

COMMISSION DU CODEX ALIMENTARIUS



Organisation des Nations
Unies pour l'alimentation
et l'agriculture



Organisation
mondiale de la Santé

Viale delle Terme di Caracalla, 00153 Rome, Italy - Tel: (+39) 06 57051 - Fax: (+39) 06 5705 4593 - E-mail: codex@fao.org - www.codexalimentarius.net

CX 4/50

CL 2010/49-MAS
Septembre 2010

AUX: Points de contact du Codex
Organisations internationales intéressées

DU: Secrétariat, Commission du Codex Alimentarius
Programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires
FAO, 00153 Rome (Italie)

OBJET: **Projet de Directives révisées sur l'incertitude de mesure (à l'étape 6)**

DATE LIMITE: **30 décembre 2010**

OBSERVATIONS:

A adresser à:

Secrétariat
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
codex@fao.org

Avec copie à:

Hungarian Codex Contact Point
Hungarian Food Safety Office
H-1097 Gyáli út 2-6. Budapest Hungary
Fax: +36 1 387 94 00
e-mail: HU_CodexCP@mebih.gov.hu

La 31^{ème} session du Comité sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage a examiné l'Avant-projet de Directives révisées sur l'incertitude de mesure (CAC/GL 54-2004) et est convenue de les avancer à l'étape 5 (ALINORM 10/32/23, Annexe IV).

La 33^{ème} session de la Commission a adopté le Projet de Directives à l'étape 5 (ALINORM 10/33/REP, par. 62 et Annexe IV).

Le Projet de Directives est distribué par la présente pour observations à l'étape 6 et examen par la 32^{ème} session du Comité sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage, Budapest (Hongrie), 7-11 mars 2011.

Les gouvernements et organisations internationales souhaitant présenter des observations sont invités à le faire par écrit, de préférence par courrier électronique, aux adresses ci-dessus, **avant le 30 décembre 2010.**

PROJET DE RÉVISION DES DIRECTIVES SUR L'INCERTITUDE DE MESURE
Notes explicatives pour les Directives Codex sur l'incertitude de mesure
A inclure en tant qu'annexe aux Directives sur l'incertitude de mesure (CAC/GL 54-2004)
(A l'étape 6 de la procédure)

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/IEC 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 (CAC/GL 27-1997) qui exigent que les laboratoires intéressés à l'importation/exportation de denrées alimentaires se conforment aux critères généraux énoncés dans ISO/IEC 17025). 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 est-elle due à la fois à l'échantillonnage et à l'analyse?

L'incertitude de mesure s'applique à l'ensemble du processus de mesure. Toutefois les présentes orientations concernent uniquement l'incertitude de mesure de l'analyse.

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

L'incertitude des résultats des tests est l'un des facteurs qui permet d'évaluer la conformité aux normes. L'incertitude de mesure n'est pas associée à une méthode, mais les valeurs obtenues au cours de la validation et/ou du contrôle de qualité d'une méthode peuvent être utilisées pour estimer l'incertitude d'un résultat dans certaines situations. La différenciation entre l'incertitude de mesure associée au résultat et la précision obtenue durant la validation de la méthode n'est pas toujours prise en compte. En conséquence, la précision démontrée pour une méthode validée (l'écart type de répétabilité et de reproductibilité) ne peut pas être utilisée comme la seule estimation de la mesure d'incertitude sans qualification. En particulier, d'autres facteurs comme l'incertitude associée au biais, à l'effet de la matrice et à 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.

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.

Les Directives du Codex pour l'évaluation des compétences des laboratoires d'essais chargés du contrôle des importations et des exportations de denrées alimentaires (CAC/GL 27-1997) prescrivent d'utiliser des méthodes validées et il est habituellement plus rentable d'utiliser des données provenant des études pour la validation des méthodes et non pas une autre approche (c'est-à-dire l'approche composante par composante).

Les utilisateurs de données de validation devraient noter que les sources d'incertitude qui ne sont pas prises en compte dans les études de validation sont notamment:

- l'échantillonnage
- le prétraitement
- le biais de la méthode
- les variations des conditions
- les modifications de la matrice de l'échantillon

Pour des méthodes utilisées dans leurs domaines d'application spécifique, lorsque l'étape d'examen a montré que toutes les sources identifiées ont 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 S_R , ajusté si nécessaire en fonction de la concentration, peut être utilisé comme incertitude type composée.

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.

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

Il importe que l'estimation de l'incertitude de mesure qui est exigée n'impose pas une charge de travail supplémentaire inutile aux laboratoires.

Quant à la procédure à utiliser pour estimer 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 en conformité avec une norme internationalement reconnue (maintenant avec la norme ISO/IEC 17025:2005); cette conformité 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 un travail inutile. Dans le Codex qui insiste particulièrement sur l'emploi de méthodes d'analyse « 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 attendu 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 s_R provenant d'essais interlaboratoires, il ne serait pas déraisonnable de prévoir que les incertitudes (élargies) signalées par les laboratoires soient de l'ordre suivant:

Concentration nominale	Incertaince élargie type	Fourchette de concentrations prévue *
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%	0,56 x concentration à 1,44 x concentration µg/kg

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

On peut s'attendre à ce que les incertitudes de mesure communiquées par tous les laboratoires ne dépasseront pas la valeur de s_R 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. Rapports entre les résultats analytiques, l'incertitude de mesure et les facteurs de récupération

La présente section entend montrer l'importance des résultats d'analyse et de l'incertitude de mesure et de la récupération qui y sont associées.

8.1 Incertitude de mesure

Il importe de prendre en compte l'incertitude de mesure lorsqu'il s'agit de décider si un échantillon répond à la spécification. Cette exigence peut ne pas s'appliquer dans des situations où il existe un danger direct pour la santé. L'importance d'une telle exigence est illustrée dans le diagramme ci-après qui prend l'exemple du cas le plus simple où les décisions sont prises en fonction d'un échantillon pour essai unique.

Dans l'exemple présenté ici le résultat du test est comparé à la spécification concernant un niveau maximal.

Situation I

Le résultat analytique avec l'incertitude de mesure dépasse le niveau maximal. Le résultat indique que l'analyte mesuré dans le lot ayant fait l'objet d'échantillonnage dépasse la spécification.

Situation II

Le résultat analytique dépasse le niveau maximal de moins que l'incertitude de mesure avec le point extrême inférieur de l'incertitude de mesure inférieur au niveau maximal.

Situation III

Le résultat analytique est inférieur au niveau maximal mais avec le point extrême supérieur de l'incertitude de mesure supérieur à ce niveau.

Situation IV

Le résultat analytique lié à l'incertitude de mesure élargie est inférieur au niveau maximal.

Ce diagramme montre qu'il est important de définir des directives précises pour permettre une interprétation sans équivoque des résultats analytiques au regard des incertitudes de mesure.

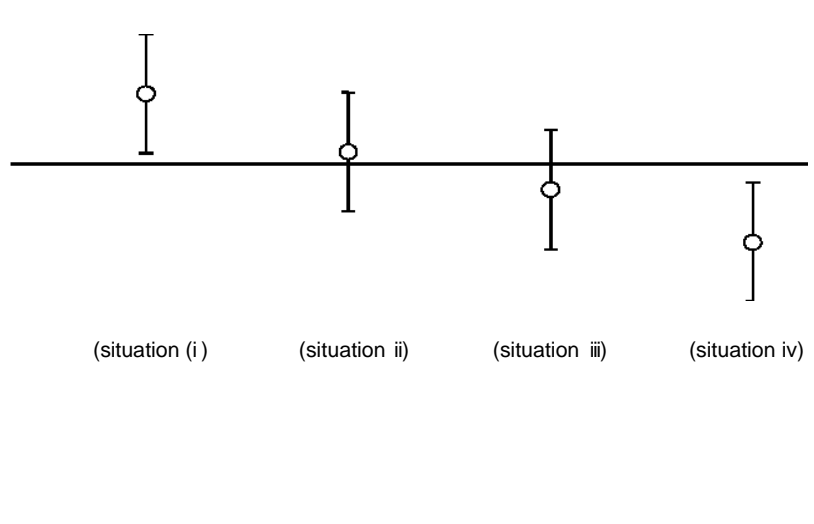
8.2 Récupération

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).

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.

9 Références utiles

Ces références ne sont pas entérinées par le Codex à moins qu'elles ne soient spécifiées dans d'autres directives du Codex.

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

Nordtest report TR 537. Handbook for Calculation of Measurement Uncertainty in Environmental Laboratories. Peut être téléchargé gratuitement à l’adresse suivante 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, *Trends Anal Chem* 25 (2006) 11, 1125 - 1130

Validation of Chemical Analytical Methods. NMKL Procedure No 4, 3^{ème} 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).