Valeur qualitative attribuée sur la base de la provenance	6
5.3 Incertitude de mesurage et confiance dans les valeurs qualitatives	6
5.3.1 Considérations générales	6
5.3.2 Incertitude de mesurage	7
5.3.3 Confiance dans les valeurs qualitatives	7
5.4 Considérations générales pour la sélection des approches statistiques	9
5.5 Évaluation de l'homogénéité	9
5.5.1 Considérations générales	9
5.5.2 Plans expérimentaux pour l'évaluation de l'homogénéité des valeurs qualitatives	10
5.5.3 Approches statistiques pour l'évaluation de l'homogénéité des propriétés qualitatives	11
5.6 Évaluation de la stabilité	13
5.6.1 Considérations générales pour l'évaluation de la stabilité	13
5.6.2 Plans d'études expérimentales de stabilité pour les propriétés qualitatives	14
5.7 Évaluation de la commutabilité	17
5.7.1 Considérations générales	17
5.7.2 Évaluation de la commutabilité pour les propriétés qualitatives	18
5.7.3 Déclaration de commutabilité	18
Annexe A (informative) Recommandations pour les matériaux de référence d'ADN et de protéines	19
Annexe B (informative) Expression de la confiance dans les valeurs qualitatives	22
Annexe C (informative) Modes opératoires statistiques	30
Annexe D (informative) Exemples d'études d'homogénéité et de stabilité de matériaux de référence avec des propriétés qualitatives	34
Bibliographie	39

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'ISO attire l'attention sur le fait que la mise en application du présent document peut entraîner l'utilisation d'un ou de plusieurs brevets. L'ISO ne prend pas position quant à la preuve, à la validité et à l'applicabilité de tout droit de propriété revendiqué à cet égard. À la date de publication du présent document, l'ISO n'avait pas reçu notification qu'un ou plusieurs brevets pouvaient être nécessaires à sa mise en application. Toutefois, il y a lieu d'avertir les responsables de la mise en application du présent document que des informations plus récentes sont susceptibles de figurer dans la base de données de brevets, disponible à l'adresse www.iso.org/patents. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de brevet.

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir <http://www.iso.org/iso/foreword.html>.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 334, *Matériaux de référence*.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

En 2015, l'ISO/TC 334 (auparavant ISO/REMCO) a publié l'ISO/TR 79, qui résumait l'état de l'art de la production de matériaux de référence (MR) avec des propriétés qualitatives. L'absence de vocabulaire international pour les termes et définitions applicables aux propriétés qualitatives ajoutait une difficulté supplémentaire en 2015 et l'ISO/TR 79 ne définissait ni ne limitait l'utilisation du terme de propriété qualitative. «Propriété qualitative» était donc utilisé en tant que terme générique pour les propriétés nominales et ordinales. Le terme «propriétés catégoriques» est synonyme de «propriétés qualitatives». L'ISO/TR 79 énumère des exemples de MR qui soit possèdent une valeur certifiée pour une propriété qualitative, soit peuvent être considérés comme des MR internes caractérisées pour une propriété qualitative. Les exemples énumérés reposent sur les principes élaborés dans l'ISO 33405 et le Guide ISO 80, mais l'ISO/TR 79 n'était pas soumis à un processus de recherche de consensus.

Pour les MR, les propriétés nominales constituent un type particulier de propriété qualitative (l'autre type étant les propriétés ordinales). L'identité d'un polychlorobiphényle (PCB) et l'espèce d'un érable (genre *Acer*) constituent des propriétés nominales, les valeurs des propriétés étant le nom de l'espèce chimique ou le nom de l'espèce biologique (par exemple, PCB 105 et *Acer saccharinum*, respectivement). La première a plus de 200 valeurs possibles, la dernière plus de 160. La seule comparaison significative entre les valeurs d'une propriété nominale est de savoir si elles sont identiques ou différentes.

Les propriétés ordinales possèdent des valeurs pouvant être ordonnées (c'est-à-dire classées) de la plus petite à la plus grande, ou de la plus faible à la plus élevée, mais pour lesquelles ni des différences ni des rapports n'ont de sens, même si leurs valeurs sont représentées numériquement.

EXEMPLE 1 Le stade, tel qu'il est défini par l'American Joint Committee on Cancer, est une propriété des tumeurs solides (par exemple, le cancer du sein, du côlon ou du poumon), dont les valeurs possibles sont les chiffres romains I, II, III et IV. Toutefois, il n'est pas admissible de dire que le stade IV est deux fois «pire» que le stade II ou que la différence de gravité entre les stades III et I est la même que la différence de gravité entre les stades IV et II.

EXEMPLE 2 La dureté de Mohs d'un minéral est exprimée sur une échelle qui va de 1 (pour le talc) à 10 (pour le diamant), en incluant les nombres mi-entiers (par exemple, 5 ½ pour l'enstatite). Toutefois, le fluor (4) n'est pas deux fois plus dur que le gypse (2), et la différence de dureté entre la topaze (8) et l'apatite (5) n'est pas la même que la différence de dureté entre le quartz (7) et le fluor (4).

Il n'existe pas de règles non ambiguës pour l'expression des propriétés qualitatives dans les divers domaines tels que la chimie et la biologie. Les exemples suivants illustrent la confusion qui existe. Les propriétés qualitatives peuvent être décrites de différentes manières en fonction de la propriété individuelle ou même de la manière dont une propriété spécifique est exprimée. Par exemple, «couleur» peut être vu comme une propriété qualitative dont «rouge» est une valeur. Mais il a aussi été proposé que «couleur» soit une propriété générale, dont «rouge» est un cas individuel. En outre, une couleur pure peut être décrite par les longueurs d'onde correspondantes de la lumière, avec une bande allant de 625 nm à 740 nm pour la lumière rouge. Par conséquent, il est possible d'attribuer à la propriété qualitative «couleur», une valeur quantitative (ou semi-quantitative) telle que 700 nm.

Les attributions de valeurs qualitatives peuvent également différer selon l'usage prévu. Par exemple, «éthanol» peut être traité comme l'identité d'un composé spécifique ou comme un exemple d'une famille de composés dotés de la propriété générale «alcool», qui quant à elle peut être vue comme un exemple de la propriété générale «espèce chimique».

Étant donné la progression et le nombre croissant de MR dont les propriétés qualitatives sont caractérisées ou certifiées, l'ISO/REMCO a décidé en 2018 de commencer à élaborer des recommandations harmonisées à l'échelle internationale pour la production de tels MR.

Cela présente plusieurs enjeux quant à la terminologie. La définition d'un matériau de référence certifié (MRC) selon le Guide ISO 30 exige qu'il possède un certificat de MR fournissant les valeurs des propriétés spécifiées, les incertitudes associées et des déclarations de traçabilité métrologique. La pertinence de la traçabilité métrologique pour les MR avec des valeurs de propriété qualitative peut toutefois être incertaine. Des Notes aux définitions du MR et du MRC dans le Guide ISO 30 clarifient le fait que le concept de valeur inclut une propriété qualitative telle que l'identité ou la séquence, et que les incertitudes concernant les valeurs qualitatives peuvent être exprimées sous la forme de probabilités ou de niveaux de confiance.^[18] Toutefois, une propriété qualitative ne possède pas de valeur numérique et, à l'heure actuelle, le Guide ISO/IEC 98-3

ISO 33406:2024(fr)

(GUM) ne fournit pas de méthodologie pour attribuer une incertitude à des valeurs de telles propriétés. La traçabilité métrologique est définie dans le Guide ISO/IEC 99 (VIM) comme une propriété d'un résultat de mesurage selon laquelle ce résultat peut être relié à une référence par l'intermédiaire d'une chaîne ininterrompue et documentée d'étalonnages. Par conséquent, cette définition est également inapplicable à des valeurs de propriétés qualitatives. Néanmoins, des MR avec des propriétés qualitatives sont maintenant nécessaires et produits en nombre croissant. Afin de fournir des recommandations pertinentes pour ces aspects de la production de MR, ce document:

- décrit comment la confiance dans les valeurs attribuées qualitatives peut être exprimée;
- décrit la pertinence d'une chaîne ininterrompue et documentée de comparaisons qualitatives dans l'attribution de valeurs qualitatives, par comparaison avec des références qualitatives ou des informations de référence;
- indique que la détermination de nombreuses propriétés qualitatives dépend des données obtenues avec des mesurages quantitatifs et que l'incertitude de mesure et la traçabilité métrologique sont pertinentes pour ces mesurages.

Ces aspects sont discutés en détail en [5.2.2](#) et en [5.3.2](#).

Les exigences générales, les exigences structurelles, les exigences en matière de ressources et les exigences en matière de gestion pour la production des MR sont décrites dans l'ISO 17034. Ces exigences s'appliquent à la production de MR possédant des propriétés qualitatives. Le présent document complète l'ISO 17034 et les recommandations associées relatives à la production des MR en fournissant des recommandations supplémentaires sur l'attribution de valeur et l'évaluation de l'homogénéité, de la stabilité et de la commutabilité des MR avec des propriétés qualitatives.

iTeh Standards (<https://standards.iteh.ai>) Document Preview

[ISO 33406:2024](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/54d3e8cd-705c-479a-8044-67ea91df6354/iso-33406-2024>

Approches pour la production de matériaux de référence avec des propriétés qualitatives

1 Domaine d'application

1.1 Le présent document mentionne les exigences de l'ISO 17034 et fournit des recommandations concernant la mise en œuvre de l'ISO 17034 dans la production de MR possédant une ou plusieurs valeurs attribuées de propriétés qualitatives, pour l'expression des incertitudes relatives aux valeurs de propriétés qualitatives ou pour l'établissement de la traçabilité.

NOTE Les concepts de traçabilité et d'incertitude couvrent des caractéristiques similaires à celles couvertes par les concepts de traçabilité et d'incertitude de mesurage tels qu'ils sont utilisés pour la métrologie des propriétés quantitatives.

1.2 Par conséquent, le présent document ne décrit pas les aspects liés à la production de MR avec des valeurs de propriétés quantitatives.

NOTE L'[Annexe A](#) fournit des exemples de types de MR au sein du domaine d'application du présent document.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 17034, *Exigences générales pour la compétence des producteurs de matériaux de référence*

ISO 33401, *Matériaux de référence — Contenu des certificats, des étiquettes et de la documentation d'accompagnement*

Guide ISO 30, *Matériaux de référence — Termes et définitions choisis*

Guide ISO/IEC 99, *Vocabulaire international de métrologie — Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM)*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 17034, ISO 33401, Guide ISO 30 et le Guide ISO/IEC 99 s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <https://www.electropedia.org/>

4 Propriétés qualitatives

Les propriétés qualitatives, également appelées propriétés catégoriques, peuvent être nominales ou ordinales. Dans le cas d'une propriété nominale, les valeurs sont utilisées pour diviser l'ensemble des

matériaux en classes, de telle sorte que tous les matériaux appartenant à la même classe possèdent la même valeur pour la propriété, et la seule comparaison pouvant être faite entre les valeurs de la propriété consiste à savoir si elles sont identiques ou différentes. Une propriété ordinale est similaire, sauf que les comparaisons pouvant être faites entre deux valeurs de la propriété portent sur l'ordre de classement relatif, c'est-à-dire une valeur est-elle inférieure, supérieure ou égale à l'autre. Les propriétés qualitatives peuvent avoir au moins deux valeurs possibles. Le présent document est axé sur les propriétés nominales.

5 Satisfaction des exigences techniques et des exigences de production

5.1 Caractérisation

5.1.1 Considérations générales

5.1.1.1 Comme indiqué dans l'ISO 33405 et l'ISO/TR 79, les matériaux peuvent être caractérisés en termes de propriétés qualitatives telles que la couleur, l'odeur ou la forme. Dans certains cas, le résultat d'une caractérisation qualitative peut être exprimé sous la forme d'une valeur de propriété qualitative ou quantitative. Les formes de particules ou la couleur selon le système de Hunter en sont des exemples.^[19] Cela transforme le problème en caractérisation d'une grandeur, qui pourrait être un mesurande défini de manière opérationnelle. En ce qui concerne la couleur notamment, une caractérisation du spectre d'absorbance ou de réflectance peut également être envisagée.

5.1.1.2 De nombreuses propriétés qualitatives ne sont pas quantifiables d'une manière ayant un sens: par exemple, l'identité d'une substance, l'espèce d'un organisme, le sexe d'un animal.

5.1.1.3 Les approches de la caractérisation des propriétés qualitatives incluent:

- caractérisation à l'aide d'une ou plusieurs déterminations qualitatives;
- caractérisation basée sur la provenance (5.1.2);
- caractérisation à l'aide de mesurages de propriétés quantitatives (5.1.3);
- caractérisation par une combinaison de méthodes (5.1.4).

5.1.2 Matériaux caractérisés sur la base de la provenance

5.1.2.1 Un MR peut être caractérisé sur la base de la connaissance de l'origine du matériau, c'est-à-dire de la provenance du matériau. Afin d'étayer la caractérisation basée sur la provenance, il convient que le producteur du matériau de référence (PMR) obtienne des preuves documentaires ou autres de l'origine du matériau, montrant une chaîne ininterrompue de preuves de l'origine à l'emballage final. Il convient de conserver toutes les preuves pendant toute la durée de vie du matériau.

NOTE Le terme «provenance» est utilisé ici dans le sens d'origine ou de lieu d'origine. Le terme peut également s'appliquer à la preuve de l'origine ou du lieu d'origine.

5.1.2.2 Il convient que les PMR aient des modes opératoires en place, afin de garantir le maintien de la provenance. Il convient que ces modes opératoires incluent la manipulation du matériau (par exemple, échantillonnage, homogénéisation, conditionnement, conservation) et la prévention de la contamination par d'autres matériaux.

NOTE Pour les matériaux biologiques, la provenance peut inclure la preuve de la filiation ou d'une culture continue à partir d'un spécimen authentique (y compris un MR).

5.1.2.3 Il convient que la caractérisation basée sur la provenance soit étayée par des preuves supplémentaires pour confirmer l'identité du matériau (voir, par exemple 5.1.3, 5.1.4).

5.1.3 Matériaux dont l'identité est caractérisée sur la base de mesurages

5.1.3.1 Considérations générales pour les matériaux caractérisés pour une identité sur la base de mesurages

Comme indiqué dans l'ISO 33405, lors de la caractérisation de l'identité d'une substance sur la base de mesurages, il convient de tenir compte de plusieurs aspects, notamment de ce qui suit:

- la caractérisation peut s'appuyer sur des résultats de mesurage obtenus par une ou plusieurs méthodes. Par exemple, les déplacements chimiques et les aires des pics dans un spectre de résonance magnétique nucléaire (RMN), ou une combinaison de couleur, de point de fusion, de masse moléculaire relative, etc.;
- une légère hétérogénéité et instabilité du matériau ne modifie pas nécessairement la conclusion sur l'identité. Le principe directeur pour l'évaluation de l'homogénéité et de la stabilité est l'applicabilité du matériau, c'est-à-dire s'il permet toujours une identification sans équivoque;
- différentes substances peuvent partager les mêmes propriétés pour les méthodes d'identification choisies. Les informations relatives à la source de la matière première et aux étapes de traitement du matériau à caractériser sont donc essentielles à la certification d'identité;
- comme pour tout matériau, il convient que la planification du projet définisse clairement le besoin d'informations sur l'identité en fonction de l'usage prévu du matériau.

EXEMPLE Pour l'ADN, l'utilisation prévue peut exiger uniquement une indication de l'identité de l'espèce, une séquence complète ou des informations supplémentaires sur le degré de méthylation.

NOTE L'identité est parfois déterminée par un jugement d'expert (par exemple, pour les fibres d'amiante, l'examen histopathologique). Cependant, ce jugement est généralement fondé sur des observations et une comparaison avec des critères de caractérisation et, par exemple, des MR ou des données de référence reconnus par la communauté d'utilisateurs concernée. Le jugement d'expert fondé sur les observations entre dans le domaine d'application du [5.1.3.1](#): il peut être utilisé, par exemple, pour l'identification de l'espèce d'une plante sur la base de comparaisons avec des spécimens de référence.

5.1.3.2 Critères de caractérisation de l'identité par mesurage

5.1.3.2.1 Comme indiqué dans l'ISO 33405, les essais pour obtenir l'identité d'un matériau impliquent la comparaison d'un ensemble de résultats de mesurages sur ce matériau avec des critères d'acceptation prédéfinis (par exemple, plage de points de fusion, degré de similarité avec une séquence d'ADN de référence) pour ces résultats de mesurage.

NOTE La similarité de séquence peut être consignée comme un «pourcentage d'identité», c'est-à-dire le pourcentage de caractères qui correspondent entre deux séquences.

EXEMPLE Un matériau polymérique organique pourrait être identifié sur la base de la comparaison avec un spectre infrarouge (IR) de référence en utilisant les critères suivants:

- les fréquences de tous les pics correspondent à celles du spectre de référence à 3 cm^{-1} près;
- les intensités relatives des pics correspondent au spectre de référence dans une plage d'absorbance relative de 5 %;
- tous les pics présents dans le spectre sont présents dans le spectre du MR candidat;
- tous les pics présents dans le spectre du MR candidat sont présents dans le spectre de référence.

5.1.3.2.2 Les sources de critères peuvent inclure des compendiums reconnus à l'échelle internationale (par exemple, les sources de la pharmacopée^[20] et d'autres recueils de données de référence^[21]). Ces informations peuvent changer hors du contrôle du PMR. Il convient donc que les PMR indiquent clairement les critères utilisés pour l'attribution de l'identité, soit sous la forme d'un ensemble de valeurs, soit sous la forme d'une référence datée dans le document de MR sur les critères appliqués.

5.1.3.2.3 Lors de la définition des critères, il convient que les PMR comparent diverses données de la littérature, établissent la plage des valeurs consignées et établissent et documentent des critères pour chaque mesurande en tenant compte des plages et de la fiabilité des informations utilisées. Il convient de privilégier les données de référence qui ont fait l'objet d'une revue par des pairs.

5.1.3.2.4 Il convient que l'attribution d'une identité (d'une substance, d'une espèce biologique, etc.) ne soit certifiée que lorsque cette attribution est effectuée au-delà d'une confiance suffisamment élevée pour l'usage prévu (voir 2.11 dans la Référence [22]).

5.1.3.2.5 La comparaison des résultats avec des critères d'acceptation prédéfinis s'applique également à d'autres propriétés qualitatives caractérisées en utilisant le mesurage.

5.1.4 Caractérisation par une combinaison de méthodes

5.1.4.1 Comme indiqué dans l'ISO 33405, cette approche est particulièrement adaptée à des substances chimiques définies, de masse moléculaire faible à moyenne. Il convient de choisir un certain nombre de méthodes pour sonder différentes propriétés du MR candidat. Les méthodes fréquemment utilisées comprennent, par exemple, la détermination du point de fusion, de la masse moléculaire relative, des spectres ultraviolets (UV), IR, RMN et de masse. Des méthodes sensorielles peuvent également être appliquées. Conjointement avec des informations sur la matière première et ses étapes de traitement, ainsi que sur l'échantillonnage et le transport vers le PMR, il convient que l'ensemble des méthodes soit suffisant pour établir l'identité du matériau. S'il existe des critères d'identification publiés détaillés (par exemple, les critères d'identification de la pharmacopée), le choix des méthodes peut être limité à ceux listés.

NOTE La nature et le nombre des méthodes exigées pour établir l'identité varient en fonction du nombre de produits potentiellement similaires (par exemple, plus de substances organiques qu'inorganiques) et des informations sur l'origine et les étapes de traitement.

EXEMPLE 1 En cas d'utilisation d'une souche standard d'une bactérie provenant d'un centre de conservation de cultures reconnu, des caractéristiques macroscopiques (caractéristiques sur des milieux typiques), des caractéristiques microscopiques (par exemple, caractéristiques de la coloration de Gram, identification des cocci ou bacilles), des caractéristiques phénotypiques (caractéristiques dans les réactions biochimiques) et d'autres caractéristiques, le cas échéant (par exemple, essai de coagulase sur plasma, essai d'enzyme antioxydante, essai de sérologie), peuvent être nécessaires dans la documentation.

EXEMPLE 2 Une graine d'une plante obtenue d'un institut présentant uniquement des caractéristiques morphologiques n'étayera peut-être pas le taxon de cette plante, elle peut exiger des preuves ou une documentation supplémentaires.

5.1.4.2 Tous les modes opératoires d'essai et de mesurage utilisés doivent être correctement validés et les résultats doivent satisfaire aux exigences de traçabilité. Lorsqu'ils sont disponibles, il convient d'examiner les matériaux de contrôle appropriés parallèlement au MR pendant la caractérisation.

5.1.4.3 Il convient de comparer les résultats de chacun des essais et mesurages effectués avec les critères pour la substance proposée. Il convient de suivre les modes opératoires publiés pour les comparaisons, lorsqu'ils sont disponibles. En l'absence de tels modes opératoires prescrits, il convient que les résultats de mesurage ne diffèrent pas de l'une des valeurs spécifiées en tenant compte de l'incertitude de mesure combinée et de la valeur spécifiée. Si les résultats concordent avec les critères publiés, l'identité est établie avec une incertitude négligeable.

NOTE Un jugement indiquant si les informations de mesurage et de provenance cumulées sont suffisantes pour établir l'identité est quelque peu subjectif. Une revue par des pairs peut aider à accroître la confiance dans l'attribution.

5.1.4.4 Le cas échéant, il convient d'effectuer une évaluation adéquate ou une déclaration de pureté du MR.

NOTE Lorsqu'une combinaison de déterminations qualitatives et quantitatives est utilisée pour la caractérisation, il peut être utile d'utiliser des mesures de similarité pour étayer la caractérisation. L'ISO/TR 79 donne un exemple de mesures de similarité.

5.2 Application de la traçabilité métrologique aux déterminations qualitatives

5.2.1 Généralités

La traçabilité métrologique est définie dans le Guide ISO/IEC 99 comme la «propriété d'un résultat de mesure selon laquelle ce résultat peut être relié à une référence par l'intermédiaire d'une chaîne ininterrompue et documentée d'étalonnages dont chacun contribue à l'incertitude de mesure». Cette approche permettant d'obtenir des résultats comparables est applicable aux mesurages quantitatifs, y compris lorsque les résultats de mesurage quantitatif sont utilisés pour déterminer les caractéristiques qualitatives des matériaux. Elle ne peut pas être appliquée directement aux valeurs de propriétés qualitatives conformément à la terminologie de le Guide ISO/IEC 99, car il ne s'agit pas de valeurs mesurées basées sur l'étalonnage. Néanmoins, la nécessité de disposer de données de mesurage cohérentes demeure et les recommandations de [5.2.2](#) à [5.2.4](#) décrivent plusieurs manières d'y parvenir. Premièrement, de nombreuses attributions de valeurs de propriétés qualitatives dépendent du mesurage d'une ou plusieurs valeurs quantitatives pour lesquelles la traçabilité métrologique peut être indiquée de la manière habituelle. Deuxièmement, la traçabilité des valeurs de propriétés qualitatives peut être établie par comparaison avec une référence. Pour les propriétés qualitatives, la référence à laquelle la traçabilité est revendiquée ne sera pas une unité du Système international d'unités (SI), mais une référence reconnue par la communauté scientifique concernée, y compris les utilisateurs du MR. Il peut s'agir d'un artéfact tel qu'un MRC ou elle peut prendre la forme de données faisant autorité telles que, par exemple, des photographies publiées et les descriptions associées. Enfin, les propriétés qualitatives peuvent être attribuées par la provenance du matériau. Par exemple, si un MR est déclaré comme étant caractéristique d'une plante spécifique, il convient que sa provenance soit suffisante pour confirmer son origine. La documentation de la provenance de cette manière est parfois appelée traçage, mais elle remplit les mêmes objectifs pour les valeurs qualitatives que la traçabilité métrologique pour les valeurs quantitatives. Ces trois approches seront détaillées en [5.2.2](#).

5.2.2 Traçabilité métrologique

5.2.2.1 La traçabilité métrologique s'applique à la détermination des propriétés quantitatives, y compris les conditions d'essai donnant un résultat qualitatif. De nombreuses attributions de valeurs qualitatives incluent le mesurage d'une ou plusieurs caractéristiques quantitatives, telles que le point de fusion ou le pH. D'autres peuvent inclure l'application de modes opératoires d'essai qui incluent des conditions quantitatives, telles que les temps, températures et concentrations. La nécessité d'établir la traçabilité métrologique pour ces paramètres est discutée en [5.2.2.2](#) et [5.2.2.3](#).

5.2.2.2 Lorsqu'une attribution de valeur qualitative dépend de mesurages ou d'essais incluant des conditions quantitatives, il convient que les mesurages et/ou essais satisfassent aux exigences de traçabilité métrologique de l'ISO/IEC 17025.

EXEMPLE 1 Dans une attribution de structure à l'aide de méthodes spectroscopiques, la longueur d'onde ou l'échelle de fréquence décrivant l'emplacement des signaux est vérifiée ou étalonnée.

EXEMPLE 2 Lors d'un essai analytique qualitatif qui exige l'application d'un réactif à une concentration donnée, le réactif est préparé à l'aide d'un équipement correctement étalonné pour fournir une concentration fiable.

5.2.2.3 Lorsqu'une attribution de valeur qualitative dépend de mesurages ou d'essais incluant des conditions quantitatives, il convient d'inclure dans le certificat de MR une déclaration de traçabilité métrologique relative aux mesurages et/ou essais pertinents.

NOTE L'ISO/TR 16476 et la Référence [23] fournissent de plus amples informations sur l'expression de la traçabilité métrologique.

5.2.3 Données de référence et matériaux de référence pour les déterminations qualitatives

5.2.3.1 L'attribution de valeurs pour les propriétés qualitatives peut dépendre d'une comparaison avec des données de référence ou avec un autre MR pour lequel une valeur est déjà attribuée pour la propriété qualitative concernée. Un MR approprié pour l'attribution de valeurs peut être, par exemple, un échantillon

dont l'identité a été établie de manière fiable ou un exemple de la classe d'intérêt caractérisé de manière indépendante.

EXEMPLE Un matériau à base de plantes est identifié à partir d'une comparaison microscopique avec un échantillon de référence conservé par une biobanque ou une archive nationale.

5.2.3.2 Lorsque l'attribution de valeur d'une propriété qualitative dépend de manière critique de la comparaison avec des données de référence particulières ou un MR particulier, il convient d'indiquer la référence dans la documentation accompagnant le MR en cours de production.

NOTE L'attribution de valeur dépend de manière critique d'une comparaison particulière lorsque la comparaison particulière est essentielle à l'attribution de la valeur qualitative.

5.2.4 Valeur qualitative attribuée sur la base de la provenance

5.2.4.1 L'attribution de valeur basée sur la provenance (connaissance de l'origine du MR) est décrite en [5.1.2](#). Dans le cas d'une attribution de valeur basée sur la provenance:

- il convient que le PMR tienne à jour une documentation complète de la provenance du matériau, incluant la source du matériau, les changements de propriété et les modes opératoires permettant d'éviter la contamination ou le remplacement du matériau par tout autre matériau;
- il convient que la base de l'attribution, incluant la source du matériau, soit disponible dans la documentation du MR.

5.2.4.2 Lorsque l'attribution est basée sur la provenance étayée par des mesurages ou des essais de confirmation, les dispositions de [5.2.2](#) et [5.2.3](#) s'appliquent aux mesurages ou essais de confirmation.

5.3 Incertitude de mesurage et confiance dans les valeurs qualitatives

5.3.1 Considérations générales

5.3.1.1 Chaque attribution de valeur à une propriété est entourée d'une incertitude. Les techniques d'évaluation de l'incertitude décrites dans le Guide ISO/IEC 98-3 ne sont pas applicables à l'évaluation des incertitudes associées aux attributions de valeurs aux propriétés qualitatives. Néanmoins, il est important de fournir aux utilisateurs de ces MR des recommandations relatives à la fiabilité de la valeur attribuée. De nombreuses attributions de propriétés qualitatives (nominales) dépendent du mesurage d'une ou de plusieurs valeurs quantitatives pour lesquelles des estimations de l'incertitude habituelle de mesurage sont disponibles. Il existe également un large éventail d'autres informations qui peuvent permettre à l'utilisateur d'évaluer la confiance dans la valeur attribuée. Il est important de documenter toutes ces informations.

5.3.1.2 Bien que l'incertitude de mesurage soit bien définie (voir le Guide ISO/IEC 98-3) et qu'elle s'applique sans ambiguïté aux valeurs des grandeurs, la signification de l'«incertitude» telle qu'elle s'applique aux valeurs sur les échelles ordinales ou aux valeurs nominales n'est pas bien établie. Il existe également peu ou pas de recommandations harmonisées pour la communication du degré d'incertitude, ou du degré de confiance, que l'utilisateur peut avoir dans la valeur attribuée d'une propriété qualitative. En attendant un cadre harmonisé, les principes adoptés dans le présent document sont les suivants:

- le terme «confiance» fait référence au degré de conviction vis-à-vis de la valeur attribuée à une propriété qualitative. Une telle confiance peut être exprimée qualitativement, à l'aide d'une échelle ordinale (par exemple «confiance maximale», «confiance élevée», «confiance modérée», etc.) ou quantitativement (par exemple, en tant que rapport de vraisemblance ou distribution de probabilité sur l'ensemble des valeurs possibles de la propriété qualitative);
- il convient que les utilisateurs de MR ayant des valeurs qualitatives aient une confiance suffisante dans les valeurs fournies pour l'usage prévu du matériau. En particulier, lorsque des valeurs qualitatives attribuées sont certifiées, il convient que le PMR indique clairement la justification de sa confiance dans la valeur;

- il convient que toutes les attributions de valeur aux propriétés qualitatives soient qualifiées avec une déclaration de confiance, même si cette déclaration est elle-même qualitative et exprime une opinion subjective d'expert. Les déclarations quantitatives de confiance dans les valeurs qualitatives attribuées ne sont pas exigées, mais sont autorisées lorsqu'elles ne donnent pas une impression trompeuse de la fiabilité de la valeur.

NOTE [L'Annexe B](#) donne de plus amples informations sur l'expression de la confiance pour les valeurs qualitatives.

5.3.2 Incertitude de mesurage

5.3.2.1 L'incertitude de mesurage telle que décrite dans le Guide ISO/IEC 98-3 a un impact sur les mesurages qualitatifs de deux manières:

- la maîtrise des incertitudes dans les conditions d'essai, telles que les temps, températures ou longueurs, est importante pour l'attribution d'une valeur qualitative fiable lorsqu'elle implique des mesurages de grandeurs ou la maîtrise des conditions d'essai (quantitatives);
- l'incertitude de mesurage liée aux mesurages intermédiaires peut contribuer à l'estimation des taux de fausses réponses; par exemple, lorsque la classification dépend de résultats de mesurage dépassant un seuil.

5.3.2.2 Lorsqu'une attribution de valeur qualitative dépend de mesurages ou d'essais incluant des conditions quantitatives, il convient que le PMR s'assure que les incertitudes de mesurage sont suffisamment faibles pour qu'elles n'aient pas d'impact significatif sur la confiance dans la valeur qualitative attribuée. Il convient que cela inclue un ou plusieurs des éléments suivants:

- la maîtrise des conditions affectant le résultat d'essai dans des tolérances bien établies et documentées;
- la démonstration du fait que l'incertitude est suffisamment faible pour n'avoir aucune influence significative sur l'issue de l'essai.

NOTE Étant donné que de faibles taux de fausses réponses sont difficiles à déterminer, il est rarement pratique de faire plus que de montrer qu'un changement substantiel d'une condition (par exemple, plus de trois fois l'incertitude) a un effet limité ou non détectable sur le taux de fausses réponses.

5.3.2.3 Lorsque l'attribution d'une valeur qualitative dépend de la comparaison d'une valeur mesurée avec une ou plusieurs limites, le PMR peut utiliser l'incertitude de mesurage, ainsi que des hypothèses adéquates sur la distribution des résultats, pour estimer la probabilité de fausse classification.

5.3.2.4 Les PMR ne sont pas tenus de consigner les informations relatives à l'incertitude de mesurage pour les résultats de mesurage intermédiaires sur un document relatif au MR qui ne concerne que l'attribution de valeurs qualitatives.

5.3.2.5 L'expression quantitative de l'incertitude peut être une distribution de probabilité pour la propriété d'intérêt, ou elle peut être une caractérisation résumée de la dispersion de cette distribution. L'incertitude peut également être exprimée à l'aide de mesures de confiance obtenues à partir des taux de fausses réponses (faux positifs, faux négatifs), telles que la sensibilité et la spécificité (voir [Tableau B.2](#)). Des exemples sont donnés à [l'Article B.4](#).

5.3.3 Confiance dans les valeurs qualitatives

5.3.3.1 Il convient que les PMR fournissent suffisamment d'informations avec le MR pour permettre à l'utilisateur d'évaluer si la confiance revendiquée pour la valeur attribuée répond à ses besoins.

5.3.3.2 Les PMR ne sont pas obligés de fournir des déclarations quantitatives de confiance dans les valeurs qualitatives attribuées dans le document de MR pour le matériau, mais ils peuvent le faire afin de fournir suffisamment d'informations avec le MR pour aider l'utilisateur final à juger si le MR est adapté à ses besoins.

NOTE Une déclaration quantitative de confiance dans une valeur qualitative attribuée peut être une probabilité ou un niveau de confiance.

5.3.3.3 Les informations qui aident l'utilisateur à évaluer la confiance déclarée dans la valeur attribuée peuvent inclure:

- a) la base de la valeur attribuée (par exemple, provenance, essais, avis d'expert);
- b) une description de l'origine du matériau;
- c) une description des modes opératoires en vue d'une réduction au maximum de la contamination ou de l'échange involontaire de matériaux;
- d) des informations sur la nature et la performance des méthodes d'essais qualitatifs utilisées pour l'attribution de la valeur;
- e) des informations sur les données de référence utilisées pour étayer l'attribution de la valeur;
- f) une indication qualitative ou verbale de la confiance;
- g) une indication quantitative de la confiance dans la valeur attribuée.

NOTE 1 [L'Article B.2](#) donne de plus amples informations sur les chiffres de performance pour les essais qualitatifs.

NOTE 2 [L'Article B.4](#) donne de plus amples informations sur les indications quantitatives de confiance dans une valeur qualitative attribuée.

5.3.3.4 Lorsque les informations relatives à la performance de l'essai sont fournies (voir [5.3.3.3 d](#)), il convient de présenter les informations de performance d'une manière qui ne donne pas une impression trompeuse de confiance dans la valeur attribuée.

EXEMPLE Une identification utilisant le séquençage des acides nucléiques fournit une probabilité théorique de correspondance fortuite inférieure à 10^{-50} . En pratique, la probabilité pourrait être considérablement plus élevée. Cela peut être une information utile pour un praticien compétent. Cependant, les risques d'erreurs pendant l'emballage ou la préparation du certificat ne peuvent pas être facilement réduits à des niveaux aussi bas. Il est alors risqué pour l'utilisateur de déduire que la probabilité d'attribution d'une valeur incorrecte est de seulement 10^{-50} . Les utilisateurs inexpérimentés du matériau peuvent alors nécessiter une mise en garde concernant la pertinence ou l'interprétation des données de performance de l'essai, par exemple en utilisant une indication qualitative de la force des preuves à l'aide d'une échelle ordinale (voir Annexe [B.1](#)).

5.3.3.5 Une indication qualitative de la confiance (voir [5.3.3.3 f](#)) peut être, par exemple, une brève indication explicative sur une échelle d'évaluation ou une déclaration abrégée indiquant une base d'attribution. Lorsqu'une valeur sur une échelle d'évaluation est incluse en tant qu'indication de confiance sur un certificat, il convient que l'échelle complète soit à la disposition de l'utilisateur du matériau. Il convient que l'évaluation qualitative s'appuie sur des critères explicites qui sont spécifiquement appropriés et non ambigus pour une application dans le contexte pertinent et qu'il convient de mentionner dans le certificat correspondant.

EXEMPLE Un MRC comprend des feuilles de *Ginkgo biloba*. L'incertitude associée à l'identification de l'espèce biologique a été exprimée sous la forme d'une déclaration verbale sur une échelle d'évaluation (voir [l'Article B.1](#)). Une valeur qualitative basée sur un résultat d'essai qualitatif est accompagnée d'une déclaration:

«Le résultat de l'essai appuie très fortement la valeur attribuée, en utilisant une échelle faiblement, modérément, fortement, très fortement.»

NOTE Parfois, de telles échelles sont dérivées de valeurs numériques, par exemple, d'un rapport de vraisemblance ou d'une probabilité ([Article B.4](#)).

5.3.3.6 Une expression quantitative de l'incertitude peut être une distribution de probabilités sur l'ensemble des valeurs possibles pour la propriété d'intérêt, ou il peut s'agir d'une caractérisation résumée de la dispersion de cette distribution sur l'ensemble de ces valeurs possibles. L'incertitude peut également