



**PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES
COMITÉ DU CODEX SUR LES MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE**

**Trente-huitième session
Budapest (Hongrie), 8-26 mai 2017**

**PROPOSITION D'AMENDEMENT DES DIRECTIVES SUR L'INCERTITUDE DE MESURE (CAC/GL
54-2004)**

Rapport du groupe de travail électronique

Informations générales

1. Lors de sa trente-septième session, le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage a décidé de former un groupe de travail électronique dont le mandat reprend les suggestions du document de séance CRD 26:

Identifier les domaines où des améliorations et des amendements peuvent être apportés aux *Directives sur l'incertitude de mesure (CAC/GL 54-2004)*.

Incorporer, si nécessaire, des recommandations de procédures permettant de déterminer l'incertitude des résultats de mesure, y compris le sous-échantillonnage, le traitement et l'analyse des échantillons dans le document CAC/GL 54-2004.

Éviter tous les doubles emplois avec les *Directives pour l'estimation de l'incertitude des résultats (CAC/GL 59-2006)*.

2. Le groupe de travail électronique rassemblait plus de 70 membres issus de diverses disciplines et forts d'une riche expérience dans le domaine analytique. La liste des participants figure à l'annexe II du présent document.

3. La présentation prématurée d'un projet de directives 54 révisées avant de cerner les domaines à améliorer a suscité des réserves. Cependant, à la trente-troisième session du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage de 2010, ces amendements avaient déjà été largement débattus, c'est pourquoi il pourrait être plus efficace et plus rapide de présenter un projet de directives révisées pouvant servir de base pour définir les améliorations possibles et tenir compte des discussions de 2010¹.

4. Conformément aux délibérations de la dernière session du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage, et afin que les directives 54 soient aussi simples que possible:

- Les redondances contenues dans la section «Notes explicatives» ont été éliminées, et les informations sont désormais incluses dans le texte principal.
- Comme le préconise le document de séance CRD 26² issu de la dernière session, un nouveau chapitre présentant les procédures recommandées pour déterminer l'incertitude des résultats de mesure a été introduit.
- Les exemples ont été revus afin de les aligner parfaitement sur les normes et les directives internationales citées.
- Le tableau qui présente les valeurs prévues des estimations de l'incertitude de mesure est désormais en harmonie avec le Manuel de procédure du Codex (section II, chapitre 1.3).

5. Outre ces changements, l'ensemble des aspects d'importance générale concernant l'incertitude de mesure contenus dans les directives 54 initiales sont maintenus dans le présent avant-projet (annexe I). Il était néanmoins nécessaire d'apporter des éclaircissements quant au rôle important de l'incertitude de mesure sur les plans d'échantillonnage, et donc sur la procédure d'évaluation des lots, et quant à son poids dans l'évaluation de la conformité d'un échantillon d'essai analytique donné.

¹ ALINORM 10/33/23

² Le document de séance 26 est disponible [ici](#).

6. Le présent projet de directives 54 révisées fournit donc des explications relatives à l'influence de l'incertitude de mesure sur les plans d'échantillonnage ainsi qu'aux décisions correspondantes visant la conformité des lots. Il comporte également des liens vers les normes ISO sur l'échantillonnage concernées.

Discussion du groupe de travail électronique

7. Le groupe de travail électronique a formulé douze rétroactions comportant des suggestions d'améliorations et d'amendements, et une seule rétroaction refusant une modification importante. Cette dernière rétroaction faisait valoir que le projet de directives révisées incorporant des procédures pour déterminer l'incertitude de mesure était trop exhaustif, et qu'il fallait que les directives soient facilement comprises par les acteurs qui discutent et acceptent les spécifications du Codex, et qui doivent donc comprendre les conséquences du texte sur l'acceptation des échantillons.

8. Voici les aspects de CAC/GL 54-2004 visés par des propositions d'améliorations et d'amendements ainsi que les recommandations et les passages correspondant dans l'avant-projet de directives révisées:

- La partie principale des directives 54 initiales (actuelles) est composée de trois sections: introduction, terminologie et recommandations, des notes explicatives étant fournies en annexe pour fournir de plus amples renseignements. Dans le but d'éviter les redondances, la structure de l'avant-projet diffère de la version originale.
- Il conviendrait d'examiner quelle structure est la plus facile à utiliser. Des réserves ont été émises concernant la mise en œuvre des procédures pratiques permettant d'estimer l'incertitude de mesure (section 4).
 - On pourrait également s'interroger sur la pertinence d'adapter les directives 54 à un usage pratique, comme c'est le cas des *Directives générales sur l'échantillonnage* (CAC/GL 50 – 2004) s'agissant des plans d'échantillonnage, ou de CAC/GL 59 s'agissant de l'incertitude de mesure des analyses de pesticides, et donc de se limiter ou non à des considérations générales. Il serait également envisageable de présenter séparément les aspects théoriques et pratiques, respectivement dans les directives et un document d'information y afférent.
- Certains membres du groupe de travail électronique ont exigé des exemples pratiques de calcul de l'incertitude de mesure dans des cas particuliers.
 - Cependant, de tels exemples nécessiteraient beaucoup d'espace, ce qui irait à l'encontre de la volonté de maintenir les directives 54 aussi simples que possible. Globalement, il faudrait débattre de la nécessité réelle de démontrer les calculs, étant supposé que les laboratoires concernés jouissent d'une expérience importante dans l'application de formules.
- Les raisons justifiant l'estimation de l'incertitude de mesure doivent être clarifiées.
 - Comme indiqué dans les premier et septième paragraphes d'introduction des directives 54, du point de vue légal, cette estimation est exigée par la norme ISO 17025, et sur le plan pratique, elle est motivée par la nécessité d'évaluer un échantillon d'essai avec un niveau de confiance raisonnable.
- Il a été souligné que dans les situations ii et iii de la figure 1, la procédure d'utilisation de l'incertitude de mesure suggérée pour évaluer un échantillon peut aboutir à l'acceptation d'échantillons dont les valeurs vraies excèdent la limite maximale.
 - Le cas échéant, étant donné «l'hypothèse nulle» de conformité qui est posée, la probabilité de non-conformité est inférieure aux 95 pour cent requis (avant-dernier paragraphe du chapitre 1).
- Il a été suggéré de déterminer les avantages et les inconvénients de chaque procédure permettant d'estimer l'incertitude de mesure.
 - Il incombe à chaque laboratoire de choisir une procédure en fonction du personnel, des ressources financières et du temps dont il dispose. Comme le stipule le paragraphe 1 de la section 4, il n'y a pas de «hiérarchie» entre les procédures.
- Faudrait-il estimer l'incertitude de mesure pour chaque combinaison matrice/méthode d'essai?
 - Les considérations relatives aux différentes matrices sont abordées dans la section 4.1.2.

- La différence entre l'évaluation de la conformité et l'échantillonnage d'acceptation ainsi que l'influence de l'incertitude de mesure sur les plans d'échantillonnage doivent être clarifiées.
 - Les paragraphes 2-4 de la section 1 apportent des éclaircissements à cet égard et mentionnent les normes ISO concernées.
- Les différents types de méthodes d'analyse doivent être harmonisés avec le Manuel de procédure du Codex.
 - Lorsque cela était pertinent, les types de méthodes du Codex analogues ont été ajoutés entre parenthèses.
- Des réserves ont visé les valeurs prévues des estimations de l'incertitude de mesure fondées sur l'équation de Horwitz - Thompson (section 6).
 - La question de la cohérence vis-à-vis du Manuel de procédure du Codex a été soulevée.
- Il a été demandé d'examiner les méthodes microbiologiques.
 - Conformément aux conclusions de la trente-septième session du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (les méthodes microbiologiques ne sont pas du ressort du Comité), l'estimation de l'incertitude de mesure dans le cas des méthodes microbiologiques n'a pas été incluse.
- Plusieurs recommandations et corrections ont été proposées sur les plans technique et éditorial.
 - La majorité d'entre elles ont été prises en compte.

Enfin, dans l'optique d'obtenir une procédure plus approfondie axée sur la cible, le groupe de travail électronique recommande de prendre la mesure concrète suivante sur la base de l'avant-projet de directives 54 révisées.

Recommandation

Sur la base du résumé précédent et de l'avant-projet de directives révisées (annexe I), le Comité est invité à examiner la pertinence de travaux sur la révision des *Directives sur l'incertitude de mesure* (directives 54).

Annexe I

Avant-projet de Directives révisées sur l'incertitude de mesure (CAC/GL 54-2004)
(pour information)

1. Introduction:

Conformément à la norme ISO/IEC 17025:2005 (1) que le Codex a adoptée à titre de référence, les laboratoires d'essai sont tenus d'établir et de suivre des procédures pour déterminer l'incertitude de mesure. Il faut que les rapports d'essai comportent des informations sur l'incertitude de la mesure quand celle-ci est importante pour la validité ou l'application des résultats d'essai, quand les instructions du client l'exigent ou quand l'incertitude joue sur la satisfaction d'une limite de spécification. La Commission du Codex Alimentarius a mis au point les *Directives pour l'évaluation de la compétence des laboratoires d'essais chargés du contrôle des importations et des exportations de denrées alimentaires CAC/GL 27-1997*, aux termes desquelles les laboratoires qui jouent un rôle dans l'importation et l'exportation d'aliments doivent satisfaire les critères généraux énoncés dans l'ISO/IEC 17025.

Il ne devrait pas y avoir de confusion entre les activités d'évaluation de la conformité et l'échantillonnage d'acceptation. L'incertitude de mesure est bien une grandeur pertinente en métrologie, domaine dans lequel il est nécessaire de poser l'«hypothèse nulle» de conformité. Cependant, en soi l'incertitude de mesure ne se rapporte qu'à l'incertitude des résultats obtenus pour un échantillon dans un laboratoire donné. Elle ne rend donc pas compte de l'incertitude associée à l'échantillonnage d'un lot de produits.

De même, pour les estimations quantitatives sur des échantillons d'essai, en cas de contrôle par variables et de contrôle par attributs (s'ils dépendent des résultats d'estimations quantitatives), l'acceptation d'un lot repose sur les critères des plans d'échantillonnage correspondants.

Cela étant, si l'incertitude de mesure se révèle non négligeable, voire dominante, par rapport à l'incertitude de l'échantillonnage (ce qu'il convient de prouver simplement en estimant l'incertitude de mesure), en cas de contrôle par attributs (qui dépendent d'estimations quantitatives), elle pèse effectivement sur la décision relative à la satisfaction de la spécification, c'est-à-dire sur le critère de rejet/d'acceptation (ISO 2859-1/-2 (2,3)). S'agissant du contrôle par variables, l'incertitude de mesure joue sur la taille de l'échantillonnage (ISO 3951-2, Annexe P (4) ou ISO 10725, Annexe B (5)).

On peut considérer l'incertitude de mesure comme la variabilité qui encadre le résultat présenté pour un échantillon d'essai, établissant ainsi la fourchette dans laquelle la valeur «vraie» de cet échantillon devrait se trouver, selon une probabilité raisonnable.

Ainsi, comme l'indiquent les directives, la majeure partie des résultats d'analyses quantitatives sont communiqués sous la forme « $a \pm U$ », où « a » est la valeur estimée du mesurande et « U » l'incertitude élargie à un niveau de confiance de 95 pour cent.

Il importe de tenir compte de l'incertitude de mesure pour décider si un échantillon d'essai répond ou non à la spécification.

Un exemple présenté dans le diagramme de la Figure 1 souligne cette importance: il illustre le cas le plus simple, dans lequel les décisions reposent sur un échantillon d'essai unique.

Dans l'exemple ici fourni, le résultat d'essai est comparé à une spécification, en l'occurrence une limite maximale. Il illustre comment le concept d'incertitude de mesure peut être pris en compte dans l'interprétation des résultats d'analyse d'un échantillon d'essai.

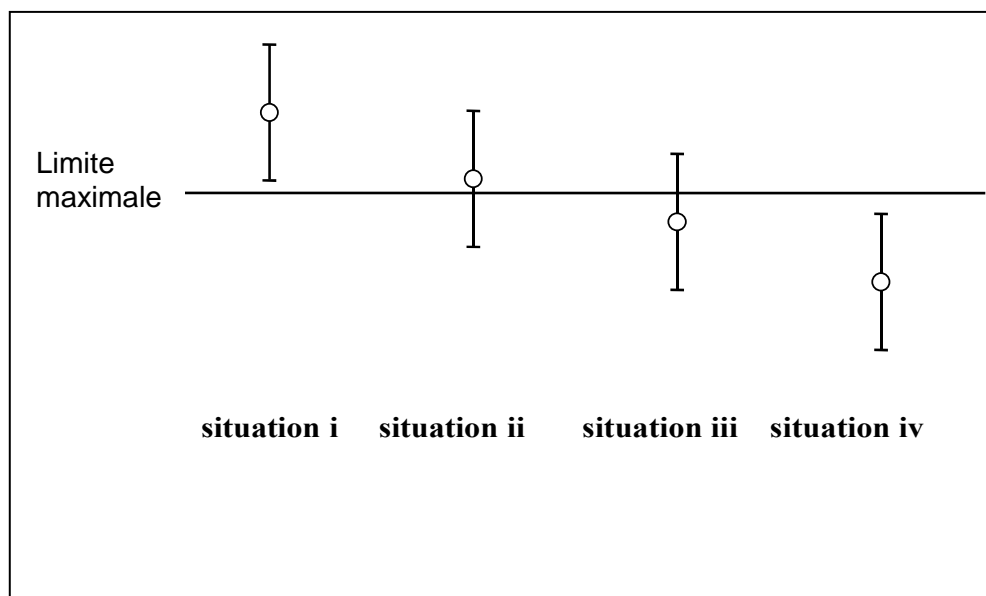


Figure 1: Comparaison de résultats d'essai avec une limite maximale en tenant compte de l'incertitude de mesure élargie

Situation i

Le résultat d'analyse moins l'incertitude de mesure élargie est supérieur à la limite maximale. Le résultat indique que l'analyte mesuré dans l'échantillon d'essai excède la limite de spécification.

Situation ii

Le résultat d'analyse dépasse la limite maximale, mais ce dépassement est inférieur à l'incertitude de mesure élargie.

Situation iii

Le résultat d'analyse est en deçà de la limite maximale, mais la différence est inférieure à l'incertitude de mesure élargie.

Situation iv

Le résultat d'analyse est en deçà de la limite maximale, et la différence est supérieure à l'incertitude de mesure élargie.

Dans les situations ii et iii, la procédure d'utilisation de l'incertitude de mesure suggérée pour évaluer un échantillon peut manifestement entraîner la validation d'échantillons dont les valeurs vraies excèdent la limite maximale. Toutefois, étant donné l'«hypothèse nulle» de conformité, la probabilité de la non-conformité est inférieure aux 95 pour cent requis.

Les implications des situations i à iii s'agissant de vérifier le respect des LMR sont discutées en détail dans les *Directives pour l'estimation de l'incertitude des résultats* (CAC/GL 59-2006).

2. Définition:

Voici la définition internationale de l'incertitude de mesure:

«paramètre non négatif qui caractérise la dispersion des valeurs attribuées à un mesurande, à partir des informations utilisées» (6).

NOTES:

108. Le paramètre peut être, par exemple, un écart type (ou un de ses multiples donnés), ou la demi-étendue d'un intervalle ayant un niveau de confiance déterminé.
109. En général, l'incertitude de mesure inclut de nombreuses composantes. Certaines de ces composantes peuvent être évaluées à partir de la distribution statistique des résultats d'une série de mesures et caractérisées par des écarts types. Les autres composantes, qui peuvent aussi être caractérisées par des écarts types, sont évaluées à partir de fonctions de densité de probabilité présumées fondées sur l'expérience ou d'autres informations.

110. On sous-entend que toutes les composantes de l'incertitude, y compris celles qui découlent d'effets systémiques (biais), comme les composantes associées aux corrections et aux étalons de référence, contribuent à la dispersion.

3. Recommandations d'ordre général:

1. Un laboratoire d'essai est tenu d'établir et de suivre des procédures pour déterminer l'incertitude de mesure (ISO/IEC 17025).
2. L'incertitude de mesure d'un résultat d'analyse peut être estimée au moyen de diverses procédures, notamment celles décrites dans les documents JCGM (GUM) (7) et EURACHEM (8). Ces documents recommandent des procédures fondées sur l'approche composante par composante ainsi que les données concernant la validation des méthodes, le contrôle interne de la qualité et les essais d'aptitude. Dans de nombreux cas, l'incertitude totale peut être déterminée par une étude interlaboratoires (collective) menée par un certain nombre de laboratoires sur un certain nombre de matrices en appliquant les protocoles IUPAC/ISO/AOAC INTERNATIONAL (9) ou ISO 5725 (10-13) et/ou le guide correspondant de la norme ISO 21748 (14).
3. L'incertitude de mesure et son niveau de confiance seront communiqués, sur demande, à l'utilisateur (client) des résultats (ISO/IEC 17025, Paragraphe 5.4.6).

4. Procédures recommandées pour déterminer l'incertitude de mesure:

Il existe de nombreuses procédures permettant d'estimer l'incertitude de mesure d'un résultat. Les directives du Codex ne préconisent pas d'approche particulière; quelle que soit l'approche adoptée, il importe néanmoins que la procédure soit crédible sur le plan scientifique. 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.

En général, les procédures s'appuient sur une approche composante par composante (approche ascendante) ou sur une approche descendante à l'aide de données d'essais collectifs, d'études d'aptitude, d'études de validation ou d'échantillons de contrôle de qualité intralaboratoire, ou une combinaison de ces données.

Il convient donc de considérer les procédures permettant d'estimer l'incertitude de mesure qui suivent comme des exemples pratiques, applicables dans bon nombre de situations quotidiennes. Afin que les deux partenaires commerciaux acceptent les résultats, les concepts s'appuient strictement sur les directives et les normes recommandées à l'échelle internationale (JCGM 100:2008: Évaluation des données de mesure — Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM), Guide EURACHEM / CITAC CG 4: Quantifier l'incertitude dans les mesures analytiques et protocoles ISO).

Il est impossible de présenter des exemples pour tous les cas, si bien que certaines situations sont susceptibles d'appeler des procédures rationnelles différentes, sur la base d'accords. Par ailleurs, ces exemples ne sont pas pertinents lorsqu'il existe des dispositions légales ou d'autres directives acceptées sur le plan international qui exigent l'application de règles spécifiques pour estimer l'incertitude de mesure (par exemple l'équation empirique de Horwitz). Concernant en particulier les résidus de pesticide, les procédures respectent les dispositions des *Directives pour l'estimation de l'incertitude des résultats* (CAC/GL 59-2006).

Dans l'optique d'embrasser le plus de situations analytiques possible, les procédures ici proposées sont détaillées par catégorie de méthode d'analyse (méthodes internes ou normalisées). Si le présent document n'aborde ni les plans d'expérience multifactoriels analysés par ANOVA, ni la propagation de distributions par une méthode de Monte Carlo, des références sont fournies à cet égard dans la bibliographie (15-18).

L'incertitude de mesure est l'un des paramètres d'un résultat d'analyse. Elle découle des données de précision de la méthode, en tenant compte des étapes de l'analyse, parmi lesquelles peuvent figurer le sous-échantillonnage, le traitement des échantillons et l'analyse instrumentale. Les composantes de l'incertitude sont combinées conformément aux règles de propagation de l'erreur. Fondamentalement, il est possible de combiner N incertitudes types $s_{1...N}$ (ou les écarts types relatifs, c'est-à-dire les coefficients de variation $cv_{1...N}$) des évaluations, qui reposent soit sur l'analyse statistique de séries d'observations expérimentales sur au moins une composante du processus analytique, soit sur un ensemble de données comparativement fiables, pour obtenir l'incertitude type composée u (ou l'incertitude type composée relative u_{rel}) (GUM 5.1.2, 5.1.5, 5.1.6):

$$u = \sqrt{s_1^2 + s_2^2 + \dots + s_N^2} \quad \text{ou} \quad u_{rel} = \sqrt{cv_1^2 + cv_2^2 + \dots + cv_N^2} \quad *)$$

*) Les formules renvoient aux mesurandes résultant de la somme et/ou de la différence des paramètres (à gauche) ou du produit et/ou du quotient des paramètres (à droite). Dans la mesure où, en pratique, la plupart des mesurandes analytiques découlent de formules comprenant des produits et des quotients, c'est la seconde formule ici indiquée qui sera utilisée dans la suite du présent document. À des fins de simplicité, on considère que les paramètres sont non corrélés.

Cela présente un avantage pratique: les données de précision issues d'un essai interlaboratoires ou mené par un laboratoire unique afin de valider une méthode (après avoir démontré l'aptitude aux fins recherchées de ce laboratoire d'essai particulier en vérifiant les données de précision) peuvent ainsi être intégrées à l'équation.

Les procédures qui suivent sont classées par catégorie de méthode d'analyse:

4.1. Méthodes normalisées

4.1.1 Méthodes-critère

4.1.2 Méthodes rationnelles (méthodes de référence)

4.2. Méthodes validées par un laboratoire unique (méthodes de remplacement approuvées)

4.2.1 Méthodes établies

4.2.1.1 Association de la précision de répétabilité de chaque étape unique de l'analyse

4.2.1.2 Précision estimée par une série d'analyses

4.2.1.2.1 Approche des ISO 5725-2 et 5725-3

4.2.1.2.2 Approche par duplication

4.2.2. Méthodes *ad hoc*

4.1. Méthodes normalisées

S'agissant des méthodes normalisées, l'incertitude est établie au moyen d'une validation appropriée qui comprend les données de précision. Ces données sont typiquement issues de vastes essais de validation interlaboratoires, principalement réalisés conformément aux documents suivants: IUPAC/ISO/AOAC International Harmonized Guideline, ISO 5725-6 ou AOAC International Guidelines for Collaborative Study Procedures to Validate Characteristics of a Method of Analysis (19). L'un des postulats fondamentaux de l'ISO 5725-1 est que dans le cas d'une méthode de mesure normalisée, la répétabilité sera, du moins approximativement, la même pour tous les laboratoires qui mettent en œuvre la procédure standard, permettant ainsi d'établir un écart type de la répétabilité moyen commun s_r applicable dans chacun d'eux. Néanmoins, chaque laboratoire est tenu de vérifier que cet écart type de la répétabilité moyen est applicable sous certaines conditions, en effectuant une série de mesures en conditions de répétabilité (ISO 5725-6). L'écart type de la reproductibilité s_R de la méthode normalisée s'obtient en combinant s_r et l'écart type interlaboratoires s_L (ISO 5725-2).

4.1.1 Méthodes-critère

Les méthodes-critère permettent d'obtenir une comparabilité entre les laboratoires en analysant le même matériau sans intention d'aboutir à une valeur absolue de la quantité réelle de l'analyte présent. Par convention, on ignore les corrections liées aux biais de la méthode ou aux effets de matrice. S'agissant d'une méthode-critère pour laquelle on dispose des données d'un essai collectif, il est au minimum nécessaire d'évaluer la répétabilité au sein d'un laboratoire donné et de démontrer qu'elle est comparable au s_r prévu par l'essai interlaboratoires et documenté dans la méthode, autrement dit que l'écart type de la répétabilité est inférieur ou égal à ce s_r (EURACHEM, exemple A6). On exclut *a priori* la contribution de biais, c'est pourquoi il convient d'employer les valeurs de l'écart type relatif de la reproductibilité (soit le coefficient de variation) CV_R issues d'un essai collectif ou d'une méthode publiée en guise d'incertitude type relative u_{rel} dans la gamme de concentrations d'analytes étudiée (EURACHEM 7.6.3).

Les essais collectifs fournissent un matériau homogénéisé majoritairement stabilisé, et n'abordent donc pas les étapes de préparation (comme le broyage ou le séchage). C'est pourquoi les contributions à l'incertitude associées à ces étapes de l'analyse doivent être ajoutées (EURACHEM 7.6.1), à condition que cette contribution soit significative (c'est-à-dire $> 1/3$ du CV_R (EURACHEM 7.2.2)).

Quand l'hétérogénéité des échantillons de laboratoire est significative, il convient de prendre en compte la contribution à l'incertitude du sous-échantillonnage. La signification de cette hétérogénéité peut être évaluée grâce à une méthode de vérification comme celle fournie dans l'annexe B de l'ISO 13528 (20), en comparant l'écart type relatif entre les sous-échantillons cv_s avec l'écart type issu de l'évaluation de l'aptitude CV_σ (σ sert à estimer les scores z) de la méthode normalisée. Un échantillon du laboratoire est jugé suffisamment homogène si $cv_s \leq 0,3 CV_\sigma$.

L'écart type entre les sous-échantillons s_s peut être déterminé grâce à la procédure indiquée dans l'annexe B1 de l'ISO 13528 en appliquant la formule donnée dans l'annexe B3 de cette même norme. L'essai par duplication livre également des informations sur la contribution à l'incertitude de la procédure de préparation physique:

Choisir aléatoirement un nombre g (supérieur ou égal à dix) de sous-échantillons à partir de l'échantillon du laboratoire.

- Préparer deux portions d'essai de chaque sous-échantillon en appliquant les techniques qui conviennent pour le matériau analysé afin de minimiser les différences entre les portions.
- Effectuer une prise de mesure sur chacune des 2 g portions, dans un ordre aléatoire, en réalisant l'ensemble des mesures en conditions de répétabilité.
- Calculer la moyenne générale $\bar{\bar{x}}$

$$\bar{\bar{x}} = \frac{\sum_{t=1}^g \bar{x}_t}{g} \quad \text{où} \quad \bar{x}_t = \frac{x_{t,1} + x_{t,2}}{2}$$

- Établir l'écart type s_x des moyennes des échantillons

$$s_x = \sqrt{\frac{\sum_{t=1}^g (\bar{x}_t - \bar{\bar{x}})^2}{g - 1}}$$

- Déterminer l'écart type pour chaque sous-échantillon s_w , qui mesure l'incertitude associée à la préparation physique

$$s_w = \sqrt{\frac{\sum_{t=1}^g w_t^2}{2g}} \quad \text{où} \quad w_t = |x_{t,1} - x_{t,2}|$$

- Calculer l'écart type relatif entre les sous-échantillons s_s en appliquant un facteur $\frac{1}{2}$ à s_w , car la moyenne utilisée correspond à des analyses dupliquées

$$s_s = \sqrt{s_x^2 - \frac{s_w^2}{2}}$$

- En déduire l'écart type relatif d'hétérogénéité de l'échantillon

$$cv_s = \frac{s_s}{\bar{\bar{x}}}$$

Si l'hétérogénéité de l'échantillon n'est pas significative ($cv_s > 0.3 CV_\sigma$), l'incertitude type relative u_{rel} est calculée comme suit:

$$u_{rel} = \sqrt{cv_R^2 + cv_s^2}$$

En tenant compte de la contribution à l'incertitude de la préparation de l'échantillon (l'écart type est divisé par $\sqrt{2}$ afin de corriger l'écart type des différences par paires et d'obtenir l'incertitude type de chaque valeur),

$$cv_p = \frac{1}{\sqrt{2}} \frac{s_w}{\bar{x}}$$

Et l'incertitude type relative u_{rel} s'obtient ainsi:

$$u_{rel} = \sqrt{cv_R^2 + cv_S^2 + cv_P^2}$$

Remarque: Il est possible d'intégrer l'effet des différences entre les sous-échantillons dues à l'hétérogénéité ou à la variabilité de la préparation sous forme de facteurs distribués autour de 1 dans les formules de calcul du résultat d'analyse (EURACHEM A4.3).

4.1.2 Méthodes rationnelles (méthodes de référence)

Dans le cas des méthodes normalisées rationnelles, la justesse constitue un problème dont il faut tenir compte dans l'estimation de l'incertitude de mesure. La procédure actuelle vaut pour les cas exempts de biais, ce qu'il convient néanmoins de prouver en réalisant les expériences de récupération appropriées. De nombreuses méthodes normalisées rationnelles sont accompagnées de matériaux de référence certifiés. Il est également possible d'introduire une quantité connue d'analyte dans les échantillons (avec une préférence pour les matrices qui ne contiennent pas l'analyte), en conservant à l'esprit que la substance se comporte différemment si elle est naturellement présente ou introduite artificiellement.

La première étape consiste à mener n expériences de récupération à partir de matériau de référence certifié ou de matériau homogénéisé dans lequel l'analyte a été introduit (p.ex. en scindant les échantillons homogénéisés puis en ajoutant l'analyte à l'une des portions): on peut alors déterminer le biais moyen du laboratoire \bar{b} à partir de la concentration de référence x_{ref} , des concentrations d'analyte obtenues x_i et du biais b_i

$$\bar{b} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n b_i \quad \text{où} \quad b_i = x_i - x_{ref}$$

Ensuite, ce biais moyen est comparé à l'incertitude type u à la concentration de référence (en multipliant u_{rel} par la concentration de l'analyte) associée à l'incertitude certifiée du matériau de référence ou à l'incertitude obtenue par voie expérimentale à partir du matériau inoculé avec l'analyte et estimée au moyen d'essais de l'homogénéité u_{ref} (voir 4.1.1). Le biais du laboratoire peut être négligé si

$$|\bar{b}| \leq 2 \sqrt{\left(\frac{u^2}{n}\right) + u_{ref}^2}$$

Dans le cas contraire, ce biais est significatif (EURACHEM 7.16) et le résultat d'analyse peut être corrigé en conséquence, en tenant compte de l'incertitude de la correction. Le cas échéant, l'écart type s_B du biais moyen est calculé comme suit:

$$s_B = \frac{1}{\sqrt{n}} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (b_i - \bar{b})^2}{n-1}}$$

Si la matrice est susceptible d'avoir un effet sur le biais, il faut mener les expériences de récupération sur des échantillons issus de diverses matrices et employer la contribution à l'incertitude propre à la matrice de chaque échantillon.

Remarque: On doit éviter d'élargir l'«incertitude» affectée au résultat pour tenir compte de l'effet du biais (qui n'est pas l'incertitude attachée au biais) au lieu de corriger ce dernier. L'évaluation de l'incertitude d'un résultat de mesure ne doit pas être confondue avec l'attribution d'un seuil à une valeur (Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM), 6.3.1).

4.2. Méthodes validées par un laboratoire unique (méthodes de remplacement approuvées)

Contrairement aux méthodes normalisées, il n'y a pas de données de précision standard disponibles dans la littérature pour les méthodes validées par un laboratoire unique, c'est pourquoi ces dernières font l'objet de procédures de validation approfondies. En dépit de la spécificité des situations, la validation

permet d'obtenir des données de précision. Toutefois, si la méthode validée par un laboratoire unique est obtenue en modifiant une méthode normalisée, l'estimation de la précision doit mettre l'accent sur les contributions à l'incertitude de la modification en question. Il faut alors comparer ces contributions aux valeurs de l'écart type relatif de la reproductibilité (coefficient de variation) CV_R issues d'un essai collectif ou d'une méthode normalisée publiée. Si la contribution à l'incertitude des modifications est négligeable, il est permis d'utiliser CV_R comme incertitude type relative u_{rel} et de procéder conformément aux procédures 4.1.

Il existe deux approches générales pour estimer la précision:

- Combinaison de la précision de la répétabilité de chacune des étapes de l'analyse (p.ex. pesée, séchage, extraction, dilution et mesure analytique) en intégrant les étalonnages pertinents ainsi que d'autres sources d'incertitude (p.ex. pureté des étalons, expérience des opérateurs).
- Estimation de la précision grâce à une série d'analyses de manière aussi approfondie que possible sur une longue durée, en permettant à tous les facteurs en jeu de varier naturellement.

Concrètement, il est en général nécessaire et pratique d'associer les deux types d'évaluation.

4.2.1 Méthodes établies validées par un laboratoire unique (méthodes internes)

4.2.1.1 Association de la précision de répétabilité de chaque étape unique de l'analyse

Les composantes de l'incertitude relatives à N sources d'incertitude potentielles sont déterminées, quantifiées comme écarts types u_i , multipliées par des coefficients de sensibilité c_i et associées (GUM 5.1.3) dans l'équation suivante:

$$u = \sqrt{\sum_{i=1}^N c_i \cdot u_i^2}$$

Lorsque les différentes composantes ne sont pas indépendantes sur le plan statistique, il convient d'introduire les facteurs de corrélation correspondants.

Voici quelques exemples de sources d'incertitude:

- substances de référence (pureté/incertitude certifiée);
- variabilité physique/chimique (extraction, dérivation, stœchiométrie);
- utilisation des appareils de mesure servant à préparer les échantillons d'analyse (balances, pipettes, thermomètres, etc.);
- utilisation des instruments d'analyse (stabilité, étalonnage, contamination, etc.);
- opérateurs dotés d'expériences inégales.

La procédure commence par une réflexion critique autour de la formule du mesurande, c'est-à-dire sur les relations entre le résultat et les grandeurs d'entrée. Il faut vérifier la pertinence de l'incertitude pour l'ensemble des paramètres.

Ainsi, à titre d'illustration, l'incertitude liée à la préparation de l'échantillon est établie en combinant l'incertitude respective des étapes de pesée, homogénéisation, séchage, extraction, dilution, etc.

L'incertitude propre à la pesée, par exemple, est déterminée à partir des contributions respectives de l'étalonnage et de la traçabilité (y compris l'incertitude certifiée des poids) et de l'incertitude de la lecture (affichage analogique ou numérique).

Manifestement, ce type d'estimation constitue un sujet trop complexe pour que le présent document en propose une description suffisante. C'est pourquoi nous renvoyons les lecteurs qui souhaitent en savoir plus aux documents JCGM 100:2008: Évaluation des données de mesure — Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM) et Guide EURACHEM / CITAC CG 4: Quantifier l'incertitude dans les mesures analytiques.

4.2.1.2 Précision estimée par une série d'analyses

D'après l'ISO 5725-3, la précision déterminée pour un laboratoire donné est appelée précision intermédiaire. Cette grandeur est inférieure à l'écart type de la reproductibilité résultant de l'essai de validation interlaboratoires, et donc plus appropriée pour chaque laboratoire. Les conditions d'estimation de cette précision intermédiaire sont une procédure de mesure et un lieu uniques ainsi que des mesures répliquées sur des objets identiques ou similaires pendant une longue durée, mais d'autres conditions

peuvent s'y ajouter, comme des modifications relatives au renouvellement des étalonnages, étalonneurs, opérateurs ou systèmes de mesure.

C'est pourquoi il est recommandé de commencer au même point que pour la participation aux essais collectifs (avec un matériau homogénéisé et séché issu d'une matrice spécifique) et de mettre en œuvre les composantes supplémentaires.

À cet effet, l'estimation de la précision pour un laboratoire unique doit tenir compte de toutes les parties essentielles de l'analyse qui seraient incluses dans un essai interlaboratoires de validation d'une méthode normalisée. Parmi ces parties essentielles figurent les procédures d'extraction, de dérivation et de digestion (variation liée à la récupération) ainsi que l'intégralité du processus de mesure, dont l'étalonnage et la traçabilité.

Un échantillon d'essai typique contenant une quantité convenable d'analyte (p.ex. homogénéisé et séché ou traité en vue de stabiliser la matrice et l'analyte/les analytes) pourrait être analysé plusieurs fois sur une certaine durée, par différents analystes et avec différents équipements dans la mesure du possible (p.ex. les résultats de mesure sur les échantillons de contrôle de la qualité), ce qui permettrait de respecter les conditions de reproductibilité dans un laboratoire unique (EURACHEM 7.7.2) ou les conditions d'estimation de la précision intermédiaire.

L'écart type relatif intermédiaire cv_{int} obtenu au moyen des procédures qui suivent, à l'instar des essais collectifs correspondants, ne rend pas compte des effets de la préparation de l'échantillon, de l'hétérogénéité de l'échantillon ou du sous-échantillonnage. Il faut donc tenir compte de ces composantes de l'incertitude en les combinant au cv_{int} conformément aux procédures 4.1.

La mise en œuvre des approches décrites dans la procédure 4.1.2 permet de recenser les biais et d'estimer l'incertitude y relative.

Si l'incertitude dépend des quantités d'analytes, en tout état de cause les essais de précision doivent être réalisés pour différentes teneurs, selon l'ISO/IEC 17025, y compris à la teneur pertinente pour l'évaluation de la conformité. La signification de l'effet peut être vérifiée par un test F ou un test de Cochran pour l'homogénéité des variances obtenues à partir de différentes expériences menées à différentes teneurs d'analyte.

Enfin, il faut examiner l'incertitude liée aux étalons (qui peut manifestement être bien plus élevée que l'incertitude certifiée de matériaux de référence) ou aux matériaux de référence (négligeable dans la plupart des cas).

4.2.1.2.1 Approche des ISO 5725-2 et 5725-3

L'une des approches normalisées appropriées serait la mise en œuvre aussi fidèle que possible de la procédure fournie par l'ISO 5725-2, selon laquelle l'écart type de la reproductibilité s_R d'un essai interlaboratoires de validation d'une méthode est obtenu en associant la moyenne de l'écart type de la répétabilité s_r de tous les laboratoires et l'écart type interlaboratoires s_L .

Un échantillon d'essai typique (homogénéisé et séché) est analysé sur une période donnée à n jours différents par divers analystes (en renouvelant les étapes d'extraction/digestion et d'étalonnage). Chacun des jours d'analyse, k répliques de l'extrait ou du digestat en question font l'objet de mesures aboutissant aux résultats $x_{j=1...k}$ en conditions de répétabilité (prise de mesures sur un court intervalle, avec un instrument, un étalonnage et un opérateur identiques), puis les paramètres suivants sont calculés:

- Pour chaque jour i : à partir des k résultats répliqués $x_{j=1...k}$, on estime la valeur moyenne \bar{x}_i et l'écart type de la répétabilité $s_{r i}$ en appliquant les formules suivantes:

$$\bar{x}_i = \frac{1}{k} \sum_{j=1}^k x_j$$

$$s_{r i} = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^k (x_j - \bar{x}_i)^2}{k - 1}}$$

- À partir des écarts types de la répétabilité obtenus aux différents jours $s_{r i=1...n}$, l'écart type de la répétabilité moyen $s_{r mean}$ est calculé ainsi:

$$s_{r mean} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n s_{r i}^2}{n}}$$

- On détermine l'écart type en fonction du jour s_d des moyennes $\bar{x}_{i=1...n}$ obtenues les différents jours d'analyse:

$$s_d = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\bar{x}_i - \bar{\bar{x}})^2}{n-1}}$$

la moyenne totale étant $\bar{\bar{x}} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \bar{x}_i$

- Conformément à l'ISO 5725-3, établir l'écart type intermédiaire grâce à l'équation:

$$s_{int} = \sqrt{s_{r\ mean}^2 + s_d^2}$$

Enfin, déterminer l'écart type intermédiaire relatif comme suit:

$$cv_{int} = \frac{s_{int}}{\bar{\bar{x}}}$$

4.2.1.2.2. Approche par duplication

Il est possible d'opter pour une approche différente de celle des ISO 5725-2 et 5725-3 qui vient d'être présentée en établissant la variation globale des analyses à partir de n essais dupliqués (échantillons homogénéisés divisés respectivement en deux sous-échantillons d'essai, eux-mêmes soumis à des procédures complètes d'extraction/digestion et détermination, y compris l'étalonnage) (EURACHEM 7.7.2 et A4.4).

Pour chaque essai dupliqué i , on établit les différences relatives $\delta_{i\ rel}$ et l'écart type de ces différences relatives $s_{\delta_{rel}}$.

$$\delta_{i\ rel} = \frac{\delta_i}{\bar{x}_i}$$

où $\delta_i = x_{i,1} - x_{i,2}$ et $\bar{x}_i = \frac{x_{i,1} + x_{i,2}}{2}$

$$s_{\delta_{rel}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\delta_{i\ rel} - \bar{\delta}_{rel})^2}{n-1}}$$

où $\bar{\delta}_{rel} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \delta_{i\ rel}$

- Enfin, cet écart type est divisé par $\sqrt{2}$ afin de corriger l'écart type des différences par paires et d'obtenir l'incertitude type de chaque valeur, ce qui aboutit à l'incertitude type intermédiaire relative:

$$cv_{int} = \frac{s_{\delta_{rel}}}{\sqrt{2}}$$

4.2.2 Méthodes *ad hoc* (méthodes provisoires)

Dans la majorité des cas, les méthodes *ad hoc* reposent sur des méthodes normalisées ou des méthodes validées par un laboratoire unique bien établies. Elles ont été largement étendues (par exemple à d'autres analytes ou matrices), et ne requièrent généralement pas une nouvelle validation complète. Néanmoins, il est vivement recommandé de suivre la procédure décrite dans le premier paragraphe de la section 4.2. De plus amples renseignements sur l'évaluation de l'incertitude de mesure visant les méthodes *ad hoc* sont disponibles dans le Guide EURACHEM (EURACHEM 7.10). Pour atteindre une puissance statistique acceptable, il convient d'effectuer autant de répétitions que possible (en incluant toutes les parties pertinentes de la méthode). La comparaison entre l'écart type relatif ainsi obtenu et l'incertitude type relative de la méthode d'origine renseigne sur l'équivalence de la méthode *ad hoc* en termes de précision. S'il y a lieu, on rapportera l'incertitude de la méthode d'origine.

5. Incertitude de mesure à indiquer

L'incertitude type relative composée u_{rel} obtenue grâce à l'une des procédures décrites précédemment permet d'établir l'incertitude de mesure élargie U indiquée avec le résultat. Cette dernière est le produit de l'incertitude type et d'un facteur d'élargissement k .

Pour le niveau de confiance désiré (normalement 95 pour cent), il est recommandé de choisir $k=2$, dans la majorité des cas. Cela étant, si l'incertitude composée est le fruit de quelques observations seulement (soit environ moins de sept, autrement dit moins de six degrés de liberté ν), k doit être égal à la valeur bilatérale du test t de Student (noter que la limite de confiance unilatérale à 95 pour cent est équivalente à la limite de confiance bilatérale à 90 pour cent) pour ce qu'on appelle le nombre effectif de degrés de liberté ν_{eff} correspondant, comprenant la contribution liée à la faiblesse statistique. (GUM, Annexe G.4.1).

6. Valeurs prévues 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 essais. Ils craignent que certains laboratoires sous-estiment l'ampleur de leurs incertitudes et communiquent à leurs clients des incertitudes trop faibles peu réalistes.

Selon le Manuel de procédure de la Commission du Codex Alimentarius, concernant les analyses chimiques, les valeurs de s_R obtenues lors d'essais collectifs ont permis de dégager les incertitudes (élargies) suivantes grâce à l'équation de Horwitz-Thompson, ce qui correspond aux valeurs qu'il serait raisonnable d'attendre de la part des laboratoires (21):

	Thompson	Équation de Horwitz ($2C^{0.1505}$)							
Concentration ratio (C)	$< 10^{-7}$	10^{-7}	10^{-6}	10^{-5}	10^{-4}	10^{-3}	10^{-2}	10^{-1}	1
Concentration Unité	< 0.1 mg/kg	0.1 mg/kg	1 mg/kg	10 mg/kg	0.1 g/kg	1 g/kg	10 g/kg	100 g/kg	1000 g/kg
VPETR _R (%)	22	22	16	11	8	6	4	3	2
ETR _R ≤ 2 VPETR _R (%)	≤ 44	≤ 44	≤ 32	≤ 22	≤ 16	≤ 12	≤ 8	≤ 6	≤ 4

VPETR_R = valeur prévue de l'écart type relatif de la reproductibilité

ETR_R = écart type relatif de la reproductibilité issu d'un essai collectif

On peut s'attendre à ce que les incertitudes de mesure communiquées par tous les laboratoires ne dépassent 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.

7. Bibliographie

- (1) ISO/IEC 17025:2005 Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais
- (2) ISO 2859-1:1999 Règles d'échantillonnage pour les contrôles par attributs – Partie 1: Procédures d'échantillonnage pour les contrôles lot par lot, indexés d'après le niveau de qualité acceptable (NQA).
- (3) ISO 2859-2:1985 Règles d'échantillonnage pour les contrôles par attributs – Partie 2: Plans d'échantillonnage pour les contrôles de lots isolés, indexés d'après la qualité limite (QL)
- (4) ISO 3951-2:2006 Règles d'échantillonnage pour les contrôles par attributs – Partie 2: Spécification générale pour les plans d'échantillonnage simples indexés d'après une limite de qualité acceptable (LQA) pour le contrôle lot par lot de caractéristiques-qualité indépendantes
- (5) ISO 10725:2000 Plans et procédures d'échantillonnage pour acceptation pour le contrôle de matériaux en vrac
- (6) Vocabulaire international de métrologie — Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM), JCGM 200:2012

- (7) Évaluation des données de mesure — Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure (GUM), JCGM 100:2008
- (8) Ellison, S.L.R. et Williams, A. (dir.). Guide Eurachem/CITAC: Quantifier l'incertitude dans les mesures analytiques, troisième édition, (2012)
- (9) IUPAC/ISO/AOAC International Harmonized Guideline (7) (Protocol for the Design, Conduct and Interpretation of Method Performance Studies. Pure & Appl. Chem., 67(2): 331-343, 1995)
- (10) ISO 5725-1:1994 Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 1: Principes généraux et définitions
- (11) ISO 5725-2:1994 Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée
- (12) ISO 5725-3:1994 Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 3: Mesures intermédiaires de la fidélité d'une méthode de mesure normalisée
- (13) ISO 5725-6:1994 Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 6: Utilisation dans la pratique des valeurs d'exactitude
- (14) ISO 21748:2010 Lignes directrices relatives à l'utilisation d'estimations de la répétabilité, de la reproductibilité et de la justesse dans l'évaluation de l'incertitude de mesure
- (15) Ramsey, M.H. et Ellison, S.L.R. (dir.) Guide Eurachem/EUROLAB/ CITAC/Nordtest/AMC: Measurement uncertainty arising from sampling: a guide to methods and approaches Eurachem (2007)
- (16) Évaluation des données de mesure — Supplément 1 du «Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure» — Propagation de distributions par une méthode de Monte Carlo, JCGM 101:2008
- (17) Jülicher *et al.*, Analyst, 1998, 123, p. 173-179
- (18) Jülicher *et al.*, Analyst, 1999, 124, p. 537-545
- (19) Guidelines for Collaborative Study Procedures To Validate Characteristics of a Method of Analysis, AOAC Official Methods Program, J. AOAC Int. 78(5), 143A-160A(1995)
- (20) ISO 13528:2005 Méthodes statistiques utilisées dans les essais d'aptitude par comparaisons interlaboratoires
- (21) Thompson, M. Analyst, 2000, 125, p. 385-386.

Annexe II

Liste des participants

Allemagne

Katrin Franks
Federal Office of Consumer Protection and
Food Safety

Argentine

María Virginia Villafaña
Argentina Ministry of Health

Australie

Karina Budd
Residue Chemistry and Laboratory
Performance Evaluation Section
National Residue Survey Department of
Agriculture

Richard Coghlan
Department of Industry and Science

Victoria Landells
Fonterra

Neil Shepherd
National Association of Testing Authorities

Belgique

Franz Ulberth
Joint Research Center - Geel

Brésil

Ligia Lindner Schreiner
Brazilian Health Regulatory Agency

Canada

Barbara Lee
Health Products and Food Branch
Health Canada

Thea Rawn
Bureau of Chemical Safety Health

Espagne

Pedro A., Burdaspal
Spanish Consumer Affairs, Food Safety and
Nutrition Agency

États-Unis d'Amérique

Patrick Gray
Chemical Contaminants Branch
Center for Food Safety and Applied Nutrition
U.S. Food and Drug Administration

Marie Maratos
U.S. Codex Office
Food Safety and Inspection Service
U. S. Department of Agriculture

Gregory Noonan
Division of Analytical Chemistry
Center for Food Safety and Applied Nutrition
U.S. Food and Drug Administration

Timothy Norden
Technology & Science Division
Grain Inspection, Packers and Stockyards
Administration
U. S. Department of Agriculture

Hongrie

Attila Nagy
National Food Chain Safety Office
Food and Feed Safety Directorate

Inde

Anoop A. Krishnan
Export Inspection Agency- Kolkata Laboratory
Ministry of Commerce & Industry

Geetannjali Sharma
Central Food Laboratory
Food Safety and Standards Authority of India

Priti N. Amritkar
Environcare Labs Pvt. Ltd

Rajesh Nair
National Dairy Development Board

Iran (République islamique d')

Akram sadat Fayazi
Secretary, National Codex Committee on
CCMAS in Iran

Irlande

Its Kinahan
State Laboratory

Japon

Hidetaka Kobayashi
Plant Products Safety Division, Food Safety
and Consumer
Affairs Bureau
Ministry of Agriculture, Forestry and Fisheries

Takahiro Watanabe
Division of Foods
National Institute of Health Sciences

Yukiko Yamada
Ministry of Agriculture, Forestry and Fisheries

Kenya

Peter Kamuti
Kenya Plant Health Inspectorate
Services(KEPHIS) Laboratories

George Kiminza
Kenya Bureau Of Standards

Martin Masibo
Kenya Bureau of Standards

Max Siteta Mutuku
National Public Health Laboratories

Onesmus Mwaniki
Kenya Plant Health Inspectorate
Services(KEPHIS) Laboratories

Jerald Nyang'au
Kenya Plant Health Inspectorate
Services(KEPHIS) Laboratories

James Woto
Kenya Plant Health Inspectorate
Services(KEPHIS) Laboratories

Malaisie

Wan Sulong Wan Omar
Department of Chemistry
Ministry of Science, Technology and
Innovation

Maurice

Esha Aumjaud
University of Mauritius

Sharmila Buldewo
Food Technology Laboratory
Ministry of Agro-Industry and Food Security

Madhvi Jugnarain
Food Technology Laboratory /Chemistry
Section
Ministry of Agro-Industry and Food security

Shalini Neeliah
Dairy Chemistry Division
Ministry of Agro-Industry and Food Security

Norvège

Stig Valdersnes
National Institute of Nutrition and Seafood
Research

Nouvelle-Zélande

Rob Crawford
Calibration and Statistics Group Fonterra

Jaap Evers
Fonterra Co-operative Group Ltd.

Susan Morris
Ministry for Primary Industries

Pays-Bas

Harrie van den Bijgaart
Qlip B.V.

Henk van der Schee
Nederlandse Voedsel- en Warenautoriteit

Yannick Weesepeel
RIKILT

République de Corée

Chea Hyung, Kim
Ministry of Food and Drug Safety (MFDS)

République slovaque

Martin Polovka
National Agricultural and Food Centre
Food Research Institute Bratislava Department
of Chemistry and Food Analysis

Yveta Vojsova
State Veterinary and Food Institute Dolný
Kubín

Royaume-Uni

Andrew Damant
Food Standards Agency

Stephen L R Ellison
LGC Limited

Russie

Konstantin Eller
Institute of Nutrition

Suède

Joakim Engman
National Food Agency

Suisse

Gérard Gremaud
Federal Food Safety and Veterinary Office
FSVO

Thaïlande

Chanchai Jaengsawang
Department of Medical Sciences
Ministry of Public Health

Manat Larpphon
Office of Standard Development
National Bureau of Agricultural Commodity and
Food Standards
Ministry of Agriculture and Cooperatives.

Paveena Pinkaew
Office of Standard Development
National Bureau of Agricultural Commodity and
Food Standards
Ministry of Agriculture and Cooperatives

Uruguay

María Bothagaray
Laboratorio Tecnológico del Uruguay

Laura Flores
Laboratorio Tecnológico del Uruguay

FAO

Markus Lipp
JECFA Secretariat, Scientific Advice

**ICUMSA (International Commission for
Uniform Methods of Sugar Analysis)**

Roger Wood

**IFU (International Fruit & Vegetable Juice
Association)**

John Collins

IDF

Aurélie Dubois-Lozier
International Dairy Federation (FIL-IDF)

Maria Sanchez Mainar
International Dairy Federation (FIL-IDF)

IFPRI

Anne MacKenzie
Head of Standards & Regulatory Issues
Harvest Plus Better Crops Better Nutrition