

# commission du codex alimentarius



ORGANISATION DES NATIONS  
UNIES POUR L'ALIMENTATION  
ET L'AGRICULTURE

ORGANISATION  
MONDIALE  
DE LA SANTÉ



# F

BUREAU CONJOINT: Viale delle Terme di Caracalla 00153 ROME Tél: +39 06 57051 www.codexalimentarius.net Email: codex@fao.org Facsimile: 39 06 5705 4593

Point 4 de l'ordre du jour

CX/MAS 10/31/4

## PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS

### COMITÉ DU CODEX SUR LES MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE Trente et unième session

Budapest (Hongrie), 8 – 12 mars 2010

### AVANT-PROJET DE RÉVISION DES DIRECTIVES SUR L'INCERTITUDE DE MESURE (À l'étape 3 de la procédure)

*(Élaboré par le Royaume-Uni)*

#### GÉNÉRALITÉS

À sa vingt-neuvième session, le CCMAS a eu une discussion sur l'élaboration de directives sur l'incertitude de mesure (analytique) et l'incertitude de l'échantillonnage, donnant suite à la demande présentée à la Commission par plusieurs délégations qui souhaitaient obtenir de nouvelles orientations quant à l'incertitude de mesures après l'adoption du texte sur: « L'utilisation des résultats analytiques: plans d'échantillonnage, rapports entre les résultats analytiques, l'incertitude de mesure, les facteurs de récupération et les dispositions des normes Codex ». La Commission avait transmis cette demande au CCMAS.

La délégation du Royaume-Uni avait préparé un document visant à faciliter le débat. Après de longs échanges de vues, le Comité est convenu que, sous réserve de l'approbation de la Commission, la délégation du Royaume-Uni, avec l'assistance d'un groupe de travail électronique ouvert à tous les membres et observateurs et travaillant en anglais, rédigerait un avant-projet de révision des Directives pour observations à l'étape 3 et examen à la prochaine session.

Il a été reconnu en général que des notes explicatives sur l'importance des Directives actuelles sur l'incertitude de mesure (CAC/GL 54-2004) seraient nécessaires pour progresser. Elles pourraient porter sur le texte déjà adopté par la Commission.

Il a été convenu que cette révision serait entreprise au titre de nouvelle activité pour le CCMAS, ce que la Commission a approuvé en 2008.

Le document élaboré par la délégation du Royaume-Uni a donné lieu à un débat approfondi lors de la trentième session du CCMAS. En particulier, les points suivants ont été signalés et notés par les délégués:

- Le document ne s'adresse pas aux experts en métrologie, mais aux fournisseurs de données analytiques, aux clients de laboratoires qui communiquent des données d'analyse et aux délégués auprès du Codex. Le document s'efforce de préciser l'importance de l'incertitude de mesure et de répondre à plusieurs questions spécifiques dans les sections 1 à 9. Les délégués ont rappelé que l'incertitude de mesure doit être estimée (et communiquée sur demande), conformément aux dispositions de la norme ISO 17025:2005, déjà adoptée par référence dans le Codex, et que l'on pouvait s'attendre à ce qu'une telle demande soit présentée aux fins du commerce international.
- Il a été noté que le document ne traite pas l'incertitude de l'échantillonnage; et qu'aucune procédure particulière n'est recommandée pour estimer l'incertitude, mais seulement que la procédure doit être

crédible sur le plan scientifique. Le document souligne les incidences des recommandations figurant dans le Manuel de procédure sur l'*Utilisation des résultats analytiques* et, en particulier, que les comités du Codex s'occupant de produits doivent reconnaître la différence qu'il y a entre la valeur numérique dans la spécification et la valeur numérique à laquelle la spécification sera appliquée.

- Certains ont estimé que les sections portant sur le besoin d'accréditation devaient être explicitées pour éviter toute confusion car les directives du Codex n'exigent pas le statut d'accréditation des laboratoires mais la conformité à la norme internationale relative à l'accréditation.

Il a été convenu que les documents seraient remaniés par un groupe de travail électronique dirigé par la délégation du Royaume-Uni, ouvert à tous les membres et observateurs, et travaillant en anglais.

Le document a été communiqué à tous les participants lors de la trentième session du CCMAS et plusieurs observations ont été formulées. À la lumière de ces observations, les Directives actuelles ont été révisées en y incluant des notes explicatives. Celles-ci figurent dans le projet de révision du document CAC/GL 54-2004 ci-joint.

Des observations ont été formulées par les délégués de l'Argentine, de l'Australie, du Chili, de Cuba, de la Fédération internationale de laiterie, du Japon, des Pays-Bas, de la Nouvelle-Zélande, du Comité nordique d'analyse alimentaire (NMKL) et des États-Unis d'Amérique et transmises au Royaume-Uni pour examen depuis la trentième session du CCMAS.

Les observations reçues sont souvent divergentes mais le document est en général apprécié.

Il convient de noter en particulier les points suivants:

Le document traite **uniquement** de l'incertitude découlant du processus analytique. Aujourd'hui, l'incertitude de mesure découlant de l'analyse est bien connue mais les conséquences de son estimation le sont moins. Tant que le Codex n'aura pas décidé si l'incertitude découlant de l'échantillonnage doit être traitée de façon officielle au sein du système du Codex, les directives ne s'appliquent pas à ce type d'incertitude. La question de savoir si l'incertitude découlant de l'échantillonnage doit être examinée au sein du Codex n'est pas traitée ici, mais fait l'objet d'un document distinct que le CCMAS examinera à sa trente et unième session.

Les notes explicatives sont rédigées à l'intention de ceux qui ne sont pas des spécialistes, et en particulier pour souligner que l'adoption du texte sur "L'utilisation des résultats analytiques: plans d'échantillonnage, rapports entre les résultats analytiques, l'incertitude de mesure, les facteurs de récupération et les dispositions des normes Codex" dans le Manuel de procédure, a des conséquences pour d'autres comités du Codex, ce qui était à l'origine le sujet de préoccupation. Les notes explicatives ont donc été rédigées dans cet objectif, et les aspects statistiques ont été réduits le plus possible.

Aucune méthode n'est recommandée pour l'estimation de l'incertitude – ce n'est pas l'objectif du projet de révision des directives.

Différentes définitions ont été proposées pour "incertitude de mesure", mais le Codex ayant adopté depuis la dernière session du CCMAS une terminologie analytique officielle, cette dernière a été utilisée dans le projet de directives.

Certains pays exportateurs ont noté avec préoccupation que les procédures indiquées dans le Manuel de procédure étaient susceptibles de les pénaliser. En réalité, du fait des conséquences de la prise en compte de l'incertitude de mesure pour établir qu'un résultat est "sans aucun doute possible" non conforme ce sont les pays importateurs qui ont le plus à s'inquiéter de ce que la valeur de la spécification dans la norme Codex soit négociée, étant donné que l'incertitude de la mesure est estimée.

Les Directives en vigueur sur l'incertitude de mesure ont été conservées autant que possible – l'objectif du présent document est d'aider à évaluer les conséquences de leur adoption par le Codex.

## RECOMMANDATIONS

Il est recommandé:

- que le Comité établisse si le projet de notes explicatives aux Directives Codex existantes sur l'incertitude de mesure répond aux préoccupations des délégations suite à l'adoption par la Commission du texte sur « L'utilisation des résultats analytiques: plans d'échantillonnage, rapports entre les résultats analytiques, l'incertitude de mesure, les facteurs de récupération et les dispositions dans les normes Codex », et
- qu'il juge si d'autres aspects doivent être examinés.

L'Avant-projet de révision des directives ainsi que les notes explicatives qui l'accompagnent sont diffusés à l'étape 3 pour observations et examen à la trente et unième session du Comité sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage. Les gouvernements et les organisations internationales qui souhaitent formuler des observations sont invités à le faire par écrit, de préférence par courrier électronique, en s'adressant au Secrétaire de la Commission du Codex Alimentarius, Programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires, FAO, Viale delle Terme di Caracalla, 00153 Rome (Italie), télécopie: +39 (06) 5705 4593, Courriel: [codex@fao.org](mailto:codex@fao.org), avec copie au Service central de liaison avec le Codex en Hongrie, Hungarian Food Safety Office, H-1097 Gyáli út 2-6. Budapest (Hongrie), télécopie:+36 13879400, courriel: [HU\\_CodexCP@mebih.gov.hu](mailto:HU_CodexCP@mebih.gov.hu), **avant le 1<sup>er</sup> mars 2010.**

## **APPENDICE: AVANT-PROJET DE RÉVISION DES DIRECTIVES SUR L'INCERTITUDE DE MESURES ET NOTES EXPLICATIVES SUR L'IMPORTANCE DES DIRECTIVES (CAC/GL 54-2004 révisé)**

### **Introduction**

D'après ISO/IEC 17025:2005, il est important et indispensable que les analystes soient conscients de l'incertitude associée à chaque résultat analytique et sachent l'estimer. Pour ce faire, ils disposent de différentes procédures. Il est demandé aux laboratoires d'analyse alimentaire de se charger du contrôle aux fins du Codex, d'utiliser chaque fois que possible des méthodes testées en collaboration ou validées, et de vérifier leur application avant de les utiliser pour les analyses de routine. Ces laboratoires ont donc à disposition une série de données analytiques qu'ils peuvent utiliser pour estimer l'incertitude de mesure

Ces directives ne s'appliquent qu'à l'analyse quantitative.

La plupart des résultats d'analyses quantitatives prennent la forme de «  $a \pm 2u$  ou  $a \pm U$  », où «  $a$  » est la meilleure estimation de la valeur vraie de la concentration du mesurande (le résultat analytique), «  $u$  » est l'incertitude type et «  $U$  » (égal à  $2u$ ) est l'incertitude élargie. La fourchette «  $a \pm 2u$  » représente un niveau de confiance de 95 pour cent ( $K=2$ ) dans lequel la vraie valeur serait trouvée (peut dans d'autres cas être augmenté à  $K=3$  (99%). La valeur de «  $U$  » ou de «  $2u$  » est celle qui est normalement utilisée et indiquée par les analystes; elle est dénommée ci-après « incertitude de mesure » et peut être estimée de différentes manières.

### **Terminologie**

Paramètre non négatif qui caractérise la dispersion des valeurs attribuées au mesurande à partir des informations utilisées.

Remarques:

L'incertitude de mesure comprend des composantes provenant d'effets systématiques, telles que les composantes associées aux corrections et aux valeurs assignées des étalons, ainsi que l'incertitude définitionnelle. Parfois, on ne corrige pas des effets systématiques estimés, mais on insère plutôt des composantes associées de l'incertitude.

Le paramètre peut être, par exemple, un écart-type appelé incertitude-type (ou un de ses multiples) ou la demi-étendue d'un intervalle ayant une probabilité de couverture déterminée.

L'incertitude de mesure comprend en général de nombreuses composantes. Certaines peuvent être évaluées par une évaluation de type A de l'incertitude à partir de la distribution statistique des valeurs provenant de séries de mesurages et peuvent être caractérisées par des écarts-types expérimentaux. Les autres composantes, qui peuvent être évaluées par une évaluation de type B de l'incertitude, peuvent aussi être caractérisées par des écarts-types, évalués à partir des distributions de probabilité supposées, fondées sur l'expérience ou d'autres informations.

En général, pour des informations données, on sous-entend que l'incertitude de mesure est associée à une valeur déterminée attribuée au mesurande. Une modification de cette valeur entraîne une modification de l'incertitude associée.

Référence :

Vocabulaire international de métrologie - Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM), 3ème édition, JCGM 200: 2008

Cette définition de la mesure d'incertitude a été adoptée par la Commission du Codex Alimentarius

### **Recommandations**

1. Il faut estimer l'incertitude de mesure associée à tous les résultats analytiques.
2. L'incertitude de mesures d'un résultat analytique peut être estimée par différentes procédures, en particulier celles décrites par l'ISO (1) et EURACHEM (2). Ces documents recommandent des procédures basées sur l'approche composante par composante, les données concernant la validation des méthodes, le contrôle interne de la qualité et les essais d'aptitude. Il n'est pas nécessaire d'entreprendre une estimation de l'incertitude de mesure en utilisant l'approche composante par composante de l'ISO si d'autres types de données sont

disponibles et utilisées pour estimer l'incertitude. Dans de nombreux cas, l'incertitude totale peut être déterminée par une étude interlaboratoires (en collaboration) par un certain nombre de laboratoires et de matrices en appliquant les protocoles UICPA/ISO/AOAC INTERNATIONAL (3) ou ISO 5725 (4).

3. L'incertitude de mesure et son niveau de confiance seront communiqués, sur demande, à l'utilisateur (client) des résultats

### **Références**

1. « Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure », ISO, Genève, 1993.
2. Guide EURACHEM/CITAC – Quantifier l'incertitude dans les mesures analytiques (deuxième édition), Secrétariat EURACHEM, BAM, Berlin, 2000. Le guide peut être téléchargé gratuitement à l'adresse suivante: <http://www.eurachem.ul.pt/>
3. « Protocol for the Design, Conduct and Interpretation of Method Performance Studies », ed. W. Horwitz, *Pure Appl. Chem.*, 1995, 67, 331-343.
4. « Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure », Genève, 1994, ISO 5725, Éditions précédentes: 1981 et 1986

## NOTES EXPLICATIVES POUR LES DIRECTIVES CODEX SUR L'INCERTITUDE DE MESURE

*Ces notes explicatives ne sont pas destinées aux experts en métrologie mais aux fournisseurs de données analytiques, aux clients de laboratoires communiquant des données d'analyse et aux délégués auprès des comités du Codex s'occupant de produits*

### INTRODUCTION

Le Manuel de procédure énonce dans la section traitant de "L'utilisation des résultats analytiques: plans d'échantillonnage, rapports entre les résultats analytiques, l'incertitude de mesure, les facteurs de récupération et les dispositions des normes Codex" ce qui suit:

#### Questions en cause

Plusieurs éléments relatifs à l'analyse et à l'échantillonnage empêchent d'appliquer uniformément les normes. En particulier, différentes approches peuvent être adoptées concernant les méthodes d'échantillonnage et l'emploi de corrections pour l'incertitude de mesure et la récupération.

Actuellement, il n'y a pas d'indications officielles sur la manière d'interpréter les résultats analytiques dans le cadre du Codex. D'ailleurs, différentes décisions peuvent être prises après l'analyse du "même échantillon". Ainsi, certains pays utilisent un système d'échantillonnage "chaque élément doit être conforme", tandis que d'autres prennent en compte "la moyenne du lot", certains déduisent l'incertitude de mesure associée au résultat, d'autres non, certains pays corrigent les résultats d'analyse pour la récupération, d'autres non. Cette interprétation peut aussi être influencée par le nombre de chiffres significatifs compris dans toute spécification de produit.

Il est essentiel que les résultats analytiques soient interprétés de la même manière pour qu'il y ait une harmonisation dans le cadre du Codex.

Il est souligné qu'il ne s'agit pas d'un problème d'analyse ou d'échantillonnage en tant que tel, mais d'un problème administratif comme l'ont démontré les résultats d'activités récentes dans le secteur des analyses, en particulier l'élaboration de Directives internationales pour l'emploi de facteurs de récupération dans les rapports d'analyse, ainsi que divers guides traitant de l'incertitude de mesure.

#### Recommandations

Il est recommandé que lorsqu'un Comité du Codex s'occupant de produits examine et approuve une spécification de produits et les méthodes d'analyse connexes, il déclare l'information ci-après dans la norme Codex:

##### 1. Plans d'échantillonnage

Le plan d'échantillonnage approprié, dont les grandes lignes figurent dans les Directives générales sur l'échantillonnage (CAC/GL 50-2004), section 2.1.2 Directives sur l'échantillonnage, pour vérifier la conformité des produits avec la spécification. Il faudra indiquer en particulier:

- si la spécification s'applique à chaque élément d'un lot, à la moyenne d'un lot ou à la partie non conforme;
- le niveau de qualité acceptable;
- les conditions d'acceptation d'un lot contrôlé, en rapport avec la caractéristique qualitative/quantitative déterminée sur l'échantillon.

##### 2. Incertitude de mesure

Une marge de tolérance doit être fixée pour l'incertitude de mesure lorsqu'on décide si un résultat analytique répond ou non à la spécification. Cette exigence peut ne pas s'appliquer dans des situations où il existe un danger direct pour la santé, par exemple dans le cas de pathogènes d'origine alimentaire.

### **3. Récupération**

Les résultats analytiques seront exprimés sur une base corrigée pour la récupération, le cas échéant, et toute correction devra être signalée.

Lorsqu'un résultat a été corrigé pour la récupération, la méthode utilisée pour tenir compte de la récupération doit être indiquée. Le taux de récupération doit être signalé chaque fois que possible.

Lors de l'élaboration de normes, il conviendra d'indiquer si le résultat obtenu par une méthode utilisée pour l'analyse dans le cadre de contrôles de conformité sera donné ou non sur une base corrigée pour la récupération.

### **4. Chiffres significatifs**

Les unités dans lesquelles les résultats doivent être exprimés et le nombre de chiffres significatifs à inclure dans le résultat obtenu.

Les notes explicatives présentées ci-après faciliteront la compréhension de ce qui précède, notamment en ce qui concerne la section 2. Incertitude de mesure.

## **NOTES EXPLICATIVES**

### **1. Qu'est-ce que l'incertitude de mesure?**

On ne se rend pas toujours compte du fait que les résultats d'analyse sont variables, et de l'ampleur que cette variabilité peut assumer, particulièrement lorsqu'il s'agit de déterminer de faibles concentrations d'un mesurande (c'est-à-dire les niveaux ppb). Comme il est énoncé dans les directives du Codex, la plupart des résultats d'analyses quantitatives prennent la forme de «  $a \pm 2u$  ou  $a \pm U$  », où «  $a$  » est la meilleure estimation de la valeur vraie de la concentration du mesurande (le résultat analytique), «  $u$  » est l'incertitude type à un niveau de confiance de 68 pour cent et «  $U$  » (égal à  $2u$ ) est l'incertitude élargie à un niveau de confiance de 95 pour cent. La fourchette «  $a \pm 2u$  » représente un niveau de confiance de 95 pour cent dans lequel la vraie valeur serait trouvée. La valeur de «  $U$  » ou de «  $2u$  » est celle qui est normalement utilisée et indiquée par les analystes; elle est dénommée en général « incertitude de mesure » et peut être estimée de différentes manières.

Lorsqu'il s'agit d'analyser des produits alimentaires, on utilise la probabilité de 95% (soit  $2u$ ) (approximativement) pour calculer l'incertitude élargie. D'autres secteurs peuvent indiquer une probabilité différente.

Aussi peut-on considérer l'incertitude de mesure comme la variabilité accompagnant les résultats communiqués qui est quantifiée comme la valeur "U" lorsqu'on considère l'incertitude élargie et dans laquelle le résultat « vrai » devrait se situer.

### **2. L'incertitude de mesure doit-elle être estimée dans le Codex?**

Oui, l'une des exigences de la Norme pour les accréditations, ISO 17025:2005 adoptée par le Codex par référence, est que l'incertitude de mesure d'un résultat doit être estimée, puis communiquée sur demande ou lorsque l'incertitude a une incidence sur la conformité à une limite de spécification, par exemple une norme Codex (la Commission du Codex Alimentarius a élaboré des Directives qui exigent que les laboratoires intéressés à l'importation/exportation de denrées alimentaires soient accrédités). Étant donné que le Codex s'occupe de marchandises faisant l'objet d'un commerce international, une telle demande sera probablement présentée.

### **3. L'incertitude de mesure s'applique-t-elle à la fois à l'échantillonnage et à l'analyse?**

L'incertitude de mesure s'applique à l'ensemble du processus de mesure. Pour les analystes, seule l'incertitude de mesure « analytique » a été prise en compte mais on reconnaît aujourd'hui de plus en plus que le système doit être considéré dans sa totalité, et c'est ainsi que l'incertitude de mesure de l'« échantillonnage » acquiert une importance croissante. Encore que cette directive ne prenne en compte que l'analyse, elle pourrait devoir être révisée lorsque les débats sur l'incertitude de mesure seront approfondis au sein du Codex.

### **4. Quel est le rapport entre l'incertitude de mesure, le résultat analytique et la méthode appliquée pour obtenir le résultat?**

C'est l'estimation de l'incertitude de mesure associée à un résultat analytique qui est important.

L'incertitude de mesure n'est pas associée à une méthode, mais les valeurs obtenues au cours de la validation d'une méthode peuvent être utilisées pour estimer l'incertitude d'un résultat dans certaines situations. Cette différenciation entre « résultat » et « méthode validée » n'est pas toujours prise en compte et provoque une certaine confusion. Cela signifie que différents laboratoires, même s'ils utilisent la même méthode « validée » sur le « même » échantillon, peuvent indiquer différentes incertitudes de mesure. Il faut s'y attendre. Il s'ensuit que des valeurs de précision pour une méthode validée (les valeurs de répétitivité et de reproductibilité) ne peuvent être prises comme étant l'incertitude de mesure sans qualification. En particulier, des facteurs supplémentaires tels que le biais, l'effet de la matrice et la compétence du laboratoire entrent aussi en ligne de compte.

## 5. Procédures permettant d'estimer l'incertitude de mesure

Il existe de nombreuses procédures pour estimer l'incertitude de mesure d'un résultat. Les directives du Codex ne recommandent pas d'approche particulière, mais il est important que, quelle que soit l'approche utilisée, la procédure soit scientifiquement crédible. On ne peut pas dire qu'une méthode soit meilleure qu'une autre, pourvu que la procédure utilisée soit appropriée et crédible – c'est-à-dire qu'il n'y a pas de « hiérarchie » des procédures reconnues. Toutes ces procédures peuvent être considérées comme étant également valides. Néanmoins, la procédure utilisée par un laboratoire individuel devra être considérée appropriée par l'agence d'accréditation compétente (norme d'accréditation 17025).

En général, les procédures s'appuient sur une approche composante par composante (« approche du bas vers le haut ») ou sur une approche du haut vers le bas à l'aide de données d'essais interlaboratoires, d'études d'aptitude, d'études de validation ou d'échantillons de contrôle de qualité interlaboratoires, ou une combinaison de ces données.

Le Codex prescrit d'utiliser des méthodes entièrement validées et il est habituellement plus rentable d'utiliser des données provenant de la validation et non pas une autre approche (c'est-à-dire l'approche composante par composante). Les avantages d'utiliser ces données de validation sont très bien décrits dans le Guide Eurachem pour quantifier l'incertitude dans les mesures analytiques, où dans la section 7.6.1 de la deuxième édition du Guide EURACHEM, il est énoncé que:

« Une étude interlaboratoires menée dans le but de valider une méthode publiée, selon par exemple le protocole AOAC/IUPAC ou la norme ISO 5725, est une source précieuse pour conforter une estimation de l'incertitude. Les données comprennent typiquement les estimations de l'écart type de la reproductibilité, sR, pour différents niveaux de réponse, une estimation linéaire de la dépendance de sR vis-à-vis du niveau de réponse et peuvent inclure une estimation des biais fondée sur les études des MRC. Les modalités d'utilisation de ces données dépendent des facteurs pris en compte lors de la réalisation de l'étude. Au cours de l'étape d'examen citée plus haut, il est nécessaire d'identifier toutes les sources d'incertitude qui n'ont pas été incluses dans les données de l'étude interlaboratoires. Les sources qui doivent être particulièrement prises en considération sont:

- **L'échantillonnage.** Les études réalisées interlaboratoires comprennent rarement l'étape d'échantillonnage. Si la méthode utilisée en interne fait appel à un sous-échantillonnage ou si le mesurande (voir Spécification) consiste à évaluer une propriété de masse sur un petit échantillon, les effets d'échantillonnage doivent être analysés et leurs effets inclus.
- **Prétraitement.** Dans la plupart des études, les échantillons sont homogénéisés et peuvent être de plus stabilisés, avant d'être répartis. Il peut être nécessaire d'analyser et d'ajouter les effets de procédures particulières de prétraitement appliquées en interne.
- **Biais de la méthode.** Le biais de la méthode est parfois examiné avant ou au cours de l'étude interlaboratoires, si possible par comparaison avec des méthodes ou des matériaux de référence. Lorsque le biais lui-même, l'incertitude des valeurs de référence utilisées et la fidélité associée au contrôle du biais, sont faibles en comparaison de SR, il est inutile de considérer plus avant l'incertitude due au biais. Dans le cas contraire, elle devra être prise en compte.
- **Variations des conditions.** Les laboratoires participant à une étude peuvent tendre vers les moyennes des variations permises des conditions expérimentales, ce qui conduit à une sous-estimation de la gamme des résultats possibles dans le cadre de la définition de la méthode. Cependant lorsque de tels effets ont été analysés et ne se révèlent pas significatifs dans les limites maximales de leurs variations autorisées, il est inutile de les prendre en compte plus avant.

- **Modifications de la matrice de l'échantillon.** L'incertitude résultant des compositions des matrices ou des teneurs des éléments qui interfèrent en dehors de la gamme couverte par l'étude devrait être examinée.

Chaque source significative d'incertitude qui n'est pas couverte par les données de l'étude interlaboratoires doit être évaluée sous la forme d'une incertitude type et combinée avec l'écart type de la reproductibilité SR selon la méthode habituelle.

Pour des méthodes utilisées dans leurs domaines d'application spécifique, lorsque l'étape d'examen rapprochement a montré que toutes les sources identifiées avaient été incluses dans l'étude de validation ou lorsque les contributions d'autres sources résiduelles telles que celles se sont révélées négligeables, l'écart type de la reproductibilité SR, ajusté si nécessaire en fonction de la concentration, peut être utilisé comme incertitude type composée ».

Ces notes explicatives ne visent pas à décrire les procédures disponibles pour l'estimation de l'incertitude de mesure, mais des procédures ont été élaborées par:

- l'ISO, dans le Guide de l'ISO pour l'expression de l'incertitude de mesure
- Eurachem dans le Guide Eurachem pour quantifier l'incertitude dans les mesures analytiques, où sont décrites l'approche composante par composante ainsi que l'utilisation des données d'essais interlaboratoires.
- l'ISO, dans le Guide ISO TS 21748 – Guide à l'emploi des estimations de la répétitivité, de la reproductibilité et de l'exactitude dans l'estimation de l'incertitude de mesure
- Le concept établi par la Décision de la Commission (UE) 2002/657/EC portant modalités d'application de la Directive du Conseil 96/23/EC en ce qui concerne les performances des méthodes d'analyse et l'interprétation des résultats
- Utilisation des résultats provenant de données sur le contrôle interne de la qualité, tels que développés par le Service d'inspection des produits alimentaires des Pays-Bas.
- Le Comité nordique d'analyse des aliments (Nordic Committee on Food Analysis) – dans la procédure NMKL pour l'estimation et l'expression de l'incertitude de mesure et dans la procédure NMKL pour la mesure de l'incertitude dans les examens microbiologiques quantitatifs des aliments.

L'utilisation de données d'essais interlaboratoires telle que décrite dans la norme ISO 5725 pour l'approche des différences critiques n'est pas approuvée en tant qu'approche car elle se concentre seulement sur une étude de validation des méthodes et non pas sur la manière dont la méthode est utilisée par la suite dans le laboratoire.

De nouvelles procédures pour l'estimation de l'incertitude de mesure sont en cours d'élaboration et, vu la situation changeante, de nouvelles recommandations seront formulées sur les procédures acceptables. Il est probable que des procédures seront mises au point, fondées sur les résultats, obtenus grâce à la participation, par exemple, à des programmes d'essais d'aptitude.

Les références concernant les procédures ci-dessus figurent à la section 10.

## **6. Aspects à prendre en considération lors de l'estimation de l'incertitude de mesure dans le contexte du Codex**

Quant à la procédure à utiliser pour examiner l'incertitude de mesure dans le contexte du Codex, il importe de reconnaître que le Codex a adopté plusieurs mesures officielles relatives à l'assurance de la qualité qui doivent être appliquées par les laboratoires de contrôle. En particulier, ces laboratoires doivent:

- être accrédités pour une norme internationalement reconnue (maintenant avec la norme ISO/IEC 17025); cette accréditation est facilitée par l'utilisation de procédures de contrôle interne de la qualité,
- participer à des essais d'aptitude, et
- utiliser des méthodes validées.

Il est essentiel que l'information fournie pour répondre à ces exigences soit utilisée par les laboratoires lorsqu'ils estiment leurs incertitudes de mesure, et ce afin d'éviter le travail inutile. Dans le Codex qui insiste particulièrement sur l'emploi de méthodes d'analyse pleinement « validées », c'est-à-dire des méthodes qui ont été validées par des essais interlaboratoires, l'information fournie par ces essais peut être utilisée dans de nombreuses situations.

En outre, l'information dérivée de procédures de contrôle interne de la qualité peut aussi être utilisée pour estimer les incertitudes dans certaines situations.

***Cette section souligne à nouveau que pour l'analyste il est important d'éviter un chevauchement des travaux.***

## **7 Valeurs des estimations de l'incertitude de mesure**

Les analystes n'approuvent pas toujours la fourniture d'informations sur les valeurs prévues des estimations de l'incertitude de mesure. Néanmoins, les utilisateurs de données analytiques et les clients des laboratoires produisant ces données demandent souvent des informations sur le niveau d'incertitude qui peut être attendue des résultats des tests. Ils craignent que certains laboratoires sous-estiment l'ampleur de leurs incertitudes et communiquent à leurs clients des incertitudes trop faibles peu réalistes.

Pour des analyses chimiques, en utilisant les valeurs de SR provenant d'essais interlaboratoires, il ne serait pas déraisonnable de prévoir que les incertitudes (élargies) signalées par les laboratoires soient de l'ordre suivant:

<b>Concentration</b>	<b>Incertainitude élargie</b>	<b>Fourchette de concentrations acceptables *</b>
100g/100g	4%	96 à 104g/100g
10g/100g	5%	9,5 à 10,5g/100g
1g/100g	8%	0,92 à 1,08g/100g
1g/kg	11%	0,89 à 1,11g/kg
100mg/kg	16%	84 à 116mg/kg
10mg/kg	22%	7,8 à 12,2mg/kg
1mg/kg	32%	0,68 à 1,32mg/kg
< 100µg/kg	44%	56 à 144µg/kg

\* cela signifie effectivement que les valeurs se situant dans ces fourchettes peuvent être considérées comme étant de la même catégorie analytique.

Pour les analyses microbiologiques, où il est fréquemment déclaré que des résultats compris dans la fourchette de +/- 0,5 unités logarithmiques sont acceptables, la fourchette des comptages effectifs à laquelle elle est égale est souvent beaucoup plus large que ce que les clients des données analytiques souhaitent avoir (ou demandent).

On peut s'attendre à ce que les incertitudes de mesure enregistrées par tous les laboratoires ne dépasseront pas la valeur de l'écart type de reproductibilité (SR) estimé à la concentration étudiée si le laboratoire est dans un « contrôle analytique ». Les laboratoires très expérimentés effectuant régulièrement toutes sortes d'analyses devraient obtenir des valeurs inférieures aux valeurs indiquées ci-dessus.

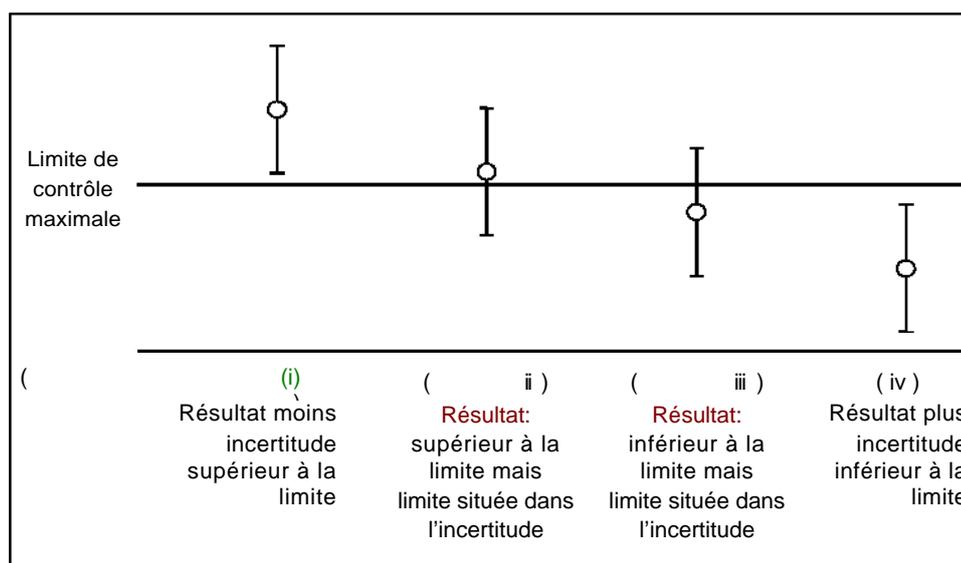
## 8 Importance de la section du Manuel de procédure intitulée : « Utilisation des résultats analytiques: plans d'échantillonnage, rapports entre les résultats analytiques, l'incertitude de mesure, les facteurs de récupération et les dispositions dans les normes Codex » (extrait du Manuel de procédure, dix-huitième édition)

La présente section entend montrer l'importance du texte adopté par le Codex en ce qui concerne l'incertitude de mesure et la récupération en particulier.

### 8.1 Incertitude de mesure

Une marge de tolérance doit être fixée pour l'incertitude de mesure lorsqu'on décide si un résultat analytique répond ou non à la spécification. Cette exigence peut ne pas s'appliquer dans des situations où il existe un danger direct pour la santé, par exemple dans le cas de pathogènes d'origine alimentaire. Cela signifie qu'il est important pour les comités du Codex s'occupant de produits, lors de l'établissement des spécifications, de reconnaître qu'il y a une différence entre la valeur numérique dans la spécification et la valeur numérique à laquelle la spécification sera appliquée. Pour simplifier, cette différence est égale à l'incertitude de mesure du résultat obtenu par le « laboratoire chargé de l'application ». Ainsi, lors de l'application d'une limite maximale, le laboratoire chargé de l'application (normalement l'importateur) devra déduire la valeur de l'incertitude de mesure avant de décider si l'échantillon répond à la spécification.

Le diagramme ci-dessous illustre parfaitement quatre situations différentes:



**Figure: Incertitude et limites de conformité**

#### Situation I

Le résultat analytique avec l'incertitude de mesure dépasse le niveau maximal. Toutes les autorités considéreront l'échantillon comme étant non conforme à la spécification.

#### Situation II

Le résultat analytique dépasse le niveau maximal de moins que l'incertitude de mesure. Certaines autorités auraient accepté l'échantillon comme étant conforme à la spécification, si elles prennent habituellement en compte l'incertitude de mesure. D'autres auraient ignoré l'incertitude de mesure et n'accepteraient donc pas l'échantillon. L'effet du texte accepté est que toutes les autorités accepteront le résultat comme étant conforme (c'est-à-dire que le résultat n'est pas non conforme « sans aucun doute possible »).

#### Situation III

Le résultat analytique est inférieur au niveau maximal de moins que l'incertitude de mesure. En général,

les autorités estimeront que l'échantillon est conforme à la spécification, mais seront probablement prudents avec les échantillons suivants.

#### ***Situation IV***

Le résultat analytique est inférieur à la valeur maximale d'une quantité dépassant l'incertitude de mesure. Toutes les autorités considéreront l'échantillon comme étant conforme sans aucune hésitation.

Il y a lieu de noter que la situation décrite ci-dessus devra être interprétée judicieusement dans certains cas. Néanmoins, le risque d'une protection insuffisante du consommateur peut être réduit par une sélection appropriée de la spécification – aussi est-il essentiel de se rendre compte qu'il importe de déduire l'incertitude de mesure découlant du résultat analytique avant d'évaluer la conformité.

#### **8.2 Récupération**

Les résultats analytiques seront exprimés sur une base corrigée pour la récupération, le cas échéant, et toute correction devra être signalée.

Lorsqu'un résultat a été corrigé pour la récupération, la méthode utilisée pour tenir compte de la récupération doit être indiquée. Le taux de récupération doit être signalé chaque fois que possible.

Lors de l'élaboration de normes, il conviendra d'indiquer si le résultat obtenu par une méthode utilisée pour l'analyse dans le cadre de contrôles de conformité sera donné ou non sur une base corrigée pour la récupération.

La Commission du Codex Alimentarius a adopté les Directives de l'IUPAC sur l'utilisation des informations sur la récupération par référence (voir CAC/GL 37-2001).

#### **9. Utilisation de l'incertitude de mesure et définition d'une situation litigieuse**

Il y aura litige lors de l'examen d'une spécification du Codex, qui est une valeur maximale, si l'exportateur assure que le produit est conforme à la spécification, normalement en tenant compte l'incertitude de mesure, et que l'importateur décide du contraire, même en tenant compte de l'incertitude de mesure, c'est-à-dire i.e.:

- le certificat d'exportation stipule que le résultat analytique auquel l'incertitude de mesure associée est ensuite ajoutée est inférieur à la spécification du Codex (c'est-à-dire «  $x + U$  » < L, où x est le résultat analytique indiqué, U est l'incertitude élargie et L est la spécification du Codex, qui est une limite maximale) et, dans ce cas, l'échantillon est conforme à la spécification du Codex, et
- le certificat d'importation stipule que le résultat analytique duquel l'incertitude de mesure associée est ensuite soustraite est supérieur à la spécification du Codex (c'est-à-dire «  $x - U$  » > L, où x est le résultat analytique indiqué, U est l'incertitude élargie et L est la spécification du Codex, qui est une limite maximale) et, dans ce cas, l'échantillon n'est pas conforme à la spécification du Codex.

Cela suppose que le laboratoire à l'importation soustraira l'incertitude de mesure, comme il est suggéré à la Section 4 ci-dessus de cette directive. Si la valeur après la déduction est encore supérieure à la spécification, on pourra conclure, **sans aucun doute possible**, que l'échantillon n'est pas conforme à la spécification.

Il est important que l'exportateur comprenne que pour être certain qu'un produit exporté répond à la spécification, il faut ajouter l'incertitude du résultat à la « valeur certifiée » obtenue par le producteur/exportateur, et que cette valeur soit inférieure à la spécification.

#### **10. Références utiles**

Plusieurs références sont énumérées ci-dessous [NB: il s'agit de références générales qui ont besoin d'être mises à jour.]

##### ***Guides pour l'estimation de l'incertitude de mesure***

Guide 98, Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM) ISO, Genève (1995).

Guide EURACHEM/CITAC – Quantifier l'incertitude dans les mesures analytiques (deuxième édition), Secrétariat EURACHEM, BAM, Berlin, 2000. Le guide peut être téléchargé gratuitement à l'adresse suivante: <http://www.eurachem.ul.pt/>

Analytical Methods Committee of the Royal Society of Chemistry "Uncertainty of Measurement -

Implications of its use in Analytical Science”, *Analyst*, 1995, **120 (9)**, 2303-2308.

ISO/TS 21748:2004 Lignes directrices relatives à l'utilisation d'estimations de la répétitivité, de la reproductibilité et de la justesse dans l'évaluation de l'incertitude de mesure, ISO, Genève (2004).

NIST Technical note 1297 (1994 Edition): “Guidelines for Evaluating and Expressing the Uncertainty of NIST Measurement Results”

NMKL Procedure No. 5, 2nd edition (2003): “Estimation and Expression of Measurement Uncertainty in Chemical Analysis”

UKAS (United Kingdom Accreditation Service) 2000 The Expression of Uncertainty in Testing Edition 1, UKAS Publication ref: LAB 12

Eurolab technical Report No. 1/2007. Measurement Uncertainty Revisited: Alternative Approaches to Uncertainty Evaluation. Peut être téléchargé gratuitement à l'adresse suivante [www.eurolab.org](http://www.eurolab.org)

Nordtest report TR 537. Handbook for Calculation of Measurement Uncertainty in Environmental Laboratories. Peut être téléchargé gratuitement à l'adresse suivante [www.nordtest.org](http://www.nordtest.org) (ce manuel est destiné aux analyses environnementales, mais les approches et les exemples présentés s'appliquent aux résultats des tests sur les produits d'alimentation humaine et animale)

### ***Procédures pour la validation des méthodes d'analyse et de la performance des méthodes***

“Precision of Test Methods”, Geneva, 1994, ISO 5725, les éditions précédentes ont été publiées en 1981 et en 1986. (pas adopté par le Codex).

“Protocole recommandé pour la conception, la conduite et l'interprétation des études de performance des méthodes”, éd. W. Horwitz, *Pure Appl. Chem.*, 1995, 67, 33 1-343. (adopté par le Codex).

Décision de la Commission européenne 2002/657/EC portant modalités d'application de la Directive du Conseil 96/23/EC en ce qui concerne les performances des méthodes d'analyse et l'interprétation des résultats, Journal officiel Commission européenne, L221 (2002) 8-36.

T.P.J. Linsinger, R.D. Josephs: Limitations of the application of the Horwitz

Validation of Chemical Analytical Methods. NMKL Procedure No 4, 3<sup>ème</sup> version, 2009

### ***Accréditation etc.***

ISO/IEC 17025:2005, Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais, ISO, Genève (2005).

EURACHEM Guidance Document No. 1/WELAC Guidance No. WGD 2: “Accreditation for Chemical Laboratories: Guidance on the Interpretation of the EN 45000 series of Standards and ISO/IEC Guide 25”

Z., Ben-David, H., Mates, A. 2001 Proficiency testing as tool for ISO 17025 implementation in National Public Health Laboratory: a mean for improving efficiency. *Accreditation & Quality Assurance*, **6**: 190-194

NMKL Procedure no. 3 (1996) “Control charts and control samples in the internal quality control in chemical food laboratories”

Örnemark, U., Boley, N., Saeed, K., van Berkel, P.M., Schmidt, R., Noble, M., Mäkinen, I., Keinänen, M., Uldall, A., Steensland, H., Van der Veen, A., Tholen, D. W., Golze, M., Christensen, J.M., De Bièvre, P., De Leer, W. B (ed). 2001

Proficiency testing in analytical chemistry, microbiology, and laboratory medicine – working group discussions on current status, problems, and future directions. *Accreditation & Quality Assurance*, **6**: 140-146.

### ***Conformité***

EURACHEM/CITAC Guide on the Use of uncertainty information in compliance assessment- EURACHEM Secretariat, BAM, Berlin, 2007. Le guide (en anglais) peut être téléchargé gratuitement à l'adresse suivante: <http://www.eurachem.ul.pt/>

### ***Terminologie***

ISO (Deuxième édition, 1993) VIM “Vocabulaire international des termes fondamentaux et généraux de métrologie”. Genève.

ISO Guide 99, Vocabulaire international des termes fondamentaux et généraux de métrologie, troisième édition, VIM3, ISO, Genève (2008).