



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

**Quarante-deuxième session
Budapest (Hongrie)
13 – 16 juin 2023 avec l'adoption du rapport le 20 juin 2023 (En ligne)**

RÉVISION DES DIRECTIVES GÉNÉRALES SUR L'ÉCHANTILLONNAGE (CXG 50 – 2004)

(Rédigé par le groupe de travail électronique présidé par la Nouvelle-Zélande et co-présidé par l'Allemagne)

Les membres du Codex et les observateurs qui souhaitent présenter des observations à l'étape 6 de ce document sont invités à le faire comme indiqué dans la lettre circulaire CL 2023/15/OCS-MAS disponible sur le site Codex/lettres circulaires:

<http://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/resources/circular-letters/en/>

Introduction

1. Lors de la trente-neuvième session du Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (CCMAS) il a été convenu d'entamer des nouveaux travaux sur la révision des *Directives générales sur l'échantillonnage* (CXG 50-2004) (les directives générales, CXG 50). Le mandat initial est exposé dans le rapport [REP18/MAS](#) Par 71, Appendice V (projet de document) et VI (hiérarchisation des axes de travail). Ces nouveaux travaux ont été approuvés par la Commission du Codex Alimentarius (CAC), lors de sa quarante et unième session (REP18/CAC, Appendice VI).
2. Lors de sa quarantième session le CCMAS a soutenu la poursuite des travaux sur la révision des Directives CXG50 conformément à la hiérarchisation des travaux convenue pendant sa trente-neuvième session.¹
3. Lors de sa quarantième session, le CCMAS a décidé de reconduire le groupe de travail électronique présidé par la Nouvelle-Zélande et co-présidé par les États-Unis afin de poursuivre la révision des Directives CXG50 et de continuer l'élaboration du document complémentaire (livre électronique avec applications de plans d'échantillonnage) en prenant en compte les observations écrites soumises ([CX/MAS 19/40/7 Add.1](#)) et les observations et recommandations formulées pendant la session.
4. Lors de sa quarante et unième session, le Comité est convenu de transmettre les Directives générales sur l'échantillonnage (CXG 50-2004) révisées à la quarante-quatrième session de la Commission pour adoption à l'étape 5, et la Commission les a adoptés ainsi (REP21/CAC, par. 50 à 52)². Lors de sa quarante et unième session, le CCMAS a décidé de mandater un groupe de travail électronique présidé par la Nouvelle-Zélande et co-présidé par l'Allemagne afin de poursuivre la révision des directives CXG50 et de prêter attention aux questions clés identifiées. Il a été chargé en plus de poursuivre l'élaboration des documents de soutien: le livre électronique et le guide de sélection et de conception des plans d'échantillonnage. Il a été également convenu d'organiser un webinaire pour aider à informer les délégués de certaines des questions clés en cours de discussion au sein du groupe de travail électronique afin de faciliter le débat et la finalisation des directives. (REP21/MAS, paras 110)

LES TRAVAUX RÉALISÉS

Inscription au groupe de travail électronique (et consultation)

5. Une invitation à s'inscrire au groupe de travail électronique sur les directives révisées a été envoyée par le Secrétariat du CCMAS. Les inscriptions comprenaient 16 pays ainsi que des organisations ayant le statut d'observateur³La liste des participants est jointe en Appendice II.

¹L'exposé des débats et des décisions prises se trouve dans le document REP21/MAS, par. 71 - 111.

²REP21/CAC, paras 50 – 52

³Australie, Brésil, Canada, Allemagne, Grèce, Hongrie, Inde, Iran, Kenya, Corée, Japon, Malaisie, Mexique, Nouvelle-Zélande, Panama, Thaïlande, des représentants de l'AAFC, Eurachem.

6. Le groupe de travail électronique a poursuivi ses consultations du 28 juin 2022 au 26 août 2022. Le groupe de travail électronique a été informé que les directives CXG 50 se composaient de deux parties, la partie 1 étant le Guide pour la conception des plans d'échantillonnage et la partie 2 étant le Document de référence. Des observations constructives et réfléchies ont été reçues et nous sommes reconnaissants aux participants du groupe de travail électronique pour le temps et les efforts investis dans ce processus. Le mandat donné au groupe de travail électronique par la quarante et unième session du CCMAS prévoyait également la poursuite de l'élaboration du livre électronique. Cela n'a pas été abordé dans les consultations du groupe de travail électronique. Cela fera partie de la prochaine phase des travaux.

7. La Nouvelle-Zélande et l'Allemagne ont travaillé en étroite collaboration pour examiner ces observations. Nous avons également pris contact (sur plate-forme à distance) avec des délégations de certains pays ainsi qu'avec une organisation observatrice, car nous avons estimé que certains des points soulevés par écrit étaient plus efficacement résolus par une discussion. Les directives générales CXG 50 ont été mises à jour sur la base des observations soumises et les débats qui ont eu lieu.

Webinaire

8. Un webinaire destiné à informer les membres et les observateurs des travaux du CCMAS s'est tenu du 25 au 27 mai 2022. Les enregistrements et les présentations sont disponibles sur le site Internet de la quarante-deuxième session du CCMAS.⁴ La Nouvelle-Zélande et l'Allemagne ont fait une présentation conjointe sur les progrès réalisés concernant les directives CXG 50 révisées, ainsi qu'un aperçu de la relation entre les directives CXG 50 et CXG 54 et leurs applications pratiques.

RÉSUMÉ DES POINTS CLÉS DES DÉBATS AU SEIN DU GROUPE DE TRAVAIL ÉLECTRONIQUE

Le rapport du groupe de travail électronique pour la quarante-deuxième session du CCMAS

9. Le rapport du groupe de travail électronique pour la quarante-deuxième session du CCMAS présente les Directives générales sur l'échantillonnage (CXG 50-2004) révisées y compris le Guide de sélection et de conception des plans d'échantillonnage et les Plans de contrôle ISO en tant qu'appendices aux Directives générales CXG50 (Appendice I).

10. Les principales caractéristiques des directives CXG 50 révisées sont les suivantes :

- Un format amélioré et des explications plus précises pour aider les lecteurs à comprendre les informations fournies.
- Les « Orientations de référence » constituent la base de ces informations. Le document pratique « Guide de sélection et de conception des plans d'échantillonnage » est inclus en tant qu'Appendice I et les plans de contrôle ISO sont désormais inclus en tant qu'Appendice II. Ils font désormais tous partie des directives CXG 50.
- Inclusion d'informations expliquant certains des observations de la quarante et unième session du CCMAS ainsi que suppression du texte remplacé. Ceci comprend :
 - Les plans d'échantillonnage ISO (Appendice II) : Les plans d'échantillonnage inclus dans les normes ISO 2859 et ISO 3951 diffèrent des plans traités ailleurs dans les directives CXG 50 en ce qu'ils ont été conçus pour contrôler explicitement le risque du producteur ou du consommateur, mais pas les deux, et utiliser la relation de taille de lot pour déterminer la taille d'échantillon requise.
 - L'échantillonnage pour acceptation contre l'évaluation de la conformité : Des informations ont été incluses dans la section 2.2 pour expliquer les différences entre l'évaluation de la conformité, une évaluation généralement basée sur un seul résultat de mesure pour décider si l'élément testé est conforme à une certaine limite, et l'échantillonnage pour acceptation, c'est à dire le processus pour déterminer le nombre des échantillons et un critère d'acceptation basé sur les risques admissibles du producteur et du consommateur, et l'utilisation de cette procédure pour décider si un lot doit être accepté ou rejeté.
 - L'incertitude de mesure : La terminologie dans les directives CXG 50 a été normalisée concernant l'utilisation du terme incertitude de mesure et des informations complémentaires ont été ajoutées dans la section 5.2 pour expliquer comment les aspects différents du processus global d'échantillonnage et d'essai affectent les composantes de l'incertitude de mesure et comment les différentes composantes sont prises en compte dans la conception des plans d'échantillonnage pour acceptation.
 - Variation du sous-échantillonnage : Des informations ont été incluses dans la section 5.2.6 pour traiter les problèmes d'estimation de l'écart type du lot lorsqu'un sous-échantillonnage est effectué, ce qui, en l'absence d'un ajustement, pourrait entraîner une surestimation de l'écart type du lot.
 - Suppression des informations sur les essais répétés.

⁴CCMAS 42 [Webinar](#) mai 2022

- Remplacement du texte pour plus de précision.

11. En conclusion du processus de consultation du groupe de travail électronique il y avait un consensus de soutien aux directives CXG 50 révisées.

Conclusions et recommandations

12. Les *Directives générales sur l'échantillonnage* révisées (CXG 50-2004) représentent les travaux décrits dans le document de projet initial et la liste de priorités pour décrire la conception et l'évaluation des plans d'échantillonnage pour le commerce international des produits alimentaires.

13. Le Comité est invité à:

1. examiner les Directives CXG 50 révisées (Appendice I) et de les avancer à l'étape 8; et
2. reconduire le groupe de travail électronique en vue de conclure l'élaboration du document d'information (livre électronique avec des applications de plans d'échantillonnage).

Appendice I**Directives générales sur l'échantillonnage (CXG 50-2004) révisées y compris l'Appendice I (Guide de sélection et de conception des plans d'échantillonnage) et l'Appendice II (Plans de contrôle ISO)****(pour observations à l'étape 6 par moyen de la lettre circulaire CL 2023/15/OCS-MAS)****1 Orientations de référence****1.1 Introduction**

Les directives sont principalement destinées à être utilisées par les comités de produits du Codex chargés d'élaborer des plans d'échantillonnage en vue d'acceptation pour les dispositions figurant dans les normes Codex et par les gouvernements responsables du contrôle des aliments à l'importation ou à l'exportation, afin de décrire la conception et l'évaluation des plans d'échantillonnage pour le commerce international des produits alimentaires.

Les aliments sont fréquemment échantillonnés, tout au long de la filière d'approvisionnement alimentaire, des producteurs aux consommateurs, afin de vérifier leur qualité. Une définition précise des plans d'échantillonnage fait partie intégrante des spécifications pour l'échantillonnage et les essais des aliments. Les plans d'échantillonnage sont inclus dans les normes Codex et ils peuvent être utilisés par les gouvernements dans les normes relatives aux aliments.

Dans le Codex, les plans d'échantillonnage, ensemble avec les méthodes d'analyse, sont un moyen pour vérifier que les aliments sont conformes aux dispositions telles que la composition, les contaminants chimiques ou microbiologiques ou les résidus de pesticides qui font partie des normes Codex.

L'échantillonnage joue donc un rôle important dans la réalisation des objectifs du Codex de protéger la santé des consommateurs et d'assurer des pratiques loyales dans le commerce des denrées alimentaires. Les plans d'échantillonnage du Codex jouent également un rôle important pour éviter ou supprimer des difficultés qui pourraient naître d'approches légales, administratives et techniques divergentes en matière d'échantillonnage ainsi que de l'interprétation divergente des résultats d'analyse en relation avec des lots ou des livraisons de denrées alimentaires, au regard des dispositions correspondantes de la norme Codex applicable.

Il est essentiel que l'échantillonnage soit effectué d'une manière qui contribue à ces objectifs.

La spécification de ces objectifs de qualité, le niveau de qualité acceptable pour le client et le taux d'acceptation des produits conformes, permettent l'élaboration des plans d'échantillonnage.

Une norme Codex peut définir un plan d'échantillonnage spécifique pour un contexte particulier, ou elle peut préciser le résultat à atteindre par un plan d'échantillonnage.

Bien que ces Directives fournissent une approche générique pour la conception des plans d'échantillonnage, les plans d'échantillonnage du Codex sont principalement destinés au contrôle des aliments à la réception, par exemple par les organismes de réglementation des pays importateurs, et pourraient ne pas convenir aux producteurs. Cependant, une définition précise des objectifs de qualité permettra aux producteurs de concevoir des procédures de vérification et de contrôle appropriées pour les atteindre.

1.2 Champ d'application

Dans ces directives, l'accent est mis sur les plans d'échantillonnage pour acceptation pour le contrôle de lots homogènes isolés, dans lesquels les risques pour les consommateurs et les producteurs sont maîtrisés.

Le terme "isolé" signifie que le contrôle de chaque lot est effectué isolément, sans tenir compte du résultat du contrôle des lots adjacents ou, par exemple, d'autres lots en provenance du même producteur. Cela ne signifie pas que les informations des contrôles précédents ne peuvent pas être utilisées ; en particulier, il existe des cas où l'écart type du lot peut être connu à partir du contrôle des lots précédents.

Les situations suivantes sont traitées:

- plans d'échantillonnage en vue d'acceptation pour le contrôle du pourcentage de non conformes concernant les lots homogènes par attributs ou aux mesures, les marchandises en vrac ou les éléments individuels
- contrôle par plans d'échantillonnage aux mesures concernant les caractéristiques réparties normalement
- ajustement pour l'incertitude de mesure dans les cas où elle est non négligeable par rapport à l'écart type du lot, en mettant l'accent sur les cas où l'incertitude de mesure est répartie normalement.
- plans d'échantillonnage pour le contrôle de la teneur moyenne
- en outre, des conseils sont fournis sur les questions liées à la conception des plans pour les matériaux en vrac.

Dans la section 2, les concepts généraux qui sont pertinents pour l'échantillonnage des aliments sont définis, et les sections 3, 4 et 5 couvrent les plans d'échantillonnage pour acceptation pour différentes situations de contrôle statistique des aliments. La section 6 traite d'autres questions comme par exemple l'échantillonnage physique, le contrôle répété et les lots hétérogènes.

Appendice I comprend un guide étape par étape pour la sélection des plans d'échantillonnage. Appendice II comprend les tableaux de plans par attributs et plans aux mesures ISO⁵ indexés par le risque du producteur.

Ces directives ne sont pas destinées à être exhaustives; elles ne fournissent pas d'informations sur tous les types d'options de plan d'échantillonnage qui peuvent être disponibles. Les plans d'échantillonnage provenant d'autres sources sont toujours acceptables sous réserve de leur confirmation par le Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (CCMAS).

Note: Dans les directives CXG 50, les plans d'échantillonnage pour acceptation peuvent figurer sous les appellations « plans d'échantillonnage » ou « plans », et le contrôle par échantillonnage pour acceptation peut figurer sous les appellations « contrôle par échantillonnage » ou « contrôle ».

1.3 Définitions

Pour les termes couramment utilisés dans ces directives, les définitions suivantes s'ajoutent à celles des Directives sur la terminologie analytique (CXG 72-2009).

Note: Dans certaines définitions, il est fait référence à l'écart type du procédé ou au niveau de qualité du processus. Dans les directives CXG 50, l'accent est mis sur les lots plutôt que sur les processus. Pour cette raison, les quantités pertinentes dans les directives CXG 50 sont l'écart type du lot et le niveau de qualité du lot.

Le critère d'acceptation

Le critère d'acceptation est utilisé pour couvrir des termes tels que les nombres d'acceptation et de rejet pour les plans par attributs et les constantes d'acceptabilité pour les plans aux mesures.

[SOURCE: ISO 3534:2]

Note: Dans les directives CXG 50, le terme « critère d'acceptation » est utilisé pour décrire la règle qui est appliquée aux résultats d'essai obtenus lors du contrôle du lot dans la décision d'accepter ou non le lot.

Échantillonnage pour acceptation

Échantillonnage après lequel des décisions sont prises pour accepter un lot, ou un autre groupement de produits, matériaux ou services, sur la base des résultats de l'échantillon

[SOURCE: ISO 3534:2]

Plan d'échantillonnage pour acceptation

Un plan indiquant la ou les tailles d'échantillon à utiliser et les critères associés pour l'acceptation du lot.

⁵Organisation internationale de normalisation

[SOURCE: ISO 3534:2]

Échantillonnage pour acceptation par attributs

Le contrôle par échantillonnage pour acceptation par lequel la présence ou l'absence d'une ou plusieurs caractéristiques spécifiées de chaque élément dans un échantillon est observée pour établir l'acceptabilité statistique d'un lot ou d'un processus.

[SOURCE: ISO 3534:2]

Échantillonnage pour acceptation par mesures

Contrôle par échantillonnage pour acceptation dans lequel l'acceptabilité d'un processus est déterminée statistiquement à partir de mesures sur des caractéristiques de qualité spécifiées de chaque élément dans un échantillon prélevé d'un lot.

[SOURCE: ISO 3534:2]

Consommateur et producteur

Les termes «consommateur» et «producteur» sont conventionnels et peuvent s'appliquer à différents opérateurs de la filière d'approvisionnement alimentaire, tels qu'un cultivateur, un fabricant, le système de contrôle de qualité propriétaire du fabricant, un fournisseur, un pays exportateur, un transformateur, un revendeur ou un pays importateur. En général, « producteur » fait référence à un fournisseur ou à un vendeur de denrées alimentaires et « consommateur » à un organisme de réglementation du pays importateur, à un acheteur ou à un consommateur effectif de ces aliments.

Risque du consommateur (CR)

Probabilité d'acceptation lorsque le niveau de qualité du procédé a une valeur indiquée par le plan d'échantillonnage pour acceptation comme insatisfaisante.

[SOURCE: ISO 3534:2]

Qualité de risque du consommateur (CRQ)

Elle signifie le niveau de qualité d'un lot ou d'un processus qui, dans un plan d'échantillonnage pour acceptation, correspond à un risque spécifié du consommateur.

[SOURCE: ISO 3534:2]

Note: La CRQ correspond au QL dans les normes ISO 2859 et ISO 3951.

Lot

Partie définie d'une population (constituée essentiellement dans les mêmes conditions que la population entière par rapport au but de l'échantillonnage).

[SOURCE: ISO 3534:2]

La Courbe d'efficacité (OC):

Courbe montrant la relation entre la probabilité d'acceptation du produit et le niveau de qualité entrant pour un plan particulier d'échantillonnage pour acceptation.

[SOURCE: ISO 3534:2]

Risque du producteur (PR)

Probabilité de rejet lorsque le niveau de qualité du procédé a une valeur indiquée par le plan comme acceptable.

[SOURCE: ISO 3534:2]

Qualité de risque du producteur (PRQ)

Elle signifie le niveau de qualité d'un lot ou d'un processus qui, dans un plan d'échantillonnage pour acceptation, correspond à un risque spécifié du producteur.

[SOURCE: ISO 3534:2]

Note: La CRQ correspond au NQA dans les normes ISO 2859 et ISO 3951.

Niveau de qualité

Qualité exprimée en taux d'éléments non conformes ou taux de nombre de non-conformités.

[SOURCE: ISO 3534:2]

Note: Dans les directives CXG 50, le niveau de qualité d'un lot particulier est souvent exprimé en termes de pourcentage d'éléments non conformes.

Échantillon

Un ou plusieurs éléments prélevés sur une population et destinés à fournir des informations sur la population et éventuellement servir de base à une décision sur la population ou sur le processus qui l'a produite.

[SOURCE: ISO 3534]

2 Échantillonnage pour acceptation - Principes généraux

2.1 Les motifs de l'échantillonnage

Alors que diverses mesures telles que l'analyse des risques et les points critiques pour leur maîtrise (HACCP), les bonnes pratiques de fabrication (BPF), le contrôle des processus et l'échantillonnage sont à la disposition des producteurs pour garantir la qualité des produits qu'ils fournissent, les consommateurs se remettent généralement à l'échantillonnage pour acceptation quand ils souhaitent vérifier la qualité des produits entrants.

Les procédures d'échantillonnage pour acceptation sont utilisées lorsque les marchandises sont transférées entre deux parties. Le but de ces procédures consiste à établir des règles sans ambiguïté pour libérer un produit après le seul contrôle d'un échantillon limité. Les deux parties sont pleinement conscientes des limites et des risques associés à l'utilisation de telles procédures et, par conséquent, la plupart des procédures d'échantillonnage pour acceptation devraient comprendre des dispositions pour traiter les litiges et les éléments non conformes trouvés dans les lots qui ont été acceptés par le plan d'échantillonnage.

Un plan d'échantillonnage pour acceptation spécifie le nombre d'échantillons à prélever et comment ils doivent être prélevés, la procédure utilisée pour les essais ou l'examen de ces échantillons, et le critère d'acceptation, basé sur les résultats des essais de ces échantillons, utilisés pour décider si un lot doit être accepté ou non.

En général, l'échantillonnage pour acceptation est utilisé pour:

- réduire les coûts
- permettre l'évaluation du produit lorsque les essais sont destructifs
- permettre une prise de décision plus rapide.

2.2 Les approches à l'échantillonnage pour acceptation

Il existe trois approches possibles à l'échantillonnage pour acceptation:

- (a) Le contrôle à 100%, impliquant un contrôle du lot entier (donc 100%);
- (b) Échantillonnage basé sur des principes statistiques
- (c) Contrôle *ad hoc*, c'est-à-dire des plans d'échantillonnage sans base statistique.

Les risques et les coûts associés à chacune de ces trois options seront brièvement examinés.

L'approche (a) n'est pas réalisable généralement en raison du coût prohibitif des essais et en outre, il ne restera peut-être aucun produit à vendre si la méthode de contrôle nécessitait des essais destructifs.

L'approche (b) présente l'inconvénient de faire courir des risques plus élevés par rapport à l'approche (a), car une partie du lot ne sera pas contrôlée. Cependant, en utilisant une approche basée sur des principes statistiques, les risques peuvent être calculés et on peut choisir un plan d'échantillonnage qui garantit que ces risques seront limités aux niveaux souhaités. Elle présente également l'avantage d'être plus pratique, avec des coûts moins élevés.

Dans le contrôle d'un lot on peut courir deux types de risques:

- accepter un lot de qualité insatisfaisante (risque du consommateur) et
- rejeter un lot de qualité acceptable (risque du producteur).

Les plans d'échantillonnage devraient être conçus pour pouvoir maîtriser ces risques aux niveaux appropriés, où les niveaux appropriés de risques sont déterminés en tenant compte du principe de l'aptitude au but poursuivi.

L'approche (c) n'est pas recommandée. Elle peut être utilisée pour des raisons pratiques, telles que des ressources limitées, ou pour des raisons de simplicité. Cependant, de tels plans peuvent ne pas fournir le niveau d'assurance attendu de la qualité des aliments et peuvent imposer par inadvertance des coûts élevés, par exemple par l'acceptation injustifiée d'aliments qui peuvent devenir sources de maladies ou par un rejet injustifié qui, à son tour, pourrait entraîner le recours aux amendes, aux pénalités ou aux sanctions commerciales. Dans la mesure du possible, les risques associés à de tels plans doivent être évalués. Les décisions d'acceptation ou de rejet ne doivent pas être prises uniquement sur la base de ces plans, sauf en cas d'un commun accord entre le consommateur et le producteur qui affirment bien comprendre les risques courus.

En résumé, l'approche (b) propose une solution pratique tout en garantissant que les risques sont contrôlés à des niveaux jugés appropriés sur la base de considérations d'aptitude au but poursuivi.

Échantillonnage pour acceptation contre évaluation de la conformité

L'échantillonnage pour acceptation et l'évaluation de la conformité n'ont pas les mêmes finalités. L'évaluation de la conformité est l'utilisation d'un résultat de mesure unique pour décider si un élément unique est conforme à une limite. L'échantillonnage pour acceptation est un procédé dans lequel un échantillon⁶ est prélevé d'un lot et il implique la détermination des critères d'acceptation et de la taille de l'échantillon pour décider si un lot est accepté ou rejeté.

La définition la plus large de l'évaluation de la conformité peut être considérée comme incluant l'échantillonnage pour acceptation. Cependant, dans un sens plus limité, l'évaluation de la conformité peut être comprise comme se référant spécifiquement à la situation dans laquelle un seul résultat de mesure est utilisé pour décider si un seul élément d'intérêt est conforme à une exigence spécifique. Si l'évaluation de la conformité est entendue dans ce sens plus limité, il est alors important de faire une distinction entre l'évaluation de la conformité et l'échantillonnage pour acceptation. Dans cette section, l'évaluation de la conformité sera comprise dans ce sens plus limité.

Bien que l'échantillonnage pour acceptation et l'évaluation de la conformité impliquent des procédures similaires, et que les risques pour le consommateur et le producteur soient définis pour les deux, ils sont effectués dans des contextes différents et poursuivent des objectifs différents.

Évaluation de la conformité

Dans l'évaluation de la conformité, la conformité est évaluée par moyen de l'application d'une règle de décision qui tient compte de l'incertitude de mesure. En fonction du mesurande, l'incertitude de mesure peut inclure ou non l'incertitude de l'échantillonnage. Selon la règle de décision, il peut y avoir des cas où l'évaluation n'est pas concluante.

Échantillonnage pour acceptation

Dans l'échantillonnage pour acceptation, au moins un résultat de mesure (généralement plus d'un) est utilisé pour décider d'accepter ou de rejeter un lot sous contrôle. Le plan d'échantillonnage pour acceptation comprend à la fois des exigences concernant la procédure d'échantillonnage (par exemple, le nombre d'éléments à prélever dans le lot) et un critère d'acceptation. Le plan d'échantillonnage pour acceptation est déterminé de manière à garantir que les risques du producteur et/ou du consommateur sont suffisamment faibles pour un niveau de qualité spécifique. Dans l'échantillonnage pour acceptation la variation des caractéristiques d'intérêt dans le lot est toujours prise en considération; cependant, l'incertitude analytique n'est prise en compte que si elle est non négligeable. Le contexte du contrôle des lots est généralement un accord commercial entre deux partenaires commerciaux. Dans l'échantillonnage pour acceptation, un lot est toujours soit accepté, soit rejeté ; il n'y a pas de cas de contrôles de lots non concluants.

Dans le cas où le niveau de qualité est exprimé en termes de pourcentage d'éléments non conformes, la distinction entre l'échantillonnage pour acceptation et l'évaluation de la conformité est assez précise; le mesurande est défini pour les éléments individuels, et ainsi la question de la conformité à une exigence spécifique ne peut être formulée que par rapport aux les éléments individuels. Cependant, l'acceptation ou le rejet d'un lot n'est pas décidé sur la base de la conformité ou de la non-conformité

⁶ Pour la définition voir la Section 1.3.

d'un élément individuel ; au contraire, le critère d'acceptation est exprimé en termes de pourcentage d'éléments non conformes, c'est-à-dire en termes de répartition des caractéristiques d'intérêt parmi les éléments du lot. Les différences entre l'échantillonnage pour acceptation et l'évaluation de la conformité sont résumées dans le tableau suivant.

	Évaluation de la conformité	Échantillonnage pour acceptation
Nombre des résultats de mesure	Typiquement : un	Typiquement : plusieurs (Par exemple : si le lot est composé d'éléments distincts, plusieurs éléments sont prélevés et il y a un résultat de mesure par élément)
L'incertitude de mesure analytique est-elle prise en compte dans la règle de décision / dans le critère d'acceptation ?	Toujours (si possible)	Uniquement si l'incertitude de mesure analytique est non négligeable (par rapport à l'écart type du lot)
La composante d'échantillonnage de l'incertitude de mesure est-elle prise en compte ?	En fonction du mesurande, il peut ou non être nécessaire d'inclure l'incertitude d'échantillonnage	L'incertitude de l'échantillonnage toujours pris en compte
Le contexte	Dans de nombreux cas : l'évaluation de la conformité est effectuée par rapport à une limite légale	Le contexte est souvent un accord entre partenaires commerciaux
Évaluation non concluante	Selon la règle de décision, l'évaluation peut être non concluante.	Il n'y a pas de contrôles non concluants : les lots sont soit acceptés, soit rejetés.

Des précisions supplémentaires concernant le terme mesurande et la distinction entre l'incertitude d'échantillonnage et l'incertitude analytique sont fournies sous la section 0.

Note 1: La figure 1 dans les directives CXG 54 illustre une procédure qui peut être appliquée dans l'évaluation de la conformité (cette procédure peut donner des résultats non concluants). Cette procédure ne doit pas être appliquée dans l'échantillonnage pour acceptation.

Note 2: Si l'échantillon prélevé lors du contrôle des lots est constitué d'un seul élément, les risques producteur/consommateur peuvent être mal maîtrisés. Néanmoins, il existe des plans d'échantillonnage spéciaux pour le contrôle des lots basés sur un seul élément. Ces plans ne doivent pas être confondus avec la procédure d'évaluation de la conformité illustrée à la Figure 1 des directives CXG 54.

2.3 Performance du plan d'échantillonnage pour acceptation

La variation est présente partout; les matières premières varient dans leur composition, les processus de fabrication peuvent varier et, par conséquent, les produits fabriqués par ces procédés varient également. Ainsi, lorsque nous prélevons plusieurs échantillons d'un lot, nous ne nous attendons pas à ce que ces échantillons soient de la même composition. De plus, la présence de l'incertitude de mesure signifie que lorsque ces échantillons sont soumis aux essais, nous n'obtiendrons pas le même résultat, même quand l'essai du même échantillon est répété. De même, nous ne nous attendrions pas à ce que les résultats de différents ensembles d'échantillons prélevés sur le même lot ou de ceux provenant de lots différents (à partir du même processus) soient toujours les mêmes; car il y aura toujours une certaine variation.

En raison de cette variation, l'acceptation à tort, ou le rejet à tort des lots ne peut être évité. Cependant, l'utilisation d'une description statistique de la variation au sein d'un lot et de l'incertitude du processus de mesure permet de calculer la probabilité d'accepter correctement ou incorrectement un lot à un niveau de qualité particulier et pour un plan d'échantillonnage particulier.

Dans l'échantillonnage pour acceptation la probabilité d'acceptation dépend :

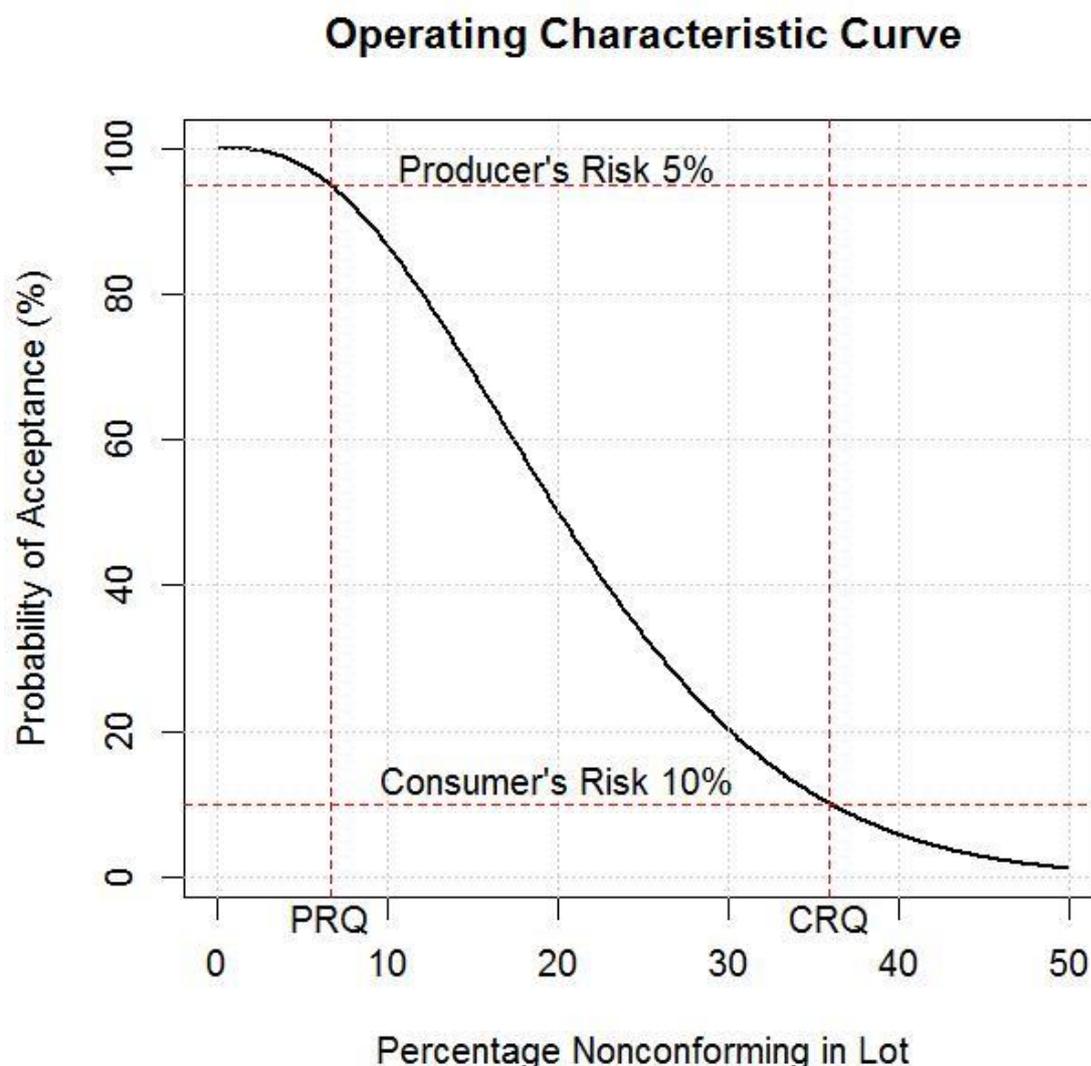
- du niveau de qualité (pourcentage non conforme) du lot soumis au contrôle

- du critère d'acceptation (notamment pour le plan d'échantillonnage en question)
- de la variation des caractéristiques au sein du lot
- du biais et de la variation inhérents au processus de mesure (dans le cas d'une incertitude analytique non négligeable).

Dans la pratique, le niveau de qualité (pourcentage non conforme) d'un lot n'est pas connu à l'avance mais, pour un plan particulier d'échantillonnage pour acceptation, il est possible de calculer la probabilité d'acceptation pour n'importe quel niveau de qualité. La relation entre la probabilité d'acceptation et le niveau de qualité pour un plan d'échantillonnage particulier est décrit par la courbe d'efficacité.

2.3.1 La Courbe d'efficacité (OC)

Le diagramme suivant est un exemple d'une courbe d'efficacité (OC) qui indique la probabilité d'acceptation (ou de rejet) d'un lot en termes de son niveau de qualité (pourcentage de la non-conformité) dans l'ensemble du lot. Cela souligne que la spécification des niveaux de qualité est fondamentale pour la conception d'un plan d'échantillonnage.

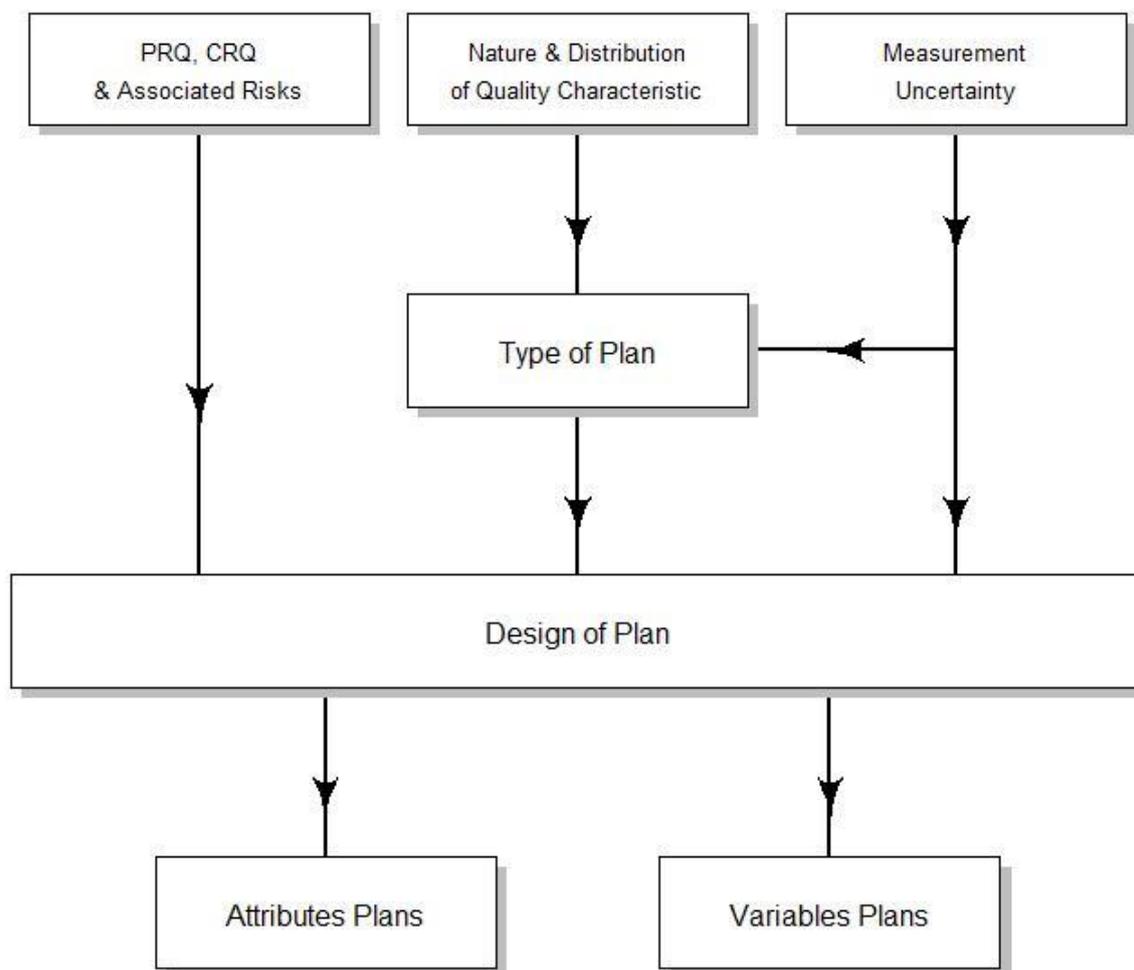


Note: Notez que la courbe d'efficacité ne dit rien sur la qualité d'un lot spécifique; elle ne sert qu'à démontrer la probabilité d'accepter le lot à un niveau de qualité particulier.

3 La conception des plans d'échantillonnage

3.1 Processus de conception du plan d'échantillonnage

Sampling Plan Design Process



3.2 Contributions aux plans d'échantillonnage

3.2.1 Rigueur

Comme il a été expliqué, l'application de plans d'échantillonnage pour acceptation n'élimine pas le risque qu'un lot de mauvaise qualité soit accepté à tort ou qu'un lot de bonne qualité soit rejeté à tort.

Toutefois, la conception de tels plans selon des principes statistiques permet de maîtriser ces risques. Ceci est réalisé en spécifiant un niveau de qualité du risque du producteur particulier, la PRQ, et un niveau de qualité du risque du consommateur particulier, la CRQ, ainsi qu'un risque du producteur (PR) et un risque du consommateur (CR) correspondants respectivement. Une fois que ces quatre paramètres, la PRQ, la CRQ, le PR et le CR, sont spécifiés, la probabilité d'acceptation et donc les risques du producteur et du consommateur à n'importe quel niveau de qualité sont déterminés de manière unique.

Le terme rigueur est utilisé dans les présentes directives pour désigner la capacité d'un plan d'échantillonnage à maîtriser les risques pour le consommateur et le producteur d'accepter ou de rejeter à tort un lot, à tout niveau de qualité spécifié.

Le risque du producteur est souvent spécifié à 5 %, ce qui signifie que la probabilité de rejeter un lot avec une PRQ est d'au plus 5 %. De même, le risque du consommateur est généralement choisi à 10 %, ce qui signifie que la probabilité d'accepter un lot avec une CRQ est d'au plus 10 %. Au cas où n'importe quel de ces quatre paramètres est modifié, la maîtrise des risques du producteur et du consommateur sera modifiée.

Dans certaines situations, telles que les caractéristiques liées à la sécurité alimentaire où la maîtrise du risque du consommateur est primordiale, il peut ne pas être approprié de prendre en compte le risque du producteur dans la conception des plans d'échantillonnage. Cela conduit à deux options distinctes pour la spécification des risques.

Option 1 : Plans qui contrôlent explicitement à la fois le risque du consommateur et le risque du producteur :

- la PRQ et la CRQ, ainsi que les probabilités admissibles respectives de rejet à tort (PR) et d'acceptation à tort (CR) sont spécifiées.

Option 2 : Plans qui ne contrôlent explicitement que le risque du consommateur :

- les plans pour l'évaluation de lots composés d'éléments distincts

3.2.2 Aptitude au but poursuivi

Les méthodes Codex d'échantillonnage devraient être conçues de façon à « *assurer que des pratiques d'échantillonnage loyales et valides sont utilisées pour vérifier la conformité d'une denrée alimentaire à une norme spécifique produit du Codex* ».7. Lorsque les comités de produits ont inclus des plans d'échantillonnage dans une norme de produit Codex, celles-ci devront être soumises au Comité du Codex sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage (CCMAS) pour confirmation avec certaines informations relatives au plan d'échantillonnage.

Les plans d'échantillonnage provenant d'autres sources sont toujours acceptables sous réserve de leur confirmation par CCMAS.

Les Principes régissant l'application des procédures d'échantillonnage et d'essai dans le commerce international des denrées alimentaires (CXG 83-2013) stipulent que :

« Les procédures d'échantillonnage et d'essai sont aptes au but poursuivi dans une procédure donnée d'évaluation d'un produit si, lorsqu'elles sont utilisées en parallèle avec les critères de décision appropriés, les probabilités d'acceptation ou de rejet erroné d'un lot ou d'une livraison sont acceptables ».

Loyauté

La loyauté doit impliquer la prise en compte des risques du consommateur et du producteur, afin d'éviter des situations telles que les suivantes :

- plans d'échantillonnage présentant une rigueur inappropriée, par ex. des plans d'évaluation de la composition plus rigoureux que ceux utilisés pour la sécurité sanitaire des aliments
- risques élevés pour le producteur ou le consommateur pouvant résulter de l'utilisation de plans d'échantillonnage non fondés sur des spécifications appropriées des risques admissibles
- plans d'échantillonnage non fondés sur des principes statistiquement valables, par ex. des plans *ad hoc* ou des plans qui ne tiennent pas (correctement) compte de l'incertitude de mesure.

En plus, dans l'intérêt de la loyauté, les concepteurs des plans doivent également tenir compte des mesures que le producteur devrait prendre pour garantir la conformité, étant donné qu'il n'est généralement pas approprié pour le producteur d'utiliser le même plan d'échantillonnage que le plan utilisé par le consommateur.

Dans le choix d'un plan d'échantillonnage il faut s'assurer que les producteurs ne soient pas exposés à des coûts déraisonnables d'échantillonnage et d'essai, de perte de rendement ou de rejet excessif de leurs produits afin d'obtenir la conformité.

⁷—Section II Élaboration des textes du Codex : Principes II l'établissement ou le choix de procédures d'échantillonnage du Codex : Objet des méthodes d'échantillonnage du Codex (Manuel de procédure du Codex Alimentarius, édition la plus récente).

Faisabilité

Il est important de s'assurer que tout plan d'échantillonnage choisi sera pratique à appliquer en termes de coût d'échantillonnage et d'essai et de facilité d'utilisation.

D'autres stratégies pourraient être utilisées pour concevoir des plans d'échantillonnage plus économiques en termes d'échantillonnage et d'essais, comme par exemple :

- gérer les taux moyens de non-conformité à moyen et à long terme, plutôt que de payer éventuellement une prime élevée sur les coûts des essais avec des niveaux d'assurance élevés sur une base de lot par lot
- l'utilisation des plans « indifférents » qui sont conçus autour du « niveau de qualité indifférente » (IQL), soit le niveau de défautueux avec 50% d'acceptation, plutôt que sur la base de PRQ, CRQ. Cela conduit à des plans ayant des tailles d'échantillon que l'on peut mieux gérer.
- les compensations (offsets), parfois appelés bandes de garde ou tampons, entre les limites utilisées dans les critères d'acceptation et les limites de spécification effectives d'une disposition peuvent être utilisées pour réduire le risque pour le consommateur, ainsi que le nombre d'échantillons éventuellement déraisonnablement élevé. Cependant, les compensations doivent être utilisées avec prudence dans l'intérêt de l'équité envers les producteurs.

L'échantillonnage pour acceptation nécessite souvent des niveaux de protection à la fois pour le consommateur et le producteur qui exigent de grandes tailles d'échantillons par rapport à la taille du lot. Une taille d'échantillon particulière peut cependant s'appliquer conjointement à plusieurs lots s'il peut être démontré que les lots sont homogènes. Cela réduit l'impact économique d'un échantillon nécessairement grand. Si les lots ne sont pas homogènes, cela ne peut pas se produire.

3.2.3 Limites de spécification

Pour une caractéristique particulière, une limite de spécification peut être exprimée comme une limite minimale ou maximale (ou les deux) appliquées soit à chaque élément individuel d'un lot, soit au niveau moyen.

Les limites de spécification devraient s'appliquer aux valeurs vraies des caractéristiques plutôt qu'aux mesures elles-mêmes. Il s'ensuit que les évaluations de la conformité d'un lot doivent également se faire en termes de valeurs « vraies » de la caractéristique au sein du lot (voir la section 5.2.1).

Compensations (offsets)

Il est important d'examiner si une limite de spécification donnée a une compensation (offset) (bande de garde) intégrée en elle-même et si cette compensation reflète l'incertitude de mesure associée à une procédure d'essai particulière.

De nombreuses dispositions relatives aux contaminants chimiques et microbiologiques comportent des compensations intégrées entre les limites de spécification et les niveaux de contamination auxquels les aliments pourraient devenir impropres à la consommation. Dans de tels cas, il n'est peut-être pas nécessaire de concevoir des plans qui assurent des niveaux élevés de protection contre le dépassement des limites, car le risque du consommateur est déjà bien contrôlé par ces compensations.

L'utilisation de compensations permet une réduction de la taille de l'échantillon ; par exemple, alors que des échantillons de grande taille sont nécessaires pour montrer qu'un lot ne contient pas, par exemple, plus de 1 % de produits non conformes, des échantillons de taille beaucoup plus petite sont nécessaires pour montrer qu'il n'y a pas plus de 10 % du produit d'un qui dépasserait une limite plus stricte.

3.2.4 Homogénéité du lot

Les plans d'échantillonnage pour acceptation sont généralement basés sur l'hypothèse que les lots sont homogènes ; en effet, la définition internationale d'un lot est « une quantité de produit produite dans des conditions présumées uniformes ».

Si ces plans sont appliqués à des lots hétérogènes, les risques du producteur et du consommateur peuvent dépasser les niveaux admissibles.

Procédure d'échantillonnage

En ce qui concerne l'homogénéité, il faut faire une distinction entre :

- le type (forme) de la distribution, tel que déterminé sur la base des connaissances antérieures (par exemple, distribution *normale*)
- la *répartition spatiale* de la caractéristique au sein du lot.

Au cas où un échantillonnage aléatoire est utilisé (comme recommandé pour tous les plans dans ces directives), la répartition spatiale n'a pas d'importance. Prenons l'exemple suivant : un lot donné est composé d'éléments distincts dans un conteneur. Pour tous les éléments, la caractéristique suit une distribution normale. Cependant, la moitié inférieure du conteneur contient des éléments avec des valeurs inférieures et la moitié supérieure contient des éléments avec des valeurs plus élevées. En d'autres termes, la répartition spatiale *n'est pas* aléatoire. Tant qu'un échantillonnage aléatoire⁸ est effectué, l'échantillon sera représentatif du lot. Cependant, si seuls les éléments de la couche supérieure sont pris, ce ne sera pas le cas

Pour cette raison, si aucune information préalable concernant la répartition spatiale n'est disponible, un échantillonnage aléatoire doit être effectué. En d'autres termes, si un échantillonnage aléatoire est effectué, la répartition spatiale n'a aucun impact sur l'homogénéité.

En revanche, si les connaissances préalables indiquent que la distribution spatiale de la caractéristique au sein du lot est aléatoire, un échantillonnage aléatoire n'est pas nécessaire pour obtenir un échantillon représentatif.

Au cas où un échantillonnage aléatoire ne peut pas être effectué, l'échantillon ne sera représentatif que dans la mesure où la répartition spatiale est aléatoire. En ce sens, si l'échantillonnage aléatoire ne peut être effectué, l'homogénéité du lot dépend de la répartition spatiale.

Les sections 0 et 0 fournissent des orientations supplémentaires concernant le contrôle de lots non homogènes constitués respectivement de matériaux en vrac ou d'éléments distincts.

3.2.5 La répartition de la caractéristique

Les options pour les plans d'échantillonnage dépendent du fait que les résultats des essais sont des mesures (données de variables) ou bien qu'ils sont des résultats nominaux (données d'attributs). Dans certains cas, les données de mesures peuvent être classées comme des résultats binaires, mais cela ne doit être fait qu'après un examen attentif des options d'échantillonnage disponibles, car la taille de l'échantillon pour le contrôle des attributs peut être beaucoup plus grande que pour les données de mesures.

Dans le cas de données de mesures, la répartition statistique supposée des mesures dans le lot doit également être spécifiée, notamment est-ce que la caractéristique est normalement répartie, s'agit-il d'une proportion liée à la composition, ou d'une autre type de répartition. S'il n'est pas possible de faire une hypothèse concernant la distribution des données, les résultats peuvent être classés comme des attributs (tant que l'incertitude de mesure est négligeable (voir la section 3.2.8), ou bien des plans basés sur la méthode de non-conformité fractionnaire (FNC) peuvent être utilisés (tant que l'incertitude de mesure est non négligeable (voir section 5.2.6).

Cependant, il n'est pas nécessaire que la caractéristique suive exactement la répartition supposée (et dans tous les cas il est difficile de vérifier la conformité à une répartition sur la base d'un petit échantillon). Dans la pratique il suffit que la répartition supposée offre un modèle satisfaisant pour le comportement de la caractéristique du lot. Par contre, si la distribution réelle dans le lot diffère sensiblement de la distribution supposée, les risques du producteur et du consommateur peuvent alors dépasser les niveaux autorisés spécifiés dans la conception du plan.

Une hypothèse typique ("par défaut") dans les plans aux mesures est que la caractéristique suit une hypothèse normale.

Il est important de noter que dans le cas des plans aux attributs, la distribution binomiale est toujours disponible comme une hypothèse "par défaut", et que les écarts par rapport à cette hypothèse concernant le type (forme) de la distribution auront très peu d'impact sur les risques du producteur et du consommateur.

Les sections 0 et 0 fournissent des orientations supplémentaires concernant le contrôle de lots non homogènes constitués respectivement de matériaux en vrac ou d'éléments distincts.

⁸Dans le cadre du contrôle des lots, l'échantillonnage aléatoire signifie que tous les éléments ou parties du lot ont la même probabilité d'être prélevés dans l'échantillon.

Connaissances préalables concernant la distribution d'une caractéristique

Dans le cadre de l'échantillonnage pour acceptation, l'acceptation ou le rejet d'un lot est décidé sur la base d'un échantillon (l'ensemble des échantillons individuels prélevés sur le lot). La relation entre la probabilité d'acceptation (après l'application d'un plan d'échantillonnage donné) et le niveau de qualité du lot est déterminée sur la base des connaissances préalables concernant la distribution de la caractéristique au sein du lot.

Cela signifie qu'une connaissance préalable est requise *même dans les cas du contrôle de lots isolés*. En d'autres termes, le contrôle de lots isolés ne signifie pas qu'aucune information préalable n'est disponible. Tout au contraire, une information préalable est toujours requise. Parfois, ces informations préalables prennent la forme d'hypothèses (tacites) basées sur l'expérience et le jugement des experts. Par exemple, une hypothèse typique ("par défaut") dans les plans aux mesures est que la caractéristique suit une hypothèse normale.

Si la distribution réelle dans le lot diffère sensiblement de la distribution supposée, les risques du producteur et du consommateur peuvent alors dépasser les niveaux autorisés spécifiés dans la conception du plan. Il y a deux façons dont la distribution réelle peut différer de la distribution supposée sur la base des connaissances préalables :

- le type (forme) de la distribution. Par exemple, l'hypothèse étant que la distribution est normale alors qu'en fait, la distribution est lognormale
- les paramètres de la distribution. Par exemple, on suppose que l'écart type du lot est le même que l'écart type (sous-jacent) du procédé, alors qu'en fait il est deux fois plus grand.

Il est important de noter que dans le cas des plans aux attributs, la distribution binomiale est toujours disponible comme une hypothèse "par défaut", et que les écarts par rapport à cette hypothèse concernant le type (forme) de la distribution auront très peu d'impact sur les risques du producteur et du consommateur.

3.2.6 L'écart type du lot

Dans le contexte de ces directives, la population considérée est le lot lui-même plutôt que le processus sous-jacent. Pour cette raison, le rôle que joue l'écart type du procédé σ dans les normes ISO 3951 est désormais repris par l'écart type du lot. L'écart type du lot peut être représenté soit par sa valeur vraie σ (sigma) ou par une estimation (souvent notée s) de σ .

L'écart type du lot n'est pertinent que pour les plans aux mesures, en particulier pour les caractéristiques qui sont normalement réparties ou qui suivent d'autres distributions, telles que la distribution lognormale⁹, qui sont liés à la distribution normale.

Pour une caractéristique particulière, l'écart type du lot est une mesure de la variation aléatoire de la caractéristique dans le lot contrôlé.

Il est prévu que pour les lots isolés, l'écart type du lot sera généralement calculé à partir des résultats d'essai obtenus pendant le contrôle. Néanmoins, il existe des cas où l'écart type du lot peut être connu, en particulier lorsque le lot a été produit par un procédé avec un écart type de procédé connu. Cela peut être adopté comme écart type du lot. Dans de tels cas, la taille de l'échantillon du plan d'échantillonnage peut être considérablement réduite.

Si l'écart type du procédé est connu, il est important de déterminer est-ce qu'il a été obtenu sur la base d'un nombre suffisamment important de données pour s'assurer qu'il fournit une caractérisation fiable de la variation au sein du procédé.

Note: Dans l'échantillonnage pour acceptation, l'écart type du lot est toujours basé sur un échantillon aléatoire simple. Cependant, en principe, d'autres procédures d'échantillonnage peuvent être applicables, telles que celles décrites à l'Appendice C.2 d'EURACHEM¹⁰ /Guide CITAC: Measurement uncertainty arising from sampling. Ce guide décrit plusieurs procédures de calcul de l'incertitude d'échantillonnage Il ne décrit pas les procédures d'échantillonnage pour acceptation.

⁹ Pour les caractéristiques distribuées lognormalement, les logarithmes des « mesures » sont distribués normalement

¹⁰ Un réseau d'organisations en Europe ayant pour objectif d'établir un système de traçabilité internationale des mesures chimiques et de promouvoir les bonnes pratiques de qualité

3.2.7 L'incertitude de mesure

Dans le cadre du contrôle des lots, il est important de déterminer si les composantes analytiques de l'incertitude de mesure - y compris l'incertitude qui découle du sous-échantillonnage de l'échantillon de laboratoire (voir la section 5.2.6) - peuvent être considérées comme négligeables. Cela se fait généralement en tenant compte du rapport de l'incertitude analytique et de l'écart type du lot. Si la composante analytique de l'incertitude de mesure ne peut être considérée comme négligeable, elle doit être prise en compte dans le critère d'acceptation.

L'ajustement de la composante analytique de l'incertitude de mesure dans l'échantillonnage pour acceptation est discuté plus en détail sous la section 5.

L'écart type du lot représente déjà l'hétérogénéité au sein du lot et toute autre incertitude découlant de la procédure d'échantillonnage. Pour cette raison, afin de déterminer si un ajustement est nécessaire, seule la composante analytique de l'incertitude de mesure doit être prise en compte.

Le terme erreur de mesure ne doit pas être utilisé, car le terme a été remplacé par l'accent mis sur l'incertitude partout dans le JCGM¹¹, normes et directives ISO et EURACHEM, telles que reflétées dans les Directives sur l'incertitude de mesure (CXG 54-2004) et telles qu'adoptées dans les présentes directives.

3.2.8 La taille du lot

La taille du lot n'est pas normalement une contribution nécessaire pour la conception de plans d'échantillonnage destinés à traiter les risques du consommateur et du producteur dans l'échantillonnage pour acceptation. Cependant, la spécification de la taille du lot est nécessaire pour des plans par attributs appliqués aux petits lots et elle est une contribution aux plans d'échantillonnage décrits dans les normes ISO 2859 et ISO 3951 (voir les sections 0, 0 et l'AppendiceII).

¹¹Comité commun pour les guides en métrologie (JCGM)

4 Plans d'échantillonnage

4.1 La sélection des plans d'échantillonnage

Le tableau suivant offre des références aux sections pertinentes dans le cadre de ces Directives :

Tableau 2 : Référence à la partie pertinente du document pour la sélection des plans d'échantillonnage

Lots homogènes				
Type de données	Caractère des dispositions	Répartition	Incertitude de mesure négligeable	Incertitude de mesure non-négligeable
Attributs	Minimum ou maximum	Non applicable	Contrôle par plans aux attributs (section 4.2) Appendice II Tableau 8.4.1	Erreurs de contrôle connues (section 5.1.1)
Mesures	Minimum ou maximum	Normale	Contrôle par plans aux mesures (section 4.3) Appendice II Tableau 8.4.2	Erreur de répétabilité (pas de biais spécifique au laboratoire) (section 5.2.6)
				Incertitude de mesure générale (sections 5.2.5, 5.2.7, 5.2.8)
				Plans de non conformité fractionnaire (section 5.2.8)
	Minimum ou maximum	Non normale	Classification par attributs (Section 4.3.3)	Plans de non conformité fractionnaire (section 5.2.8)
Mesures	Minimum ou maximum	Proportions liées à la composition	Plans par proportions liées à la composition (section 4.4.10)	Non inclus
	Niveau moyen	Non applicable	Plans par niveau moyen (section 4.3.5)	Non inclus
Lots hétérogènes (matériaux en vrac)				
Attributs	Minimum ou maximum	(essai à blanc)	Plans par attributs (section 4.4.6)	
Mesures	Minimum ou maximum	(essai à blanc)	Plans aux mesures (section 4.4.9)	
	Niveau moyen	Non applicable	Plans par niveau moyen (section 4.4.8)	

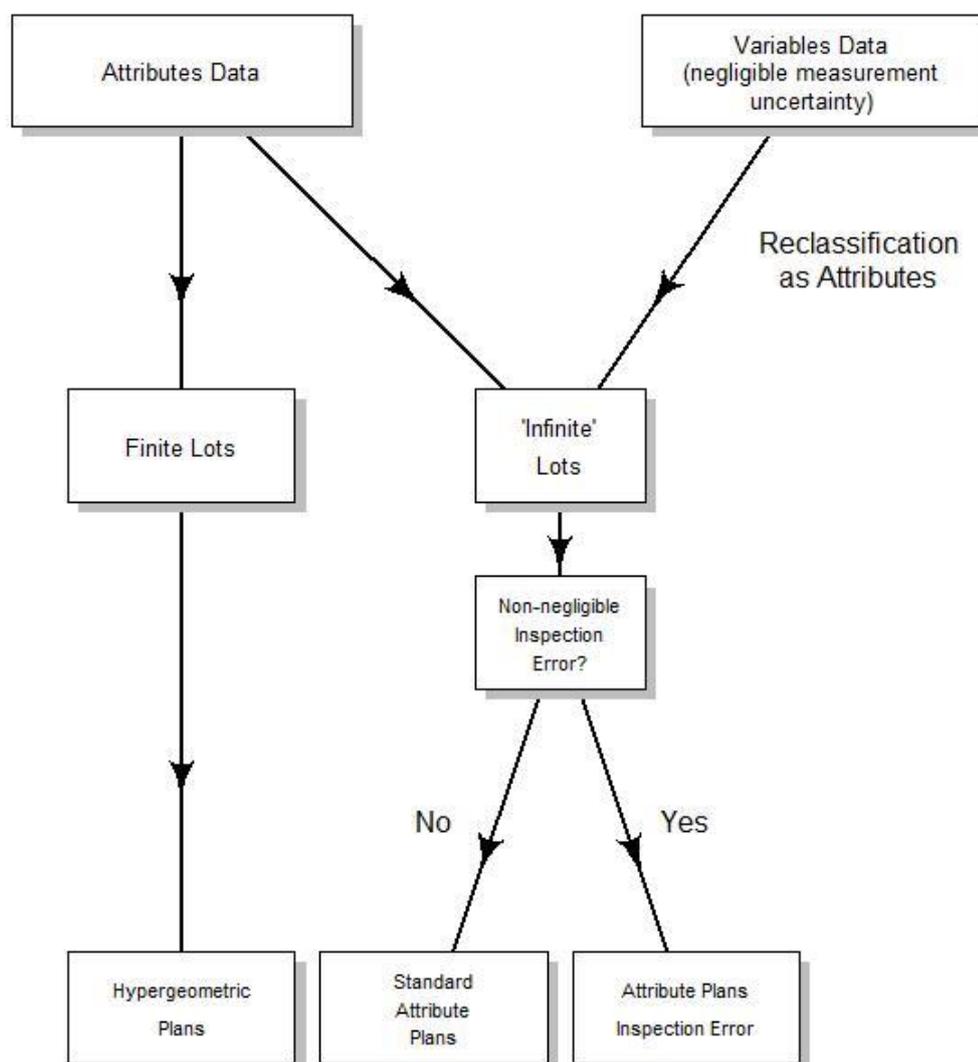
4.2 Contrôle par plans par attributs

4.2.1 Introduction

Ces plans sont généralement appelés plans d'échantillonnage aux attributs. Il s'agit du type de plan d'échantillonnage unique le plus simple car les résultats du contrôle sont classés en seulement deux catégories de résultats - conforme ou non conforme. Puisqu'ils sont applicables à toutes les situations d'échantillonnage, ils sont devenus le point de référence à laquelle tous les autres plans d'échantillonnage peuvent être comparés.

Le diagramme suivant montre le processus de sélection des plans d'échantillonnage aux attributs car ceci dépend du type de données et de la nature du lot.

Selection of Inspection by Attributes Plans



4.2.2 Plans d'échantillonnage par attributs à deux classes

Les plans par attributs à deux classes sont définis par deux chiffres, la taille de l'échantillon n , le nombre d'éléments à prélever sur le lot soumis au contrôle et le critère d'acceptation c , le nombre maximal d'éléments non conformes pouvant être identifiés dans l'échantillon pour l'acceptation du lot. Si le nombre d'éléments non conformes dans l'échantillon est inférieur ou égal à c , le lot peut être accepté. Si le nombre d'éléments non conformes dans l'échantillon est supérieur à c , le lot est rejeté. Dans leur forme la plus générale, le nombre d'échantillons n et le critère d'acceptation c de ces plans sont déterminés à partir des spécifications des risques admissibles du consommateur et du producteur. Il convient de noter que c n'a pas besoin d'être égal à zéro (voir la section 4.2.5).

Ces plans peuvent être utilisés soit pour des lots isolés, soit pour une série continue de lots constitués d'éléments distincts ou de matériaux en vrac.

4.2.3 Les normes ISO - plans par attributs

Les normes ISO 2859 fournissent des plans d'échantillonnage qui sont indexés par CRQ ou PRQ. Dans ces normes la taille du lot est une donnée d'entrée des plans d'échantillonnage car la taille de l'échantillon dépend de la taille du lot.

Les plans ISO 2859-2 sont indexés par la CRQ et sont destinés au contrôle de lots isolés homogènes constitués d'éléments distincts. Ces plans sont adaptés à une application dans le domaine de la sécurité

alimentaire lorsqu'il n'est pas opportun de contrôler explicitement les risques des producteurs dans la conception des plans.

L'Appendice II contient des tableaux pour les plans de contrôle par plans aux attributs de la norme ISO 2859-1

Ces plans sont indexés par la PRQ.

4.2.4 Plans pour petits lots (basés sur la répartition hypergéométrique)

Si la taille de l'échantillon est importante par rapport à la taille du lot, on peut faire l'économie d'un certain nombre d'échantillons. En règle générale, de telles économies sont possibles quand le nombre d'échantillons, calculé en supposant une taille de lot infinie, est supérieur à 10% de la taille du lot. Pour les lots théoriquement infinis les plans d'échantillonnage basés sur la distribution hypergéométrique revient au même que les plans généraux à deux classes basés sur la distribution binomiale.

4.2.5 Plans d'échantillonnage à critère d'acceptation zéro

Les plans d'échantillonnage à critère d'acceptation zéro (ZAN) représentent un cas particulier des plans à deux classes dans lesquels le critère d'acceptation est égal à zéro ($c = 0$). Ils sont utilisés dans des situations plus critiques telles que les agents pathogènes ou les corps étrangers où seul le risque pour le consommateur est pris en compte directement et l'acceptation des lots exige que des éléments non conformes ne soient pas détectés lors du contrôle.

Cependant, ce n'est pas parce que des articles non conformes n'ont pas été trouvés qu'ils ne sont pas présents dans des lots qui ont passé le contrôle avec succès. Un des inconvénients des plans ZAN consiste à ce qu'ils font une différenciation médiocre entre les lots de bonne qualité et de mauvaise qualité, ce qui signifie qu'ils peuvent ne pas être généralement applicables. Les faibles nombres d'échantillons généralement utilisés pour les applications microbiologiques permettent d'assurer des niveaux élevés de protection des consommateurs en raison des décalages importants entre les limites utilisées dans ces plans et les niveaux de contamination auxquels les aliments deviennent dangereux voir section 3.2.4).

Des plans ZAN pour des lots finis peuvent également être conçus sur la base de la distribution hypergéométrique.

4.2.6 Plans par attributs à trois classes

Dans ces plans, les résultats des contrôles sont groupés en trois classes, généralement appelées «bons», «marginiaux» et «pauvres» ou «inacceptables». Ce type de plan est fréquemment utilisé dans les évaluations microbiologiques. Ils ont l'avantage, par rapport aux plans à deux classes, d'assurer une meilleure répartition entre les qualités bonne et mauvaise, c'est-à-dire qu'ils ont des courbes d'efficacité «plus raides» que les plans à deux classes pour le même nombre d'échantillons.

Les plans à trois classes sont définis par quatre chiffres (n, c, m, M) où:

- n est le nombre d'échantillons à prélever;
- c est le nombre maximal d'échantillons «marginiaux» autorisés pour l'acceptation du lot
- m est la limite qui sépare les échantillons de bonne qualité des échantillons de mauvaise qualité
- M est la limite microbiologique au-dessus de laquelle les échantillons sont classés comme «mauvais»
- Les échantillons avec des résultats se situant entre m et M sont classés comme marginaux.

Les lots sont acceptés à condition:

- qu'aucun des échantillons n n'est mauvais, avec des niveaux supérieur à M
- qu'au plus un nombre c des échantillons sont marginaux, avec des niveaux entre m et M

Si $m=M$, le plan à trois classes devient un plan à deux classes.

L'évaluation de ces plans exige généralement de faire une hypothèse sur la répartition sous-jacente de la caractéristique identifiée, telle que la distribution lognormale des paramètres microbiologiques. Cela pourrait également s'appliquer aux plans à deux classes, en particulier pour les plans microbiologiques.

Des plans de trois classes pour des lots finis peuvent également être conçus sur la base de la distribution hypergéométrique.

4.2.7 Plans aux données de variables (où une répartition appropriée n'est pas connu)

Si la distribution sous-jacente d'une caractéristique mesurée dans un lot n'est pas connue et que nous ne sommes pas prêts à supposer que la caractéristique peut être décrite correctement par la distribution normale ou toute autre distribution, alors le seul recours disponible est de classer les résultats comme conformes ou non conformes par rapport à la limite de spécification et à utiliser des plans par attributs. Notez que cette approche ne doit être utilisée que lorsque l'incertitude de mesure est négligeable.

4.2.8 Plans par attributs à plusieurs caractéristiques

Les plans par attributs peuvent être appliqués facilement à plusieurs caractéristiques en classant les éléments contrôlés comme non conformes si l'une des caractéristiques individuelles n'est pas conforme.

De toute évidence, il ne sera logique d'appliquer un plan à plusieurs caractéristiques qu'au cas où les caractéristiques individuelles étaient d'une «rigueur» similaire, c'est-à-dire que le même plan ou un plan similaire serait utilisé si les caractéristiques étaient contrôlées individuellement. Ces plans ont l'avantage, par rapport à l'utilisation de plans individuels, de permettre une meilleure maîtrise du risque du producteur, c'est à dire de rejeter à tort des lots de bonne qualité.

4.3 Contrôle par plans aux mesures

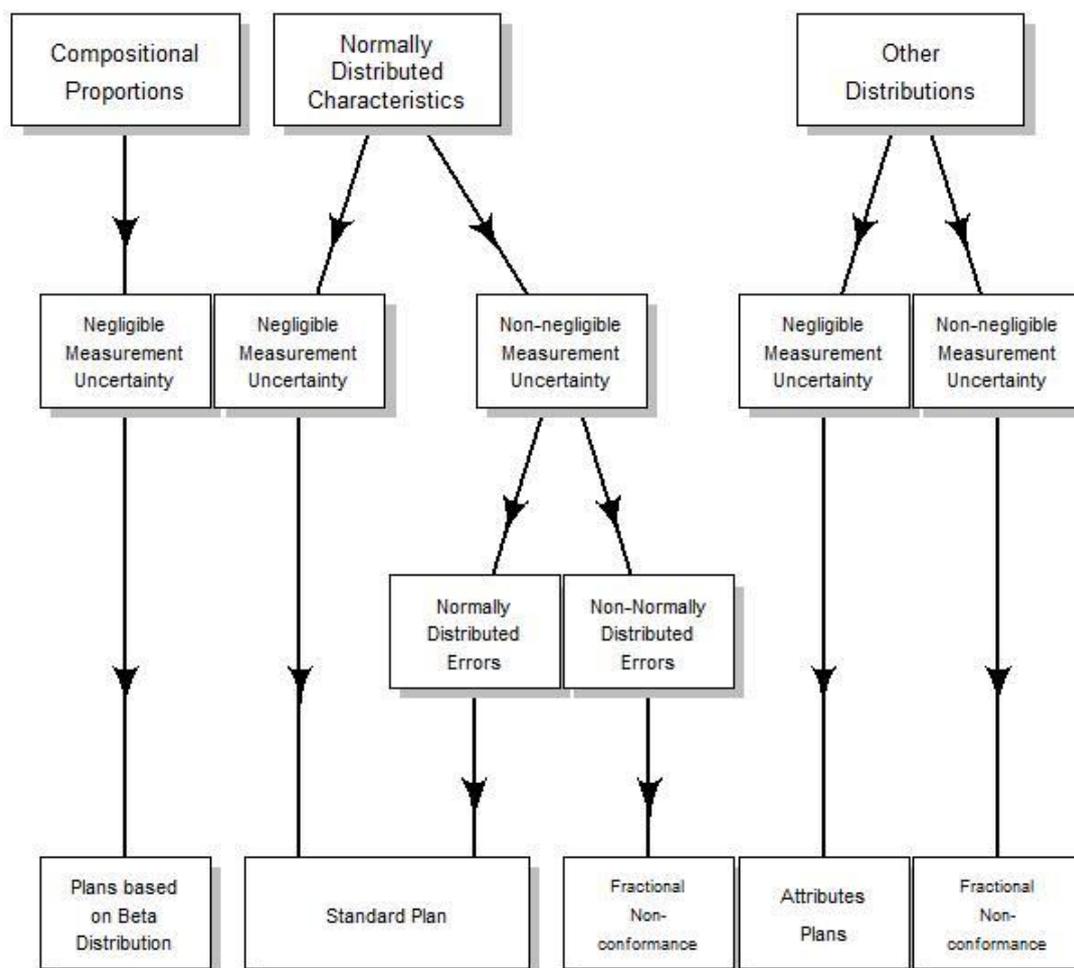
4.3.1 Introduction

Si la distribution sous-jacente d'une caractéristique mesurée est connue, l'échantillonnage pour acceptation peut être effectué directement sur les mesures elles-mêmes. Cela permet souvent une réduction considérable de la taille de l'échantillon.

Pour les plans aux mesures il est nécessaire de faire une hypothèse concernant la répartition de la caractéristique au sein du lot. Alors que la distribution normale (gaussienne) est couramment adoptée, pour les proportions de composition dans des matériaux en vrac, la distribution bêta est plus appropriée (bien que la distribution normale peut servir en tant qu'approximation).

Le schéma suivant montre le processus de sélection des plans d'échantillonnage aux mesures :

Selection of Inspection by Variables Plans - Homogeneous Characteristics



4.3.2 Avantages et inconvénients des plans aux mesures

Les avantages des plans d'échantillonnage aux mesures sont les suivants:

- ils offrent la même protection avec une taille d'échantillon plus petite que celle requise pour les plans par attributs
- il y a une rétroaction des données sur le processus qui a produit les unités
- il y a plus d'informations disponibles dans des situations de dérogation
- le degré de conformité de chaque unité est pris en compte dans la réalisation du plan

Les inconvénients sont les suivants:

- le résultat dépend de la pertinence de la distribution sous-jacente, notamment que la distribution statistique supposée offre une description satisfaisante du comportement de la caractéristique au sein du lot
- ils ne s'appliquent qu'à une seule caractéristique à la fois
- il peut y avoir un coût de contrôle plus élevé par unité

- un lot sans unité non conforme peut être rejeté par un plan aux mesures, ce qui peut se produire lorsque le niveau moyen est trop proche de la limite de spécification mesuré par rapport à la variation au sein du lot (l'écart type du lot)
- il est possible qu'aucune unité non conforme ne soit révélée pour la montrer au producteur après le rejet.

4.3.3 Plans aux mesures

Les plans d'échantillonnage aux mesures sont définis par deux nombres, la taille de l'échantillon n , soit le nombre d'éléments à prélever sur le lot contrôlé et la constante d'acceptabilité k , soit le multiplicateur de l'écart type du lot S dans le critère d'acceptation.

Un lot est accepté si $\bar{X} + kS \leq U$ pour une limite de spécification supérieure U ou si $\bar{X} - kS \geq L$ pour une limite inférieure L .

4.3.4 Les normes ISO - plans aux mesures

Les normes ISO 3951 fournissent des plans d'échantillonnage qui sont indexés par CRQ ou PRQ. Dans ces normes la taille du lot est une donnée d'entrée des plans d'échantillonnage car la taille de l'échantillon dépend de la taille du lot.

Les plans ISO indexés par la CRQ sont destinés au contrôle de lots isolés homogènes constitués d'éléments distincts. Ces plans sont plus adaptés aux dispositions relatives à la sécurité sanitaire des aliments lorsqu'il n'est pas opportun de contrôler explicitement les risques des producteurs dans la conception des plans..

L'Appendice II contient des tableaux pour le contrôle par plans aux mesures selon la norme ISO 3951-1. Ces plans sont indexés par la PRQ.

La norme ISO 3951-6 contient également des procédures qui traitent de l'incertitude de mesure non négligeable. Ceci est traité plus en détail dans la section 5.

4.3.5 Plans pour le niveau moyen dans le lot

Dans certains cas, comme le poids net des emballages, une limite est fixée pour le niveau moyen, avec l'intention que le niveau moyen dans le lot ne soit pas inférieur à la limite. Au sein du Codex, bien qu'il s'agisse d'un exemple de plans d'échantillonnage pour les matières en vrac, les plans pour les aflatoxines sont également basés sur la conformité du niveau moyen. Il s'agit d'un exemple d'utilisation des compensations (offsets) (voir la section 3.2.3).

On suppose généralement que la caractéristique de qualité est normalement distribuée; la pertinence de la distribution est moins critique lorsque la conformité du niveau moyen est évaluée. On suppose également qu'il y a une limite de spécification unique, soit une limite de spécification inférieure, L ou une limite de spécification supérieure, U .

Lorsque l'écart type du lot σ est connu sur la base des données de processus historiques, le plan de contrôle de la conformité du niveau moyen à une limite minimum L est exécuté comme suit:

1. Prélever un échantillon aléatoire de taille n et obtenir la moyenne de l'échantillon
2. Calculez $A = L + k \times \sigma$
3. Si la moyenne de l'échantillon est $\bar{x} > A$ acceptez le lot; sinon rejeter le lot.

Les paramètres du plan sont n et k . Notez que k ne désigne pas la même quantité que dans les plans aux mesures usuels. Lorsque l'écart type du lot σ est inconnu, il est remplacé par écart type de l'échantillon s . La courbe d'efficacité OC pour ce plan est moins discriminatoire que le plan lorsque l'écart type σ est connu, et une plus grande taille d'échantillon sera nécessaire pour assurer une discrimination équivalente à celle obtenue lorsque l'écart type est connu.

4.4 Échantillonnage des matériaux en vrac

4.4.1 Introduction

Les matériaux en vrac sont continus, constitués par exemple de particules de densité et de taille différentes. Il est impossible de visualiser les matériaux en vrac présents dans un lot comme un

ensemble d'objets distincts car il n'y a aucun moyen de sélectionner les éléments un par un dans une manière exempt de biais lorsqu'on utilise un échantillonnage aléatoire simple.

Quelques objectifs généraux de l'échantillonnage des matériaux en vrac sont les suivants:

- acceptation sur une base de lot par lot.
- caractérisez le matériau en fonction de son grade¹², de tout besoin de transformation ultérieure et de sa destination
- contrôle pendant la transformation
- détermination du poids ou du contenu pour les besoins de paiement
- détermination des propriétés qui doivent être connues pour que l'utilisation finale soit appropriée.
- expérimentation et analyse pour déterminer les procédures d'échantillonnage ultérieures et les utilisations du matériel.

Les unités d'échantillonnage sont créées au moment de l'échantillonnage au moyen d'un mécanisme d'échantillonnage. Les unités d'échantillonnage changent en fonction de différents facteurs, comme la façon dont le mécanisme est utilisé et les conditions dans lesquelles il est utilisé.

Dans l'échantillonnage en vrac, un lot est considéré comme étant composé de segments mutuellement exclusifs.

Parfois, les segments sont évidents, comme lorsque le matériau est transporté dans des caisses ou des sacs.

En d'autres occasions, les segments ne sont pas évidents et ils doivent donc être créés artificiellement. Une façon de le faire consiste à superposer des grilles imaginaires sur le matériau.

4.4.2 Théorie de l'échantillonnage (Theory of Sampling - TOS)

La théorie de l'échantillonnage (TOS) propose une approche globale de la conception d'un échantillonnage représentatif, dont le but est d'obtenir un échantillon pour analyse en laboratoire dont la composition est une estimation non biaisée du niveau moyen d'un lot. Cependant, cet échantillon ne serait pas, en lui-même, utile pour évaluer la conformité d'un lot aux limites de spécification minimales ou maximales, car une tolérance supplémentaire est nécessaire pour compenser la variation du lot afin de permettre de telles évaluations.

4.4.3 La terminologie

Le caractère particulier de l'échantillonnage pour les matériaux en vrac a conduit à l'utilisation d'une terminologie spécifique, bien que cette terminologie varie selon les domaines et entre les auteurs. Certains termes couramment utilisés sont indiqués dans le tableau suivant :

Tableau 3: La terminologie des matériaux en vrac pour des plans d'échantillonnage

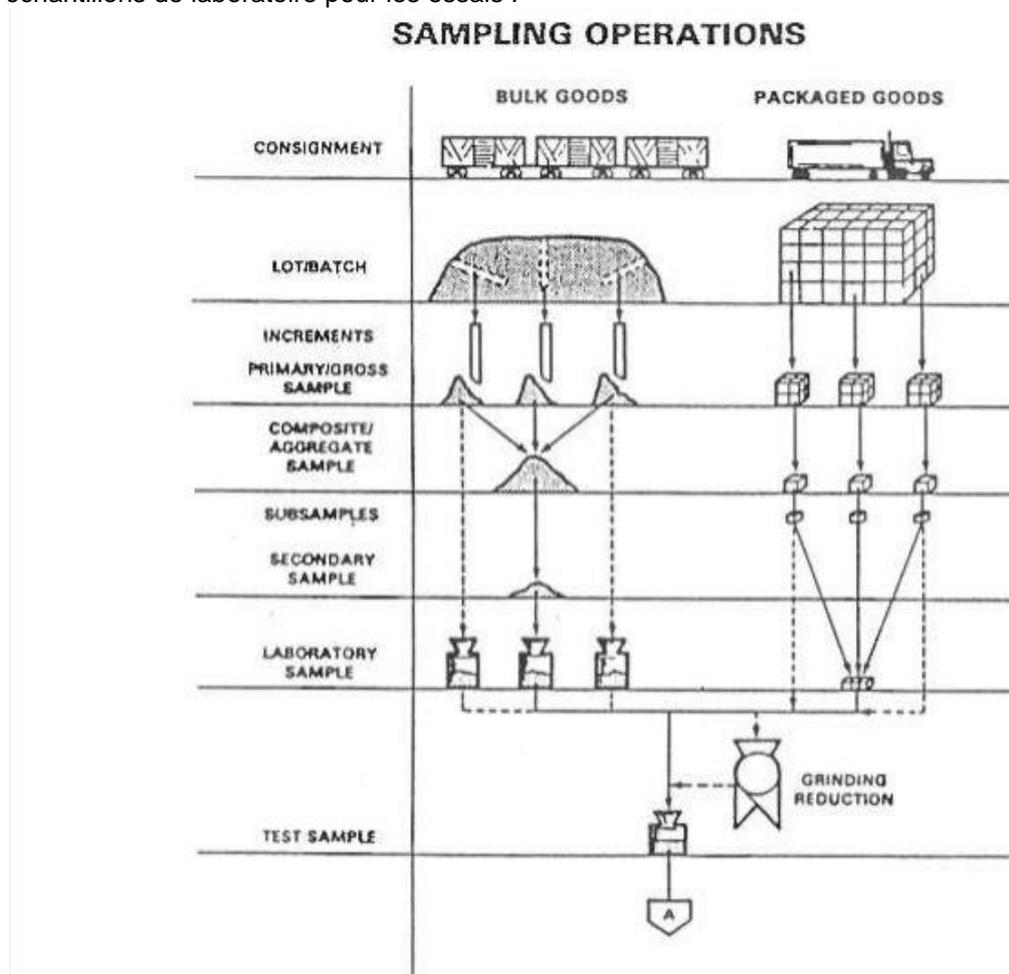
Terme	Signification
Lot	Une quantité identifiable d'une denrée alimentaire livrée en même temps et déterminée comme ayant des caractéristiques communes, telles que l'origine, la variété, le type d'emballage, le conditionneur, l'expéditeur ou les marquages.
Segment	Une partie du lot sur laquelle l'inférence sera faite.
Prélèvements élémentaires	Échantillons sélectionnés au hasard qui représentent le segment et peuvent être utilisés pour former un échantillon composite.
Mélange	Mélanger ou agglomérer les prélèvements élémentaires pour former l'échantillon composite.

¹²Les aliments et autres matériaux sont souvent classés en fonction de leur qualité, où les différents niveaux de qualité sont parfois appelés grades.

Terme	Signification
Échantillon composite	Un échantillon formé en mélangeant un certain nombre de prélèvements élémentaires à partir de segments spécifiés du lot.
Sous-échantillon	Une partie de l'échantillon composite qui est envoyée au laboratoire. <i>Note: Dans les directives CXG 54 et dans le diagramme qui suit, cela est appelé « échantillon de laboratoire ».</i>
Échantillon de laboratoire	Une partie du sous-échantillon qui est mesurée. <i>Note: Dans les directives CXG 54 et dans le diagramme qui suit, cela s'appelle une "prise d'essai" / un « échantillon d'essai ».</i>

4.4.4 Illustration des termes

Le diagramme suivant montre comment ces définitions sont liées aux différents aspects du processus d'échantillonnage global, depuis l'échantillonnage du matériau en vrac jusqu'à obtenir des échantillons de laboratoire pour les essais :



4.4.5 La conception des plans d'échantillonnage de caractère général pour des matériaux en vrac,

Dans le cas le plus simple, tel que le contrôle de matériaux en vrac de produits manufacturés, les lots peuvent souvent être considérés comme homogènes, ce qui permet d'utiliser des attributs standard ou des plans aux mesures, avec un ajustement pour l'incertitude de mesure analytique, le cas échéant.

En revanche, certains matériaux en vrac, tels que les expéditions de céréales ou d'autres matières premières, ne peuvent pas être considérées comme homogènes (voir section 0 Des techniques spéciales sont nécessaires pour cette situation, mais les méthodes statistiques sont complexes et seul un aperçu est fourni dans les présentes Directives.

L'homogénéité d'un lot est difficile à vérifier pour les matériaux en vrac, nécessitant généralement un grand nombre d'échantillons. En plus, il est difficile de prélever des échantillons aléatoires à partir d'un lot entier d'un matériau en vrac. Par mesure de précaution, dans les cas où l'homogénéité d'un lot ne peut être ni supposée ni vérifiée, les lots doivent être traités comme non homogènes.

L'approche générale pour l'échantillonnage de lots hétérogènes de matériaux en vrac est qu'un lot est considéré comme un ensemble de segments plus petits (des strates) dont chacun est plus homogène que l'ensemble du lot. Cela permet d'appliquer les procédures d'échantillonnage habituelles basées sur l'échantillonnage aléatoire dans chaque segment, car l'hétérogénéité au sein des segments particuliers aura moins d'effet.

La procédure de base pour l'échantillonnage et pour le contrôle peut être décrite comme suit:

- les segments, à partir desquels des prélèvements élémentaires doivent être effectués, sont choisis aléatoirement
- plusieurs prélèvements élémentaires sont choisis aléatoirement sur chaque segment sélectionné
- les prélèvements élémentaires de chaque segment peuvent parfois être combinés pour former un échantillon composite, qui est soigneusement mélangé
- un ou plusieurs sous-échantillons sont prélevés sur chaque échantillon composite
- ces sous-échantillons sont testés
- l'acceptabilité du lot est décidée sur la base d'un critère d'acceptation.

4.4.6 Plans par attributs pour les matériaux en vrac

Les points suivants doivent être pris en compte dans la conception des plans par attributs pour les matériaux en vrac:

- l'hétérogénéité sera présente et, par conséquent, les plans standard d'échantillonnage par attributs pour les lots homogènes ne conviendront pas, car ils n'offrent pas une protection adéquate pour les consommateurs.
- l'hétérogénéité peut être surmontée soit en permettant la corrélation au sein du lot dans la conception du plan d'échantillonnage, soit autrement, en divisant le lot en segments plus homogènes et en utilisant des techniques d'échantillonnage stratifiées. Dans tous les cas, une étude préliminaire est nécessaire pour estimer la corrélation et la variation entre les segments
- les plans proposés doivent être validés à l'aide de différents modèles statistiques pour le comportement du niveau de nonconformité au sein du lot, afin d'assurer leur robustesse face aux niveaux différents de corrélation

4.4.7 Plans aux mesures pour les matériaux en vrac

En règle générale, la variation totale observée au sein d'un lot de matériaux en vrac se compose de plusieurs composants en raison, par exemple, des variations entre et à l'intérieur des segments, de la préparation des échantillons (y compris, par exemple, le sous-échantillonnage), des essais et d'autres causes.

Les plans d'échantillonnage pour les matériaux en vrac, en particulier les plans d'échantillonnage optimisés en termes de coûts, peuvent être conçus de manière plus efficace avec une connaissance préalable des différentes composantes de variation qui existent dans les lots; il est souhaitable qu'une enquête préliminaire sur la variation soit effectuée avant l'élaboration de ces plans.

Un minimum de 10 échantillons par segment est recommandé pour estimer la variabilité intra-lot, et si le critère d'acceptation implique la moyenne de plusieurs résultats d'essai, les échantillons de laboratoire doivent être testés au moins en double pour permettre l'estimation de la composante de répétabilité de l'incertitude de mesure, à moins qu'une estimation ne soit disponible à partir d'autres sources telles que l'étude de validation de la méthode.

Exemple

La norme CXS 193-1995 montre la répartition de la variation totale des aflatoxines dans les noix, en mettant l'accent sur l'échantillonnage, la préparation des échantillons et les essais; la variation due à l'échantillonnage comprend à la fois la variation entre les segments et à l'intérieur de ceux-ci. Il est à noter que les dispositions pour les aflatoxines sont exprimées en termes de niveaux moyens dans un lot.

Table 1. Variances^a associated with the aflatoxin test procedure for each treenut

Test procedure	Almonds	Hazelnuts	Pistachios	Shelled Brazil nuts
Sampling ^{b,c}	$S_s^2 = (7\ 730/ns) 5.759C^{1.561}$	$S_s^2 = (10\ 000/ns) 4.291C^{1.609}$	$S_s^2 = 8\ 000/ns) 7.913C^{1.475}$	$s_s^2 = (1\ 850/ns) 4.8616C^{1.889}$
Sample Prep ^d	$S_{sp}^2 = (100/nss) 0.170C^{1.646}$	$S_{sp}^2 = (50/nss) 0.021C^{1.545}$	$S_{sp}^2 = (25/nss) 2.334C^{1.622}$	$s_{ss}^2 = (50/nss) 0.0306C^{0.632}$
Analytical ^e	$S_a^2 = (1/na) 0.0484C^{2.0}$	$S_a^2 = (1/na) 0.0484C^{2.0}$	$S_a^2 = (1/na) 0.0484C^{2.0}$	experimental $s_a^2 = (1/n) 0.0164C^{1.117}$ or FAPAS $s_a^2 = (1/n) 0.0484C^{2.0}$
Total variance	$S_s^2 + S_{sp}^2 + S_a^2$	$S_s^2 + S_{sp}^2 + S_a^2$	$S_s^2 + S_{sp}^2 + S_a^2$	$S_s^2 + S_{sp}^2 + S_a^2$

, S_s^2 , S_{sp}^2 et S_a^2 , désigne la variance associée à l'échantillonnage, la préparation des échantillons et les étapes analytiques, respectivement.

Un plan d'échantillonnage est défini en termes de taille d'essai de laboratoire «ns», taille de prise d'échantillons «nss», et le nombre d'aliqots «na» (soit le nombre d'échantillons analytiques prélevés sur chaque sous-échantillon). Les informations de ce tableau peuvent être utilisées pour concevoir un plan d'échantillonnage optimal, optimisé en termes de coût total pour un risque particulier du consommateur à une concentration «C» spécifique. De toute évidence, les coûts associés à chaque étape doivent être connus pour obtenir un plan optimal en termes de coûts.

Étant donné que les matériaux en vrac sont continus, des parties de chaque échantillons peuvent être mélangées ensemble pour former un échantillon composite. Ce composite est ensuite testé une seule fois, plutôt que de devoir effectuer de nombreux essais sur les échantillons particuliers. Il s'agit d'un processus physique pour créer un échantillon représentant la teneur moyenne d'un lot ou d'un segment. Cette établissement de la moyenne entraîne une réduction de la variation apparente, ce qui signifie qu'un ajustement du critère d'acceptation peut être nécessaire pour les évaluations par rapport aux limites minimales ou maximales.

Notez cependant que l'utilisation de l'échantillonnage composite ajoute de la complexité à la conception d'une stratégie d'échantillonnage générale en raison de la complexité statistique de la modélisation du processus de mélange; il ne semble pas être réaliste de supposer que les composites constitués de nombreuses portions individuelles peuvent être soigneusement mélangés.

4.4.8 Plans aux mesures pour le niveau moyen

Des plans d'échantillonnage destinés pour les matériaux en vrac sont souvent utilisés pour évaluer la conformité du niveau moyen d'une caractéristique. Dans certains cas, comme dans les plans d'échantillonnage pour les aflatoxines dans la norme CXS 193-1995¹³, ces plans sont utilisés conjointement avec des compensations (voir la section 3.2.3) pour assurer la protection des consommateurs.

D'autres procédures sont disponibles pour le contrôle du niveau moyen d'un lot, comme par exemple la norme ISO 10725, qui tiennent compte des coûts pour obtenir des plans qui sont économiques à appliquer, bien que ces plans puissent ne pas convenir dans les cas où une détermination plus précise du niveau moyen est nécessaire.

¹³Norme générale Codex pour les contaminants et les toxines dans les denrées alimentaires (CXS 193-1995)

Des plans pour le niveau moyen peuvent également être applicables lorsque le produit est rendu homogène par mélange ou par transformation ultérieure.

4.4.9 Plans aux mesures pour le pourcentage de non-conformités (limites minimales ou maximales)

La stratégie est similaire à la conception des plans aux mesures pour le niveau moyen, sauf qu'il faut également tenir compte des variations au sein du lot, que l'on peut obtenir à partir de l'analyse statistique décrite sous la section 4.4.5. Une approche plus simple consiste à estimer la variation au sein du lot comme la variation entre les segments en prélevant un échantillon de chaque segment et en testant ces échantillons en double pour permettre un ajustement pour l'incertitude de mesure, bien que cela n'apportera aucune information sur les autres composants de la variation:

- le critère d'acceptation a la même forme qu'un plan de contrôle par mesures conventionnel appliqué à des lots homogènes
- le nombre d'échantillons n et la constante d'acceptabilité k peuvent être trouvés par un processus d'essais et d'erreurs, évaluant les probabilités d'acceptation par rapport à divers modèles alternatifs pour le comportement de la caractéristique au sein du lot. Cet exercice doit reconnaître que la formation des segments peut ne pas refléter la disposition du produit non conforme au sein du lot.

4.4.10 Plans aux mesures pour les proportions liées à la composition (incertitude de mesure négligeable)

Pour les matériaux en vrac les caractéristiques de composition sont souvent des mesures de qualité. Par exemple, le pourcentage de matières grasses laitières avec une limite minimale de 26% est une mesure de qualité primaire pour le lait entier en poudre.¹⁴

Les proportions de composition, également appelées fractions massiques, sont caractérisées par des unités de mesure telles que pourcentages [massiques], mg/kg, µg/100g et similaires, qui sont, à proprement parler, des nombres «sans dimension» compris entre 0 et 1.

Les proportions liées à la composition peuvent être modélisées à l'aide de la distribution bêta. Les plans d'échantillonnage par mesures basés sur la répartition normale ne peuvent être qu'approximatifs pour les proportions liées à la composition et peuvent entraîner des risques pour le consommateur plus élevés que souhaité.

Les plans d'échantillonnage pour les proportions de composition sont définis par deux paramètres, m , le nombre d'échantillons à prélever sur le lot et k , la constante d'acceptabilité définie de la même manière que pour les plans d'échantillonnage aux mesures habituels. Pour concevoir ces plans, en plus de la PRQ, de la CRQ, etc., nous avons également besoin d'une estimation du «paramètre de précision» pour la distribution bêta, marquée par θ . Cette estimation peut être obtenue à partir de l'analyse des données historiques.

Lors de l'utilisation de ces plans, les échantillons m sont prélevés sur le lot et ils peuvent être testés individuellement ou en combinaison (et aussi mélangés, bien mélangés, etc.) pour former un échantillon composite qui ne doit être testé qu'une seule fois.

Le niveau moyen P est calculé soit en prenant la moyenne des résultats m de l'essai sur des échantillons individuels, soit en tant que résultat unique de l'essai sur l'échantillon composite.

Une caractéristique de la distribution bêta est que son écart type dépend du niveau moyen, ce qui permet d'effectuer une évaluation à l'aide d'un seul essai d'un échantillon composite prélevé sur le lot. L'écart type est calculé à l'aide de la formule:

$$s = \sqrt{P(1 - P)/\theta}$$

où θ est le paramètre de précision de la distribution bêta, estimé à partir des données historiques (voir ci-dessus).

Le lot est accepté par rapport à une limite supérieure U à condition que $P + k \times s \leq U$ et de même pour une limite inférieure.

¹⁴Norme pour les laits en poudre et la crème en poudre (CXS 207-1999)

5. L'erreur de contrôle et l'incertitude de mesure

L'incertitude de mesure de l'analyse et l'erreur de contrôle négligeables peuvent affecter les probabilités d'acceptation d'un plan d'échantillonnage. En conséquence, l'incertitude de mesure de l'analyse et l'erreur de contrôle négligeables doivent être pris en considération dans le contrôle par échantillonnage.

Il a été démontré théoriquement que l'incertitude de mesure de l'analyse et les erreurs de contrôle affectent le risque du producteur plus qu'elles n'affectent le risque du consommateur, c'est-à-dire que l'augmentation du risque du producteur (de rejeter un lot de qualité acceptable), dépasse l'augmentation du risque pour le consommateur (d'accepter un lot de mauvaise qualité). Par conséquent, dans un souci d'équité, il est important que des tolérances appropriées soient prises en compte pour les erreurs de mesure et de contrôle non négligeables.

Des plans de contrôle par échantillonnage peuvent être conçus pour tolérer une incertitude de mesure de l'analyse et des erreurs de contrôle non négligeables.

5.1 Plans par attributs

Dans le contexte des plans par attributs, « erreur de contrôle » fait référence à des erreurs aléatoires de classification erronée d'éléments conformes comme non conformes et vice versa.

Des erreurs de contrôle se produisent lors de l'essai de conformité d'une unité et peuvent être causées par une erreur humaine, une erreur de l'instrument ou toute autre erreur liée à la mesure.

Il y a deux types d'erreurs de contrôle :

- Les erreurs de type I (e_1) surviennent lorsque des unités conformes sont classées comme non conformes
- Les erreurs de type II (e_2) surviennent lorsque des unités non conformes sont classées comme conformes.

Lorsque des erreurs de contrôle sont présentes, elles augmentent généralement plus amplement le risque du producteur par rapport au risque du consommateur. Pour un plan d'échantillonnage unique, les erreurs de type I (e_1) ont un effet plus important sur la courbe OC que les erreurs de type II (e_2).

La fraction vraie non conforme p et la fraction non conforme observée p_e sont connectées par l'équation suivante:

$$p_e = e_1(1 - p) + (1 - e_2)p$$

L'impact des erreurs de contrôle est particulièrement significatif pour les plans aux critères d'acceptation zéro.

5.1.1 Erreurs de contrôle connues

Si les erreurs de classification sont connues, c'est-à-dire si des estimations précises des erreurs de classification sont disponibles, par exemple à partir d'une étude de validation de méthode, les estimations des erreurs de type I et de type II peuvent être utilisées pour concevoir un plan d'échantillonnage pour contrôler les risques du producteur et du consommateur à des niveaux spécifiés. Cela entraînera inévitablement une augmentation de la taille des échantillons.

5.2 Plans aux mesures

L'incertitude de mesure fournit des informations sur une fourchette de valeurs qui pourraient raisonnablement être attribuées au mesurande. En tant que tel, il constitue une mesure importante de la qualité ou de la fiabilité d'un résultat d'essai.

Pour un débat plus complet sur l'incertitude de mesure, reportez-vous aux Directives sur l'incertitude de mesure (CXG 54-2004).

Il convient de noter que le concept d'incertitude de mesure tel qu'il est généralement compris (et tel qu'il est traité dans les Directives sur l'incertitude de mesure (CXG 54-2004)) se rapporte à une seule détermination effectuée sur un seul échantillon. Ceci convient pour l'évaluation de la conformité, mais pas pour l'échantillonnage pour acceptation (voir la section 2.2). Il en va de même pour la procédure illustrée à la Figure 1 dans les Directives sur l'incertitude de mesure (CXG 54-2004). En ce qui concerne l'échantillonnage pour acceptation, il est important de prendre en compte la façon dont les différentes

composantes de l'incertitude de mesure se manifestent dans les procédures d'échantillonnage et de calcul appliquées. Ceci est traité dans la section 0, ci-dessous.

Les termes 'négligeable' et 'non négligeable'¹⁵ sont utilisés pour indiquer s'il convient ou non de tenir compte de l'incertitude de mesure dans les plans d'échantillonnage pour acceptation. Dans la série de normes ISO 3951 l'incertitude de mesure est considérée non négligeable quand elle dépasse 10% de l'écart type du processus (SD). Au sujet du contrôle de lots isolés, le même critère peut être appliqué, mais en remplaçant l'écart type du procédé par l'écart type du lot (voir section 3.2.6). Cependant, la seule façon définitive d'évaluer si un ajustement pour l'incertitude de mesure est nécessaire est d'examiner les courbes d'efficacité OC pour le plan d'échantillonnage proposé en présence de l'incertitude de mesure (voir section 2.3.1).

5.2.1 L'incertitude de mesure

Afin de préciser le rôle de l'incertitude de mesure dans l'échantillonnage pour acceptation, il est nécessaire d'établir une distinction entre l'incertitude de mesure *analytique* et la *composante d'échantillonnage* de l'incertitude de mesure (totale). Nous commençons par reprendre la définition suivante de la section 8 des directives CXG 54 :

Échantillon de laboratoire: Échantillon tel que préparé (à partir du lot) pour envoi au laboratoire et destiné au contrôle ou aux essais

Toutes les sources qui contribuent à l'incertitude de mesure avant l'arrivée de l'échantillon de laboratoire dans le laboratoire peuvent être considérées comme des composantes de l'incertitude d'échantillonnage :

- la procédure d'échantillonnage
- l'hétérogénéité du lot
- la(les) personne(s) qui effectue(nt) l'échantillonnage
- les étapes de sous-échantillonnage (résultant dans l'échantillon de laboratoire)
- contributions dues aux conditions de stockage et de transport (avant l'arrivée de l'échantillon de laboratoire au laboratoire).

Toutes les sources qui contribuent à l'incertitude au sein du laboratoire peuvent être considérées comme des composantes de l'incertitude de mesure analytique, par exemple :

- étapes de sous-échantillonnage effectuées sur la base de l'échantillon de laboratoire, telles que le prélèvement d'un échantillon pour essai, une prise d'essai, etc.
- préparation de l'échantillon
- contributions en raison des conditions de stockage (au laboratoire)
- étapes analytiques
- technicien du laboratoire.

Afin de déterminer l'incertitude de mesure, il est important de prendre en compte toutes les contributions pertinentes, y compris toutes les sources d'échantillonnage et d'analyse.

Le rôle de l'incertitude de mesure dans l'échantillonnage pour acceptation

L'écart type du lot représente la variation de la caractéristique entre les éléments dans le lot soumis au contrôle. En conséquence, on peut affirmer que la composante d'échantillonnage de l'incertitude de mesure est *représentée* par l'écart type du lot, même si, conceptuellement, l'incertitude d'échantillonnage n'est pas la même que l'écart type du lot¹⁶. Par conséquent, la question est de savoir si les sources d'incertitude de mesure *analytique* affectent le calcul de l'écart type du lot¹⁷.

¹⁵ Le terme 'important' est utilisé également

¹⁶ L'écart type du lot n'est pas une composante de l'incertitude de mesure, pendant que l'incertitude d'échantillonnage en est une.

¹⁷ En termes statistiques, ce point peut être formulé comme suit : Si la distribution des caractéristiques d'intérêt dans le lot suit une distribution normale, et si la procédure d'échantillonnage est adéquate (ce qui signifie que la distribution *t* non centrale peut être appliquée), alors le calcul de la probabilité d'acceptation tient compte de l'incertitude d'échantillonnage (l'incertitude statistique de l'estimation de l'écart type du lot).

Si le niveau de qualité est exprimé en termes de proportion d'éléments non conformes, la question centrale est de savoir comment obtenir une estimation fiable de l'écart type du lot dépourvu de toute incertitude de mesure analytique. La question suivante se pose alors : quelles sources d'incertitude de mesure analytique pourraient gonfler l'estimation de l'écart type du lot ?

Dans de nombreux cas, une estimation de l'incertitude de mesure analytique est disponible sous la forme d'un écart-type de précision de reproductibilité comprenant une composante de répétabilité (variabilité aléatoire intra-laboratoire) et une composante interlaboratoires (biais de laboratoire). En ce qui concerne l'échantillonnage pour acceptation, ces deux composantes n'affectent pas l'estimation de l'écart type du lot de la même manière et doivent être traitées différemment. Par exemple, si l'on peut supposer que le biais de laboratoire est négligeable, il suffit alors de prendre en compte la composante de répétabilité.

En résumé, au sujet du calcul de l'écart type du lot dans l'échantillonnage pour acceptation :

- Seul l'impact possible des composantes analytiques de l'incertitude de mesure sur le calcul de l'écart type du lot doit être pris en compte
- Les différentes composantes de l'incertitude de mesure analytique sont traitées différemment; en effet, certaines peuvent ne pas être prises en considération du tout.

Il est nécessaire de corriger l'écart type du lot *uniquement au cas où l'incertitude de mesure analytique est non négligeable*. Afin de déterminer si l'incertitude de mesure analytique est non négligeable, le rapport de l'incertitude de mesure analytique et l'écart type du lot sont pris en compte. L'incertitude de mesure de l'analyse est considérée non négligeable quand elle dépasse 10% de l'écart type du lot.

Dans les sections suivantes diverses méthodes d'ajustement ou de prise en compte de l'incertitude de mesure analytique sont abordées .

Variation au sein de l'élément

Dans le cas de lots constitués d'éléments distincts, une source d'incertitude mérite une attention particulière : la variation intra-élément. En règle générale, une valeur de mesure est obtenue par élément et l'écart type du lot est calculé sur la base de ces valeurs spécifiques à l'élément. Chaque valeur de mesure est destinée à représenter la concentration moyenne de l'élément donné. Cependant, l'écart type du lot calculé de cette manière pourra être gonflé par la variation intra-élément. Il y a deux cas à considérer.

Cas 1 – sous-échantillonnage avant l'arrivée de l'échantillon dans le laboratoire

Dans ce scénario, il y a une étape de sous-échantillonnage entre la sélection de l'élément et l'arrivée de l'échantillon de laboratoire au laboratoire, et cette étape de sous-échantillonnage entraîne des écarts non négligeables entre les échantillons de laboratoire d'un même élément (si plusieurs échantillons de laboratoire ont été prélevés sur le même élément). Notez que dans ce cas, l'écart type du lot sera gonflé par une composante d'échantillonnage (plutôt qu'analytique) de l'incertitude de mesure. Par conséquent, ce cas représente une exception à ce qui a été dit à maintes reprises : à savoir que dans l'échantillonnage pour acceptation, ce ne sont que les composantes analytiques (et non de l'échantillonnage) de l'incertitude de mesure qui devraient être prises en considération. Une correction pour ce type de surestimation de l'écart type du lot présente des problèmes de praticabilité et elle n'est généralement pas envisagée. Ce cas n'est mentionné ici que par souci d'intégralité.

Cas 2 – sous-échantillonnage dans le laboratoire

Dans ce scénario, le sous-échantillonnage à l'intérieur du laboratoire entraîne des écarts non négligeables entre les prises d'essai prélevées sur le même échantillon de laboratoire. Bien que la source de cette incertitude de mesure soit analytique, elle n'est généralement pas reflétée dans les estimations de l'incertitude de mesure. Une estimation de ce type de variation intra-élément peut être obtenue via une conception expérimentale «dupliquée», où deux prises d'essai par échantillon de laboratoire sont analysées.

5.2.2 Débat général sur le biais

L'incertitude de mesure se compose, d'une part, de composantes qui reflètent des effets aléatoires (qui varient de manière aléatoire avec chaque résultat d'essai) et, d'autre part, de composantes qui reflètent des effets systématiques (qui restent constantes pour tous les résultats d'essai).

Un effet systématique est communément appelé un biais.

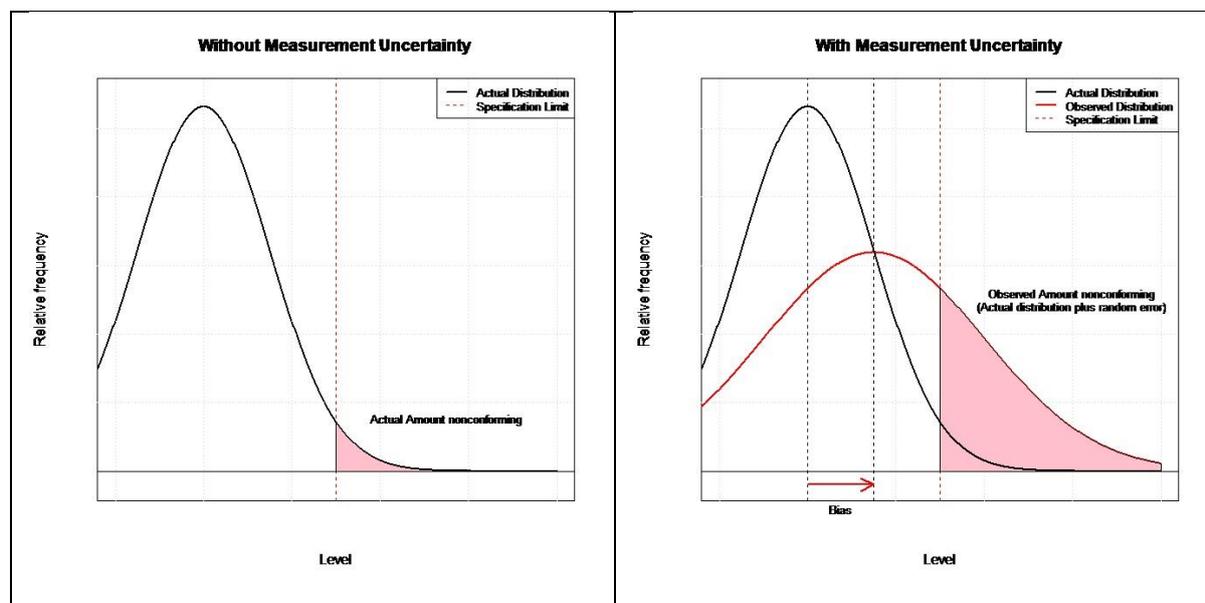
En principe, quand un biais est observé, il est corrigé ; et c'est *l'incertitude de la correction du biais* qui est prise en compte dans l'incertitude de mesure.

Dans la pratique, un biais peut affecter les résultats d'essai même après qu'une *correction du biais* aura été effectuée. C'est le cas, par exemple, quand la correction du biais est suffisante pour une matrice donnée, mais pas pour une autre.

Il peut y avoir diverses sources de biais. La méthode d'analyse elle-même peut avoir un biais. De plus, le biais de la méthode peut varier d'une matrice à l'autre. En ce sens, des effets de matrice (ou un « biais de matrice ») peuvent être observés. Enfin, le biais de la méthode peut varier d'un laboratoire à l'autre. En ce sens, des effets de laboratoire (ou un « biais du laboratoire ») peuvent être observés.

Il est souvent possible d'obtenir une estimation de l'ampleur d'un biais même en l'absence d'informations concernant la « valeur vraie ». Par exemple, la composante « interlaboratoires » de la précision de reproductibilité, calculée sur la base des données d'une étude interlaboratoires, caractérise l'ampleur du biais du laboratoire. De même, il existe des procédures pour estimer le biais du laboratoire sur la base des données de contrôle de la qualité ou des résultats des essais d'aptitude qui peuvent être utilisées pour caractériser l'ampleur du biais du laboratoire.

Le diagramme suivant montre la distribution et le pourcentage de non-conformités dans un lot dans le cas où il n'y a ni effets aléatoires ni biais (appelé plan "sans erreur"), et l'impact que les effets aléatoires et le biais peuvent avoir sur la distribution observée et le pourcentage apparent des non-conformités dans un lot. Ainsi, ce diagramme montre l'impact que les effets aléatoires et le biais peuvent avoir sur la probabilité d'acceptation d'un lot, à moins que ces impacts ne soient correctement pris en compte.



5.2.3 Approche descendante : le modèle ISO 5725-2

Dans de nombreux cas, une estimation de l'incertitude de mesure est étayée par des données de précision issues d'une étude de validation de méthode interlaboratoires (étude collaborative) calculées sur la base de la conception simple des normes ISO 5725-1 et ISO 5725-2. Cette conception permet de calculer deux composants de précision :

- une composante reflétant des *effets aléatoires* dans des conditions presque identiques dans un laboratoire donné, appelée composante de répétabilité
- une composante reflétant le biais du laboratoire, appelée composante interlaboratoires.

Bien que ce modèle ne soit pas le modèle le plus général¹⁸, il servira de base à la discussion de l'ajustement pour l'incertitude de mesure dans les plans d'échantillonnage aux mesures.

Le terme « composante «interlaboratoires » dans la norme ISO 5725-2 caractérise la plage du biais de laboratoire dans des conditions de répétabilité. Toutefois il convient de noter que le biais de laboratoire

¹⁸ Pour un modèle plus général voir les Directives sur l'incertitude de mesure (CXG 54-20004)

comprend des effets de précision intermédiaires (techniciens différents, équipements, lots des réactifs ou moments au sein d'un même laboratoire). La variation interlaboratoires telle qu'estimée dans la norme ISO 5725-2 comprend donc à la fois les composantes intermédiaires et un biais de laboratoire résiduel qui reste constant dans les conditions de mesure ou des moments différentes au sein d'un laboratoire particulier.

Note: La composante méthode du biais pourrait également être prise en considération. En d'autres termes : la détermination de l'incertitude de mesure pourrait tenir compte non seulement de la précision, mais aussi de la justesse.

Note: Une prise en compte appropriée du biais de laboratoire et de méthode nécessite la disponibilité de données de précision issues d'une étude collaborative interlaboratoires. En particulier, les données d'une étude interne ne sont pas suffisantes pour étayer une estimation de l'incertitude de mesure.

Note: La norme ISO 5725-3 révisée décrit des plans factoriels qui permettent une estimation fiable des paramètres de précision même avec relativement peu de laboratoires participants. La manière dont les différentes composantes de précision doivent être prises en compte dans l'échantillonnage pour acceptation dépend du plan expérimental de l'étude dans laquelle ces composantes ont été obtenues.

5.2.4 Le critère d'acceptation

Le critère d'acceptation dans un plan aux mesures prend la forme suivante :

$$\bar{x} + k \cdot s \leq USL,$$

où \bar{x} est la valeur moyenne des résultats des tests obtenus à partir du contrôle, s est leur écart type, et USL désigne la limite de spécification supérieure.

L'écart type s caractérise la variation totale, y compris :

- la variation de la caractéristique dans le lot (l'écart type du lot)
- les composantes aléatoires de l'incertitude de mesure
- les composantes supplémentaires de l'incertitude de mesure comme par exemple l'incertitude de la correction du biais ou la fourchette du biais du laboratoire.

La valeur moyenne \bar{x} est calculée à partir de plusieurs résultats d'essai. Lors de la prise en compte de l'incertitude de mesure, il est donc nécessaire d'examiner comment la l'application de la moyenne affecte :

- les différentes composantes de l'incertitude de mesure
- l'incertitude due à l'échantillonnage caractérisée par l'écart type du lot.

En général, le fait de prendre la valeur moyenne de n tous les résultats d'essai ne réduira pas l'incertitude de mesure d'un facteur de $1/\sqrt{n}$.

En ce qui concerne les deux composantes du modèle ISO 5725-2 évoqués ci-dessus :

- l'application de la moyenne n de tous les résultats d'essai réduira la composante de répétabilité d'un facteur de $1/\sqrt{n}$
- cependant, l'application de la moyenne n de tous les résultats d'essai ne réduira pas la composante interlaboratoires.

L'incertitude de la correction du biais n'est pas réduite en faisant la moyenne sur plusieurs résultats d'essai.

Le calcul de la moyenne n de tous les résultats d'essai, chacun obtenu à partir d'un élément différent, réduira la contribution de l'écart type du lot à la variation totale d'un facteur de $1/\sqrt{n}$.

En l'absence de variabilité fondamentale, l'écart type du lot par rapport à un seul résultat d'essai obtenu à partir d'un échantillon composite bien mélangé obtenu de n prélèvements élémentaires est réduit d'un facteur de $1/\sqrt{n}$.

5.2.5 Biais de laboratoire dans l'échantillonnage pour acceptation

En ce qui concerne l'échantillonnage pour acceptation, il convient de noter ce qui suit :

- si des informations concernant le biais de laboratoire sont disponibles sous la forme d'un écart type interlaboratoires à partir d'une étude interlaboratoires menée conformément à la norme ISO 5725-2, les mesures à réaliser pendant le contrôle des lots doivent être effectuées dans des conditions de répétabilité, avec le biais, représenté par l'écart type interlaboratoires, pris en compte dans le plan d'échantillonnage. Comme mentionné ci-dessus, dans le contexte de la norme ISO 5725-2, ce que l'on appelle l'écart type interlaboratoires comprend à la fois des composantes intralaboratoires et interlaboratoires.
- les effets de matrice (variation du biais entre les matrices dans le cadre de la méthode) peuvent affecter différemment les résultats d'essai dans différents laboratoires (voir les Directives sur l'incertitude de mesure (CXG 54-2004), sections 10, 12 et 15). Cela signifie qu'une estimation de la variation interlaboratoires peut être valable pour une matrice donnée, mais pas pour une autre. Une estimation du biais entre différentes matrices peut être obtenue au moyen d'une expérience interne. Si une telle estimation est disponible, elle doit être prise en compte dans le plan d'échantillonnage

si une estimation de l'écart type interlaboratoires est disponible, il est important d'examiner si elle constitue une caractérisation fiable de la variation du biais de laboratoire, dans le sens où l'estimation a été obtenue sur la base de données provenant d'un nombre suffisamment important de laboratoires (voir les Directives sur l'incertitude de mesure (CXG 54-2004), sections 16, 17 et 18).

5.2.6 Absence de biais de laboratoire :

Si l'on peut supposer :

- que le biais présent est négligeable
- que la caractéristique suit une répartition normale dans le lot contrôlé
- que les composantes aléatoires de l'incertitude de mesure (c'est à dire la composante de répétabilité) suivent une répartition normale

alors l'approche suivante peut être appliquée.

Cela implique l'ajustement de l'écart type observé s en « soustrayant » l'écart type représentant la composante de répétabilité de l'incertitude de mesure u :

$s_{adj}^2 = s^2 - u^2$. L'écart type ajusté est alors utilisé dans le critère d'acceptation :

$\bar{x} + ks_{adj} \leq USL$. Au cas où l'écart type de répétabilité est supérieur à l'écart type observé, l'écart type ajusté est considéré zéro. En général, la constante d'acceptabilité sera plus petite pour les plans basés sur les écarts types ajustés.

- cette approche est préférée à l'autre approche couramment utilisée dans laquelle l'écart type observé (qui inclut les composantes aléatoires de l'incertitude de mesure de l'analyse) est utilisé directement, car la méthode de rechange conduit à des tailles d'échantillon plus élevées conformément à l'importance de l'écart type du lot de la composante analytique de l'incertitude de mesure par rapport à l'écart type du lot.
- souvent, comme décrit à la section 5.2.1, les échantillons prélevés sur le lot sont sous-échantillonnés avant l'essai. Si la variation intraéchantillon, c'est-à-dire entre sous-échantillons (au sein du même échantillon), est non négligeable, alors l'écart type du lot, qui devrait représenter la variation interéchantillons, sera gonflé.

Une approche similaire peut également être utilisée pour ajuster l'écart type du lot observé pour une variation non négligeable entre les sous-échantillons. Cet ajustement se produira automatiquement si l'on utilise une estimation de la composante de répétabilité obtenue à l'aide de la « méthode en double ».

Dans le cas où chaque échantillon soumis au contrôle est testé en double, un ajustement pour l'incertitude de mesure peut être effectué à la fois pour la variation de sous-échantillonnage et pour l'incertitude de mesure, en utilisant une procédure légèrement différente. Dans ce cas, l'écart type observé s calculé à partir de toutes les données est ajusté en soustrayant la quantité $\frac{1}{2}u^2$ où u est

l'écart type des différences entre les résultats pour chaque paire d'échantillons en double :

$$s_{adj}^2 = s^2 - \frac{1}{2}u^2.$$

5.2.7 Présence de biais de laboratoire

La présence d'un biais signifie qu'une estimation de la variation interlaboratoires est disponible.

Cette estimation est considérée comme une mesure du biais de laboratoire qui est prise en compte dans le plan d'échantillonnage.

Si le biais de laboratoire est relativement faible, une tolérance peut être faite en utilisant les techniques décrites dans l'Annexe B de la norme ISO 3951-6. On suppose que les effets de répétabilité et de biais de laboratoire, ainsi que la caractéristique, sont normalement réparties. Bien que le critère d'acceptation soit exactement de la même forme que pour les autres plans aux mesures « sans erreurs », dans certaines circonstances, il peut ne pas être possible de trouver un plan d'échantillonnage (avec le nombre d'échantillons n et la constante d'acceptabilité k) qui contrôle le risque du producteur et du consommateur de la manière souhaitée.

Si le biais de laboratoire (c'est-à-dire l'estimation de la variation interlaboratoires) est trop important pour appliquer la procédure de la norme ISO 3951-6, alors une limite de spécification ajustée USL_{adj} doit être calculé, soit $USL_{adj} = USL - q \cdot s_L$, où s_L désigne l'estimation de la variation interlaboratoires (écart type). Si une estimation de la variation du biais entre les matrices s_{matrix} est disponible, la limite de spécification ajustée doit être calculée, soit

$$USL_{adj} = USL - q \cdot \sqrt{s_L^2 + s_{matrix}^2}, \text{ où } q \text{ désigne le quantile approprié}$$

5.2.8 Non conformité fractionnaire

Lorsque la caractéristique ne suit pas une distribution normale (voir la section 3.2.5), les plans basés sur la non conformité fractionnaire (FNC) peuvent être utilisés pour l'ajustement de l'incertitude de mesure de l'analyse.

La non conformité fractionnaire (FNC) d'un échantillon peut être considéré comme la probabilité que la valeur vraie de l'échantillon dépasse la limite de spécification, tenant compte de toute incertitude de mesure présente.

Un plan d'échantillonnage basé sur le principe d'ajustement de la non conformité fractionnaire (FNC) est défini par deux chiffres, n , le nombre d'échantillons à prélever et Ac , la limite maximale d'acceptation pour l'acceptation du lot. Ces deux chiffres sont déterminés de la même manière que pour les autres types de plans, notamment en considérant les risques admissibles aux niveaux de qualité du producteur et du consommateur (PRQ et CRQ). Des informations supplémentaires sur le rapport incertitude de mesure contre écart type du lot sont également nécessaires pour la conception de ces plans.

Un lot est accepté à condition que la somme des valeurs FNC de l'échantillon individuel ne dépasse pas la limite d'acceptation maximale.

$$\sum_{i=1}^n FNC_i \leq Ac$$

où FNC_i est représentée par la valeur FNC pour i 'échantillon ($i = 1 \dots n$).

L'utilisation de l'ajustement FNC est préférable aux approches dans lesquelles les échantillons sont classés comme conformes ou non conformes contre une limite de spécification ou en utilisant le principe «au-delà de tout doute raisonnable» en prenant en compte l'incertitude de mesure. Ces approches seront moins économiques en termes de nombre d'échantillons et pourront ne pas être optimales en termes de contrôle des risques du producteur et du consommateur et elles devront être évaluées.

6 D'autres questions relatives à l'échantillonnage

6.1 Échantillonnage physique

La théorie de l'échantillonnage (voir section 4.4.2) repose sur des procédures dues qui représentent les meilleures pratiques pour l'échantillonnage physique d'un lot sans biais. Ces procédures d'échantillonnage doivent être observées pour chaque échantillon individuel prélevé sur un lot, et pour tout mélange et sous-échantillonnage ultérieurs, etc., en notant que généralement plus d'un échantillon unique est requis dans les plans d'échantillonnage pour acceptation. Il convient de se référer à l'ISO ou à d'autres normes spécifiques au produit pour obtenir des détails sur les procédures d'échantillonnage pour différents produits. Le respect des procédures d'échantillonnage spécifiques peut être une exigence législative ou réglementaire sous certaines juridictions pour certains produits.

6.1.1 Échantillonnage aléatoire

Pour les lots composés d'articles distincts, l'échantillonnage aléatoire signifie que chaque article a une chance égale d'être sélectionné dans l'échantillon. L'hypothèse d'un échantillonnage aléatoire permet de calculer la courbe d'efficacité; s'écarter de l'échantillonnage aléatoire peut signifier que le plan ne contrôle pas les risques du producteur ou du consommateur comme on l'aurait voulu. Dans de nombreux cas, un échantillonnage systématique, en prélevant des échantillons dans un lot à intervalles réguliers, suffira en tant que substitut à un véritable échantillonnage aléatoire.

Il est courant que les lots soient « stratifiés », des articles individuels peuvent (par exemple) être emballés dans des cartons, il peut y avoir plusieurs (mais le même nombre) de ces petits cartons emballés dans un carton plus grand, et plusieurs (mais le même nombre) des plus gros cartons emballés sur une palette. La sélection des éléments d'un échantillon aléatoire de taille n se déroulerait comme suit:

- sélectionnez n palettes à partir du nombre de palettes dans le lot (la même palette peut être sélectionnée plus d'une fois)
- sélectionner un carton aléatoire plus grand parmi les cartons de chaque côté des palettes sélectionnées
- sélectionner un carton plus petit parmi chacun des cartons plus grands qui ont été sélectionnés
- enfin, sélectionnez un article individuel dans chacun de ces petits cartons - ceux-ci constituent l'échantillon qui sera testé ou examiné.

Pour les matériaux en vrac, il est plus difficile de prélever un échantillon aléatoire. De nombreux lots de matériaux en vrac peuvent être considérés comme une collection de segments; un échantillonnage aléatoire stratifié est utilisé dans lequel, dans le cas le plus simple, les segments sont sélectionnés aléatoirement parmi le nombre total de segments, puis à l'intérieur de chaque segment qui a été choisi, un prélèvement élémentaire aléatoire est réalisé.

Ceci est traité plus en détail dans la section 4.4

En principe, aucun échantillonnage aléatoire n'est nécessaire pour les fluides ou les produits en vrac bien mélangés; cependant, l'échantillonnage aléatoire peut toujours être utilisé par mesure de précaution contre l'hétérogénéité ou pour des raisons de procédure.

6.1.2 Échantillonnage de convenance

Échantillonnage de convenance est souvent mentionné comme un échantillonnage pragmatique. Il s'agit de prélever des échantillons et parfois un seul échantillon d'une partie d'une population facile à échantillonner et ce procédé est souvent utilisée en raison de son faible coût. Il s'agit d'un échantillonnage *ad hoc* qui est parfois utilisé dans les essais pilotes.

L'échantillonnage de convenance comporte généralement plus d'inconvénients que d'avantages. Il y a une possibilité d'erreur d'échantillonnage et de manque de représentation adéquate de la population, et en outre, l'utilisation de l'échantillonnage de convenance peut conduire à des différends car il s'agit d'une procédure qui n'est ni équitable ni valable.

6.2 Contrôle répété

Lorsque les résultats du contrôle initial d'un lot donné sont considérés comme suspects en raison de l'échantillonnage, un contrôle répété du lot peut être effectué. Le contrôle répété est donc une option

possible qui pourrait être utilisée pour le règlement des litiges. Il est important d'exclure, si possible, d'autres causes avant de conclure qu'un échantillonnage défectueux en est la cause.

Les Directives pour le règlement des litiges portant sur les résultats analytiques (essais) (CXG 70-2009) fournissent les conseils suivants :

« Les raisons possibles de désaccord peuvent inclure une ou plusieurs causes telles que : l'existence, la pertinence et la validité statistique du plan d'échantillonnage utilisé pour évaluer le produit ; les tolérances faites pour l'erreur de mesure normale et la variation du produit à l'intérieur d'un lot ; les différences dans les procédures d'échantillonnage physique ; les différences dans la composition des échantillons testés dues à l'hétérogénéité du produit ou à des changements survenus pendant le stockage et/ou le transport du produit ».

Le contrôle répété implique que le lot soit soumis à nouveau pour un contrôle, la décision d'acceptation ou de rejet étant basée sur un nouvel échantillon. Ce processus peut être répété; la conception du plan d'échantillonnage utilisé pour chaque contrôle répétée dépend du nombre de contrôles répétés autorisés.

Il peut y avoir des raisons parfaitement légitimes d'émettre des doutes sur les résultats du contrôle original :

- les plans d'échantillonnage pour acceptation supposent l'homogénéité du lot, ce qui, à son tour, nécessite souvent un échantillonnage aléatoire (voir la section 0). Étant donné qu'il est difficile d'échantillonner aléatoirement des produits préemballés dans de grands conteneurs, il est donc naturel que les producteurs ou les consommateurs soupçonnent ou contestent occasionnellement l'échantillonnage effectué.
- l'utilisation de plans d'échantillonnage ayant pour base des tailles d'échantillon relativement petites peut entraîner des risques élevés de prendre des décisions d'acceptation ou de rejet incorrectes.

En conséquence, il existe des situations où, dans un souci de loyauté, des contrôles répétés devraient être utilisés. Cependant, si une procédure d'échantillonnage appropriée a été correctement appliquée, des preuves doivent être présentées pour justifier la nécessité d'un contrôle répété.

Les schémas de contrôle répété sont particulièrement utiles pour les plans d'échantillonnage à critère d'acceptation zéro ou pour les plans aux mesures avec de petites tailles d'échantillon et de grandes valeurs de k telles que $k = 2$. Il est bien connu que ces plans impliquent généralement des risques plus élevés pour les producteurs. Ainsi, le recours au contrôle répété permet aux producteurs d'opter pour un contrôle répété d'un lot lorsque :

- le lot peut avoir été rejeté en raison d'une procédure d'échantillonnage appropriée ou d'une mauvaise pratique d'échantillonnage, ou
- il y a un historique de processus solide pour présumer que la qualité du lot est effectivement bonne.

6.3 Lots hétérogènes

Alors que la section 3.2.4 traite des *conditions* dans lesquelles un lot peut être considéré comme homogène, cette section aborde la question de savoir *comment traiter* les cas de lots hétérogènes constitués d'éléments distincts. Pour plus d'informations sur l'échantillonnage de lots hétérogènes constitués de matériaux en vrac, se reporter à la section 4.4.

La plupart des plans d'échantillonnage reposent sur l'hypothèse que les lots sont homogènes. L'utilisation de ces plans pour des lots hétérogènes augmentera généralement les risques pour les producteurs et les consommateurs, de sorte que la protection des consommateurs peut être compromise.

Des lots peuvent être hétérogènes quand les lots de contrôle diffèrent des lots de fabrication. En conséquence, une approche peut être de diviser un lot hétérogène particulier en sous-lots conformément aux lots de production ou à d'autres processus de fabrication normalisés. Chacun des sous-lots pourrait alors être suffisamment homogène pour être contrôlé en ayant recours aux attributs normalisés ou à des plans d'échantillonnage par mesures, en contrôlant chaque sous-lot avec le même plan qui aurait été utilisé pour l'ensemble du lot, si ce lot était homogène. Cependant, les lots ne doivent pas être divisés en sous-lots sur la base des résultats obtenus lors d'essais antérieurs.

APPENDICE I GUIDE DE SÉLECTION ET DE CONCEPTION DES PLANS D'ÉCHANTILLONNAGE

1 Introduction

Cette section propose un résumé complet des principes relatifs à la conception des plans d'échantillonnage et aux divers types de plans d'échantillonnage abordés dans le document principal.

Il a été structuré de manière à permettre aux utilisateurs de suivre le processus de conception d'un plan d'échantillonnage à partir des premiers principes pour identifier rapidement les options de plans d'échantillonnage qui sont pertinentes pour une situation particulière dans laquelle l'échantillonnage doit être entrepris.

Des liens sont fournis pour permettre aux utilisateurs d'accéder rapidement à des informations supplémentaires sur des options d'échantillonnage particulières figurant dans le document principal.

1.1 La sélection des options pour les plans d'échantillonnage

A. Déterminer les options pour les plans d'échantillonnage

1. Type de données

Les résultats des essais sont-ils exprimés sous forme de réussite/échec (ou équivalent) ou s'agit-il de mesures ?

Résultats réussite/échec (ou équivalent) (attributs)	Passez à l'étape 2
Mesures (Variables)	Passez à l'étape 3

Aide sur les données d'attributs
Aide sur les données de mesures (variables)

2. Données d'attributs

L'erreur de contrôle est-elle négligeable ou non négligeable ?

Négligeable	CXG50 4.2	PR et CR	
	CXG50 4.2.3	CR seulement	ISO2859-2
	CXG50 Appendice II	PR seulement	ISO2859-1
Non-négligeable	CXG50 5.1.1	Erreurs de contrôle connues	

[Aide à la conception des plans par attributs](#)

3. Données Variables (Mesures)

La disposition porte-t-elle sur la conformité de la distribution ou sur le niveau moyen de la caractéristique ?

3.a. Plans pour évaluer la conformité de la distribution

La caractéristique est-elle normalement répartie, s'agit-il d'une caractéristique de composition ou suit-elle une autre distribution ?

Répartie normalement	Passez à l'étape 4
Proportions liées à la composition	Passez à l'étape 6
Une autre forme de distribution	Passez à l'étape 7

[Aide à la conception des plans aux mesures](#)

3.b. Plans pour le niveau moyen

Plans pour le niveau moyen	Passez à l'étape 8
----------------------------	--------------------

[Aide à la disposition](#)

[Aide au niveau moyen](#)

4. Plan aux mesures, caractéristiques réparties normalement

L'incertitude de mesure est-elle négligeable ou non négligeable ?

Négligeable	CXG50 4.3.3	PR et CR	
	CXG50 4.3.4	CR seulement	ISO3951-6
	CXG50 Appendice 2	PR seulement	ISO3951-1
Non-négligeable	Passez à l'étape 5		

5. Plan aux mesures, caractéristiques réparties normalement, l'incertitude de mesure non négligeable

La caractéristique est-elle normalement répartie ou suit-elle une autre distribution ?

Répartie normalement	CXG50 5.2.7	PR et CR	
Une autre forme de distribution	CXG50 5.2.5	CR seulement	ISO3951-6
	CXG50 5.2.8	PR et CR	

6. Proportions liées à la composition

L'incertitude de mesure est-elle négligeable ou non négligeable ?

Négligeable	CXG50 4.4.10	PR et CR
Non-négligeable	Passez à l'étape 5	

7. La caractéristique n'est pas répartie normalement et elle n'est pas non plus une proportion liée à la composition

L'incertitude de mesure est-elle négligeable ou non négligeable ?

Négligeable	CXG50 4.2.7	PR et CR
Non-négligeable	CXG50 5.2.8	PR et CR

8. La disposition est sont exprimée en termes de niveau moyen dans un lot.

L'incertitude de mesure est-elle négligeable ou non négligeable ?

Négligeable	CXG50 4.4.8	PR et CR
Non-négligeable [pas d'information fournie]		

B. Spécifier la rigueur du plan d'échantillonnage (plans pour évaluer la conformité à des niveaux minimum ou maximum)

Niveau de qualité du risque du consommateur
(CRQ) [Aide à la CRQ](#)

Quel pourcentage de non-conformité (niveau de qualité ?) autoriseriez-vous dans des lots que vous souhaiteriez rejeter la plupart du temps ?	6.5 %
--	-------

Risque du consommateur (CR) [Aide au CR](#)

Quel risque pour le consommateur êtes-vous prêt à autoriser, c'est-à-dire à quelle fréquence voudriez-vous accepter des lots contenant 6,5 % de nonconformités ?	10 %
--	------

Si la caractéristique est une préoccupation "sérieuse" pour la sécurité alimentaire (ou autre)

- Il pourrait ne pas être approprié de contrôler explicitement les risques du producteur
- Utiliser des plans ISO (ou d'autres) qui contrôlent uniquement le risque du consommateur

Si la caractéristique n'est pas une préoccupation "sérieuse" en matière de sécurité alimentaire ou autre, il convient de contrôler également le risque du producteur

Niveau de qualité du risque du producteur
(PRQ) [Aide à la PRQ](#)

Quel pourcentage de nonconformités (niveau de qualité ?) devrait être présent dans les lots que vous souhaiteriez accepter la plupart du temps ?	5.0 %
--	-------

Risque du producteur (PR) [Aide au PR](#)

Quel risque du producteur êtes-vous prêt à autoriser, c'est-à-dire à quelle fréquence voudriez-vous rejeter des lots contenant 5,0 % de nonconformités ?	5%
--	----

C. Évaluer le plan pour déterminer les paramètres du plan et calculer la courbe d'efficacité

Déterminer le nombre d'échantillons et le critère d'acceptation (plans par attributs) ou la constante d'acceptabilité (plans aux mesures)

1.1.1 Exemple d'un plan d'échantillonnage par attributs

En recourant, à titre d'exemple, à la norme CXS 207-1999 pour les laits en poudre et la crème en poudre.

Ces exemples sont hypothétiques, certains des scénarios sont artificiels et peuvent ne pas refléter la réalité.

Exemple 1: Particules brûlées dans du lait entier en poudre

La caractéristique « particules brûlées » est incluse dans la norme CXS 207-1999 en tant que facteur de qualité supplémentaire. La norme stipule qu'un échantillon est considéré comme conforme s'il est évalué comme étant de « disque B » au maximum.

1. La nature de la disposition

La disposition s'applique-t-elle à la répartition globale (la majeure partie du lot doit être conforme) ou au niveau moyen ?

Répartition globale

Passez à l'étape 2

Niveau moyen

Passez à l'étape 9

Ce paramètre s'applique à la répartition globale du produit.

2. Type de données

Les résultats d'essai sont-ils exprimés sous forme de réussite/échec (ou équivalent) ou s'agit-il de mesures ?

Résultats réussite/échec (attributs)

Passez à l'étape 3

Mesures (Variables)

Passez à l'étape 4

Les « scores » de particules brûlées sont des données d'attributs, étant soit « inférieurs ou égaux à un disque B », soit supérieurs à un « disque B ».

3. Données d'attributs

L'erreur de contrôle est-elle négligeable ou importante ?

Négligeable

[CXG50 4.2](#)

Importante

[CXG50 5.1.1](#)

Pour cet exemple on suppose que l'erreur de mesure est négligeable.

Spécifier la rigueur du plan d'échantillonnage

(plans pour évaluer la conformité à des niveaux minimum ou maximum)

La dernière étape consiste à décider de la rigueur requise pour le plan d'échantillonnage, de la manière dont nous voulons que le plan d'échantillonnage contrôle les risques du producteur et du consommateur.

Cela peut être fait en répondant aux questions suivantes. Dans la plupart des cas, les valeurs par défaut de 10 % pour la probabilité d'accepter à tort un produit au niveau de qualité du risque du consommateur et de 5 % pour la probabilité de rejeter à tort un produit au niveau de qualité de risque du producteur peuvent être utilisées, donc il faut spécifier uniquement les niveaux de qualité du risque du consommateur et du producteur.

Notez que les questions sont exprimées dans l'ordre inverse.

Notant que les particules brûlées sont un facteur de qualité (caractéristique) supplémentaire, aux fins de cet exemple, on suppose qu'il est de moindre importance que les caractéristiques de composition, de sorte que le niveau de qualité du risque du consommateur pourrait être fixé à 15 %, et le niveau qualité du risque du producteur à 5%.

Niveau de qualité du risque du consommateur (CRQ)

Quel pourcentage de non-conformités autoriseriez-vous dans les lots que vous voudriez rejeter la plupart du temps ?

15%

À quelle fréquence voudriez-vous accepter de tels lots ?

10%

Niveau de qualité du risque du producteur (PRQ)

Quel pourcentage de nonconformités devrait être présent dans les lots que vous souhaiteriez accepter la plupart du temps ?

4%

À quelle fréquence voudriez-vous rejeter de tels lots ?

5%

L'image suivante provient d'une application de conception d'échantillonnage. Dans cet exemple, les seules entrées requises sont la sélection :

- de l'option 'attributs' pour le type du plan
- du niveau de qualité du risque du producteur de 4%
- du niveau de qualité du risque du consommateur de 15%
- (les valeurs par défaut du risque du producteur et du risque du consommateur de 5% et de 10% respectivement).

Le plan d'échantillonnage requis pour contrôler les risques à ces niveaux peut être lu dans le tableau sous le diagramme comme ($n = 60$, $c = 5$), c'est-à-dire que 60 échantillons doivent être prélevés sur le lot et testés, le lot étant accepté à condition que pas plus que cinq de ces 60 échantillons s'avèreront non conformes, classés à plus que de « Disque B ».

Cependant, ce plan pourrait être excessif d'un point de vue pratique, étant donné que les essais de particules brûlées sont manuellement intensifs. Plusieurs options sont disponibles :

- Reconcevoir le plan en utilisant des paramètres différents pour les risques du producteur et les risques du consommateur
- Utilisez un plan "prêt à l'emploi", tel qu'un plan d'une norme ISO
- Décider de ne pas effectuer d'évaluations des particules brûlées

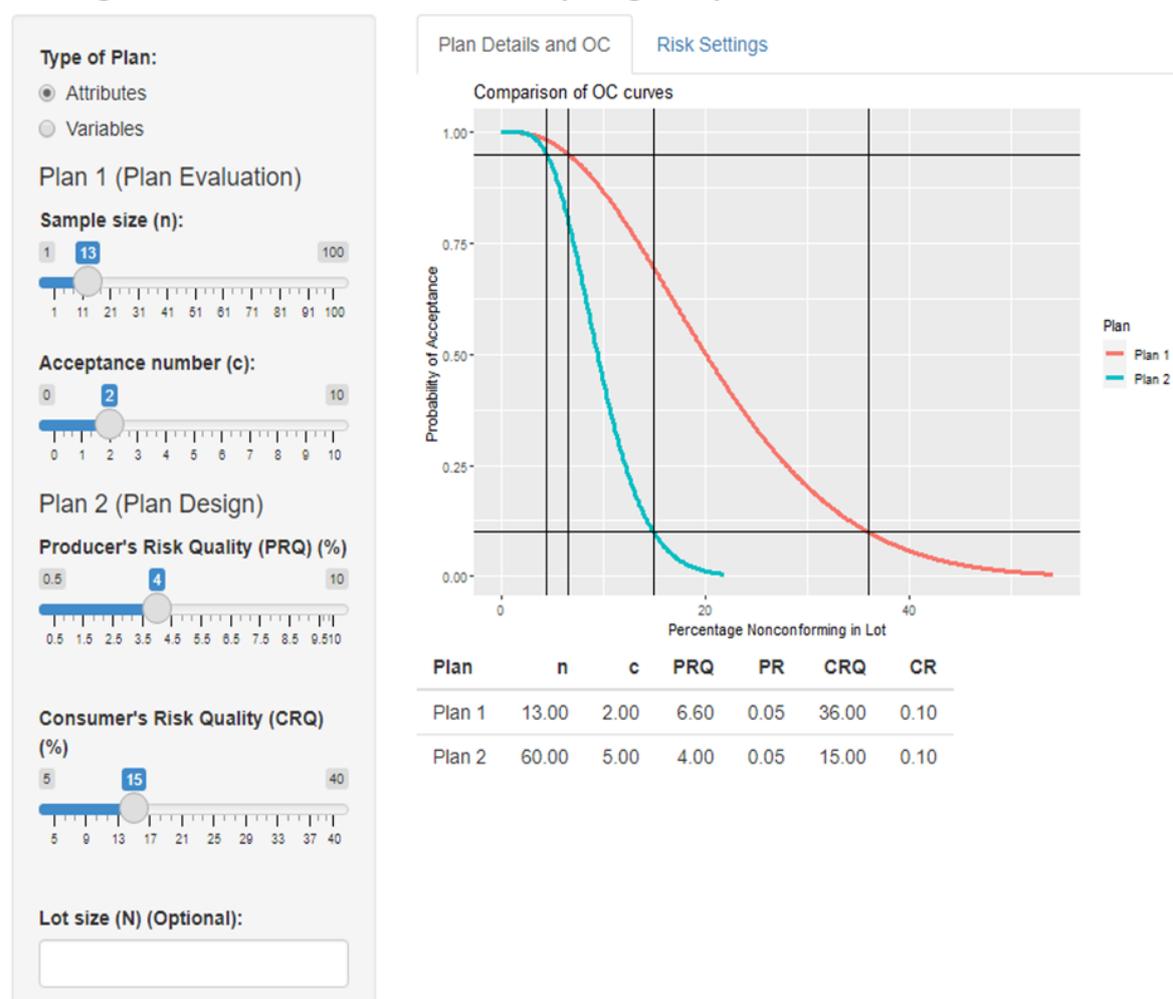
L'image ci-dessous montre la caractéristique de fonctionnement du plan ($n = 13$, $c = 2$) repris de la norme ISO.

Le tableau sous le graphique montre le niveau de qualité du risque du producteur (PRQ) de 6,6 % et un niveau de qualité du risque du consommateur (CRQ) de 36 %, de sorte qu'il y aurait 10 % de chances d'accepter des lots dans lesquels 36 % du produit est non conforme.

Une décision doit être prise si ce plan peut convenir.

Cela montre qu'il est important que les plans d'échantillonnage « prêts à l'emploi » soient évalués avant leur utilisation pour s'assurer qu'ils contrôleront le risque du producteur et en particulier du consommateur à des niveaux satisfaisants.

Design and Evaluation of Sampling Inspection Plans



1.1.2 Exemple de plan d'échantillonnage par mesures

En recourant, à titre d'exemple, à la norme CXS 207-1999 pour les laits en poudre et la crème en poudre.

Ces exemples sont hypothétiques, certains des scénarios sont artificiels et peuvent ne pas refléter la réalité.

Exemple 2: Teneur en humidité dans du lait entier en poudre

La disposition stipule que la teneur en humidité ne doit pas dépasser un maximum de 5 %.

Dans cet exemple, on suppose que l'incertitude de mesure est négligeable par rapport à l'écart type du lot, avec plus de détails donnés ci-dessous.

1. La nature de la disposition

La disposition s'applique-t-elle à la répartition globale (la majeure partie du lot doit être conforme) ou au niveau moyen ?

Répartition globale

Passez à l'étape 2

Niveau moyen

Passez à l'étape 9

La disposition est une limite maximale et s'applique donc à la répartition globale de l'humidité dans un lot.

2. Type de données

Les résultats d'essai sont-ils exprimés sous forme de réussite/échec (ou équivalent) ou s'agit-il de mesures ?

Résultats réussite/échec (attributs)

Passez à l'étape 3

Mesures (Variables)

Passez à l'étape 4

La teneur en humidité est un paramètre mesuré, et ainsi les plans aux mesures représentent le choix naturel. Des plans par attributs pourraient également être utilisés puisque l'incertitude de mesure est négligeable, même si ces plans seraient moins économiques en termes de nombre d'échantillons à tester.

3. Données d'attributs

L'erreur de contrôle est-elle négligeable ou importante ?

Négligeable

CXG50
4.2

Importante

CXG50
5.2.1
CXG50
5.2.2

Comme ci-dessus, l'incertitude de mesure est supposée négligeable.

4. Données Variables (Mesures)

La caractéristique est-elle normalement répartie, s'agit-il d'une caractéristique liée à la composition ou suit-elle une autre distribution ?

Répartie normalement

Passez à l'étape 5

Proportions liées à la composition

Passez à
l'étape 7

Une autre forme de distribution

Passez à
l'étape 8

Aux fins de cet exemple et de manière générale, on suppose que l'humidité dans un lot est normalement distribuée

5. Plan aux mesures, caractéristiques réparties normalement

L'incertitude de mesure est-elle négligeable ou importante ?
--

Négligeable

CXG50 4.2

Importante

Passez à
l'étape 6

L'incertitude de mesure est supposée négligeable.

Spécifier la rigueur du plan d'échantillonnage

(plans pour évaluer la conformité à des niveaux minimum ou maximum)

La dernière étape consiste à décider de la rigueur requise pour le plan d'échantillonnage, de la manière dont nous voulons que le plan d'échantillonnage contrôle les risques du producteur et du consommateur.

Cela peut être fait en répondant aux questions suivantes. Dans la plupart des cas, les valeurs par défaut de 10 % pour la probabilité d'accepter à tort un produit au niveau de qualité du risque du consommateur et de 5 % pour la probabilité de rejeter à tort un produit au niveau de qualité de risque du producteur peuvent être utilisées, donc il faut spécifier uniquement les niveaux de qualité du risque du consommateur et du producteur.

Notez que les questions sont exprimées dans l'ordre opposé, par exemple, la question de la CRQ se rapporte au rejet plutôt qu'à l'acceptation.

Dans cet exemple, on suppose que le niveau de qualité du risque du consommateur est de 10 %, reflétant peut-être que les poudres de lait sont un produit de base et le niveau de qualité du risque du producteur est de 2½ %

Niveau de qualité du risque du consommateur (CRQ)

Quel pourcentage de non-conformités autoriseriez-vous dans les lots que vous voudriez rejeter la plupart du temps ?	10%
---	-----

À quelle fréquence voudriez-vous <u>accepter</u> de tels lots ?	10%
---	-----

Niveau de qualité du risque du producteur (PRQ)

Quel pourcentage de nonconformités devrait être présent dans les lots que vous souhaiteriez <u>accepter</u> la plupart du temps ?	2.5%
---	------

À quelle fréquence voudriez-vous <u>rejeter</u> de tels lots ?	5%
--	----

Conception du plan

L'incertitude de mesure étant négligeable, les plans d'échantillonnage peuvent être conçus à l'aide d'une application.

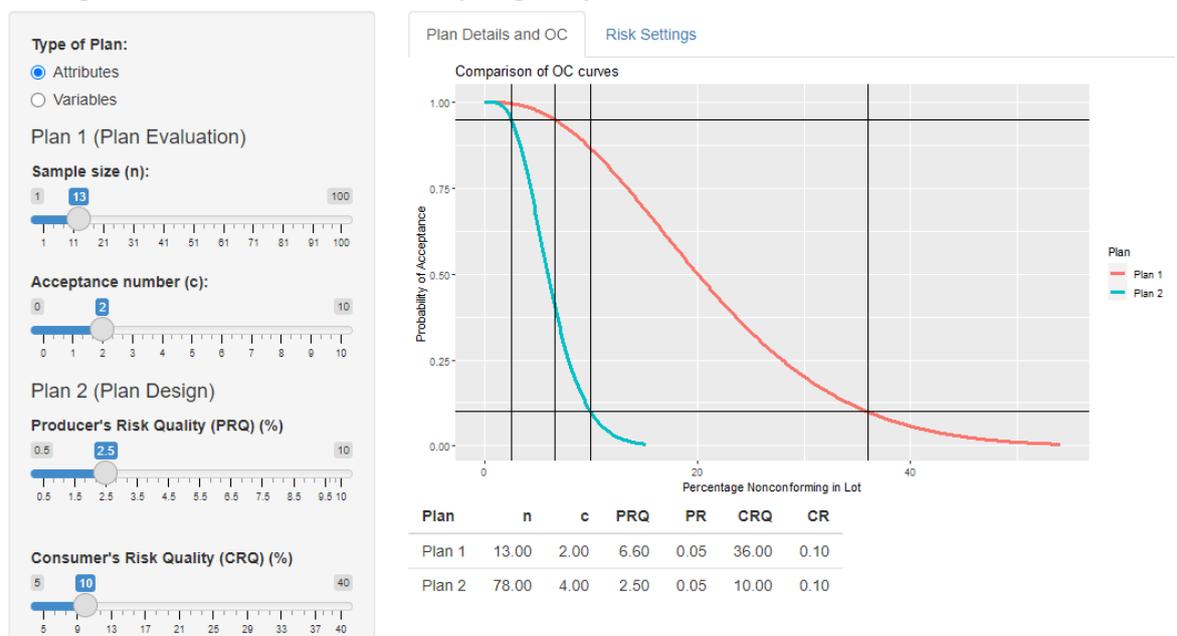
1. Plans par attributs

Ce qui suit montre une image du résultat de l'application. Dans cet exemple, les seules entrées requises sont la sélection

- de l'option 'attributs' pour le type du plan
- du niveau de qualité du risque du producteur de 2,5%
- du niveau de qualité du risque du consommateur de 10%
- Les valeurs par défaut du risque du producteur et du risque du consommateur sont 5% et 10% respectivement.

Le plan d'échantillonnage requis pour contrôler les risques à ces niveaux peut être consulté dans le tableau sous le diagramme comme ($n = 78$, $c = 4$), c'est-à-dire que 78 échantillons doivent être prélevés sur le lot et testés, le lot étant accepté à condition qu'il n'y a pas plus que quatre de ces 78 échantillons s'affichant non conformes, avec des résultats supérieurs à 5%.

Design and Evaluation of Sampling Inspection Plans



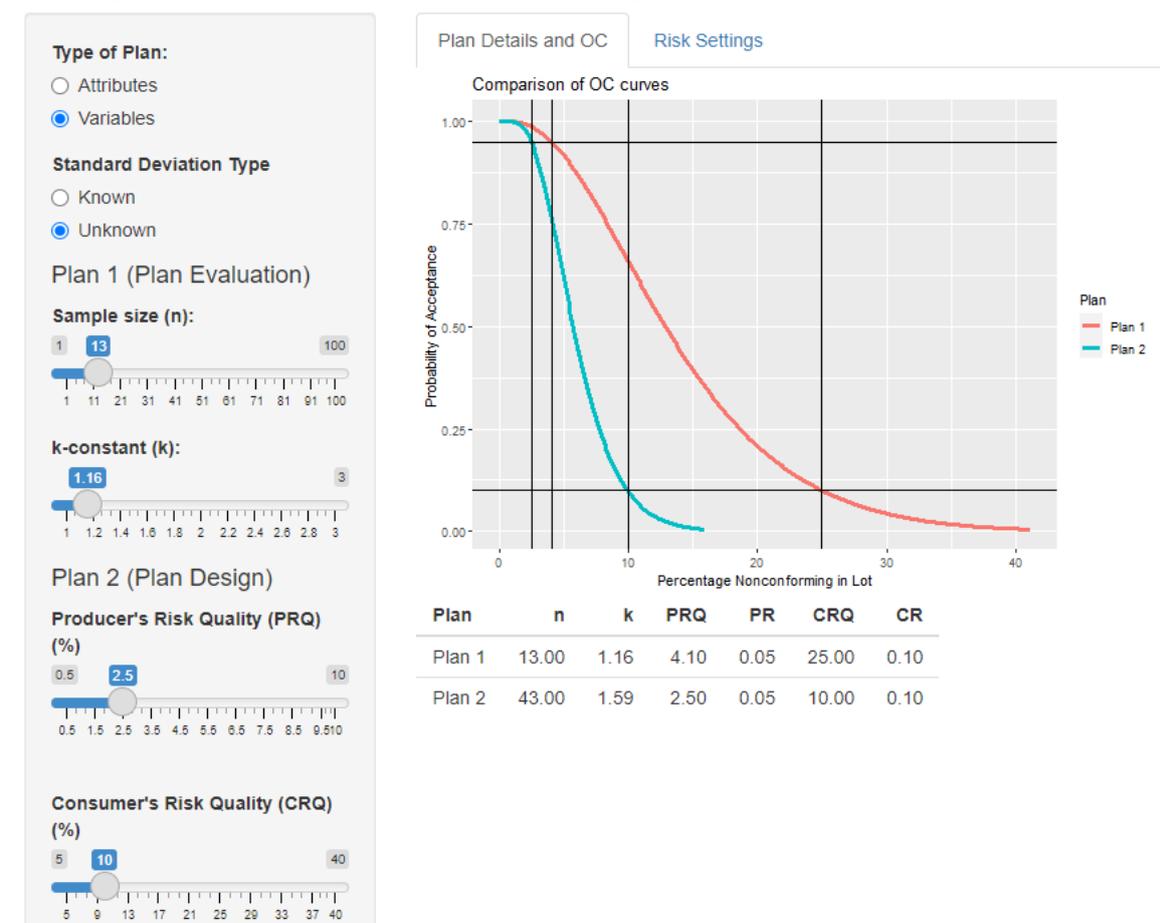
2. Plans aux mesures

Ce qui suit montre une image du résultat de l'application. Dans cet exemple, les seules entrées requises sont la sélection

- de l'option « Mesures » (« Variables ») pour le type de plan
- du niveau de qualité du risque du producteur de 2,5%
- du niveau de qualité du risque du consommateur de 10%
- Les valeurs par défaut du risque du producteur et du risque du consommateur sont 5% et 10% respectivement.

Nous devons également préciser si le véritable écart type (sd) du processus qui a produit le lot est connu ou s'il est inconnu et estimé à partir des données obtenues de l'échantillonnage du lot, toutefois il serait plus courant que les écarts types soient inconnus dans les contrôles effectués par les « consommateurs ».

Design and Evaluation of Sampling Inspection Plans



Le plan d'échantillonnage requis pour contrôler les risques à ces niveaux peut être consulté dans le tableau sous le diagramme comme ($n = 43$, $c = 1,59$), c'est-à-dire que 43 échantillons doivent être prélevés sur le lot et testés, le lot étant accepté à condition que la moyenne et l'écart type des résultats répondent au critère d'acceptation :

$$\bar{x} + 1.59s \leq 5$$

Où \bar{x} est la moyenne des 43 résultats individuels et 's' est leur écart type. On suppose que les mesures sont exprimées en pourcentage, par exemple, une teneur en humidité de 5 % sur une base de poids/poids, plutôt qu'en décimal (0,05).

1.1.3 Matériau de support

Contexte	Terme	Explication
La nature de la disposition	Disposition	Une disposition est une exigence pour un produit qui doit être respectée afin que le produit soit conforme à la norme.
La nature de la disposition	Répartition globale	Les limites de spécification peuvent être exprimées en tant que limite minimale ou maximale (ou les deux) appliquée soit à la répartition globale de la caractéristique dans le lot, c'est-à-dire soit au niveau de qualité du pourcentage de non-conformité, soit au niveau moyen

La nature de la disposition	Niveau moyen	<p>Dans certains cas, comme le poids net des emballages, une limite est fixée pour le niveau moyen, avec l'intention que le niveau moyen dans le lot ne soit pas inférieur à la limite. Au sein du Codex, bien qu'il s'agisse d'un exemple de plans d'échantillonnage pour les matières en vrac, les plans pour les aflatoxines sont également basés sur la conformité du niveau moyen, afin de garantir qu'il reste une faible chance que le niveau moyen d'un lot dépasse la limite maximale.</p> <p>On suppose généralement que la caractéristique de qualité est normalement distribuée; la pertinence de la distribution est moins critique lorsque la conformité du niveau moyen est évaluée. On suppose également qu'il y a une limite de spécification unique, soit une limite de spécification inférieure, L ou une limite de spécification supérieure, U.</p>
Type de données	Attributs	Données pour lesquelles les résultats des essais ont des résultats nominaux ou sont mesurés sur une échelle, en particulier les résultats binaires tels que réussite ou échec, et les mesures classées comme résultats binaires.
Type de données	Variables (Mesures)	Le contrôle par mesures signifie que les résultats des mesures sur chaque échantillon représentent un nombre, généralement un nombre décimal. Cela contraste avec les données d'attributs où les résultats réussite / échec sont obtenus ou sur une échelle (parfois exprimé numériquement, par exemple 1 à 5).
Le type du plan d'échantillonnage	Plans par attributs	<p>Le contrôle par attributs consiste à examiner un élément ou les caractéristiques d'un élément et à classer l'élément comme «conforme» ou «non conforme». L'action à entreprendre est décidée en comptant le nombre d'éléments non conformes ou le nombre de non-conformités trouvés dans un échantillon aléatoire.</p> <p>Un plan d'échantillonnage à contrôle par attributs spécifie le nombre d'échantillons (n) et le nombre maximum d'éléments non conformes, appelé constante d'acceptation (c) pour le lot à accepter.</p> <p>Les valeurs de n et c sont établies à partir des niveaux spécifiés de risque admissible.</p>
Le type du plan d'échantillonnage	Plans aux mesures	Les plans de contrôle par mesures utilisent des moyennes et des écarts types calculés à partir des mesures (données de mesures) pour prendre une décision quant à l'acceptation d'un lot. Ces plans sont spécifiés par le nombre d'échantillons à prélever (n) et une constante d'acceptabilité (k).
L'incertitude de mesure		Un paramètre, associé au résultat d'une mesure, qui caractérise la dispersion des valeurs qui pourraient raisonnablement être attribuées au mesurande (c'est à dire la quantité destinée à être mesurée). La mesure peut comprendre des composantes aléatoires et systématiques.
L'écart type du lot		Paramètre, généralement exprimé sous la forme d'un écart type, décrivant la variation d'une caractéristique au sein d'un lot.
L'incertitude de mesure négligeable		Situation dans laquelle l'incertitude de mesure est faible par rapport à l'écart type du lot et n'a pas besoin d'être prise en compte dans la conception d'un plan d'échantillonnage. En règle générale, l'incertitude de mesure est considérée comme négligeable si l'écart type représentant l'incertitude de mesure est inférieur à 10 % de l'écart type du lot.

L'incertitude de mesure non négligeable		Fait référence aux cas où l'incertitude de mesure est NON négligeable.
L'écart type		L'écart type est une mesure de la quantité de variation ou de dispersion dans un ensemble de valeurs
L'écart type connue (vrai)		Conceptuellement, l'écart type qui serait trouvé, par exemple, si chaque élément d'un lot était mesuré. Dans la pratique, les écarts types peuvent être considérés comme connus s'ils sont calculés à l'aide d'un nombre raisonnablement élevé de résultats d'essais, généralement 100 à 200. Pour qu'un écart type représentant la variation à plus long terme d'un processus soit considéré comme connu, le processus doit être stable (cohérent) dans le temps.
L'écart type estimé (échantillon)		Un écart type calculé à partir d'une quantité de données inférieure à celle requise pour que l'écart type soit considéré comme connu.
Répartition normale		Distribution statistique couramment utilisée dans de nombreuses branches de la statistique pour décrire la variation d'une méthode de mesure dans certaines conditions ou d'une caractéristique au sein d'un lot. Une distribution normale est décrite par sa moyenne (c'est-à-dire son niveau moyen) et son écart type et elle suit une courbe caractéristique « en forme de cloche ».
Proportions liées à la composition		Caractéristique dont la concentration dans un lot peut être exprimée sous la forme d'une «fraction massique», un nombre prenant des valeurs comprises entre zéro et un. À proprement parler, proportion liée à la composition sont sans dimension et n'ont pas d'unités de mesure appropriées, bien qu'il soit courant de les exprimer en utilisant des unités telles que des pourcentages, des parties par million (ppm), etc.
Risque du producteur	PR	En termes généraux, le risque du producteur est le risque qu'un lot de bonne qualité soit rejeté. Plus précisément, dans la conception des plans d'échantillonnage pour acceptation, le risque du producteur est la probabilité de rejeter un lot dont le niveau de qualité est égal au niveau de qualité du risque du producteur (PRQ).
Niveau de qualité du risque du producteur	PRQ	Le niveau de qualité (pourcentage de nonconformités dans le lot) auquel la probabilité de rejeter le lot est égale au risque du producteur (PR) spécifié
Risque du consommateur	CR	Le risque du producteur est le risque qu'un lot de mauvaise qualité soit accepté. Plus précisément, dans la conception des plans d'échantillonnage pour acceptation, le risque du consommateur est la probabilité d'accepter un lot dont le niveau de qualité est égal au niveau de qualité du risque du consommateur (CRQ).
Niveau de qualité du risque du consommateur	CRQ	Le niveau de qualité (pourcentage non conforme dans le lot) auquel la probabilité d'accepter le lot est égale au risque du consommateur spécifié (CR)

APPENDICE II

PLANS DE CONTRÔLE ISO INDEXÉS PAR LE RISQUE DU PRODUCTEUR.

1 Plans de contrôle ISO indexés par le risque du producteur - Introduction / Contexte

Comme indiqué dans les sections 4.2.3 et 4.3.4, les plans d'échantillonnage inclus dans les normes ISO 2859 et ISO 3951 diffèrent des plans discutés ailleurs dans ces directives en ce sens qu'ils ont été conçus pour contrôler explicitement soit le risque du producteur, soit le risque du consommateur, mais pas les deux, et utiliser une relation de taille de lot pour déterminer la taille d'échantillon requise.

1.1 La taille du lot contre la taille de l'échantillon

Statistiquement, la taille du lot elle-même n'a pas un rôle important dans la détermination de la protection des consommateurs et des producteurs, tandis que les changements dans la taille de l'échantillon ont un impact sur la protection offerte par n'importe quel plan.

Malgré cela, une relation entre la taille du lot et la taille de l'échantillon a été intégrée à la conception des plans d'échantillonnage figurant dans les normes ISO. Cette relation est arbitraire bien qu'elle ait pour effet général de réduire les risques de prendre des décisions incorrectes pour des lots plus grands, où les coûts engendrés par des décisions incorrectes seront plus importants. Cette relation signifie que les normes ISO ne s'appliquent qu'aux lots constitués d'éléments distincts.

En conséquence de l'utilisation d'une relation entre la taille de l'échantillon et la taille du lot, l'ISO a indiqué que les plans d'échantillonnage indexés par PRQ, contrôlant explicitement le risque du producteur, sont destinés au contrôle d'une série continue de lots et les plans indexés par CRQ, contrôlant explicitement le risque du consommateur, conviennent plutôt au contrôle de lots isolés. Cependant, cette distinction n'est plus pertinente si les deux types de risques sont pris en compte dans la conception des plans.

1.2 Schémas d'échantillonnage

Les normes ISO décrivent des schémas d'échantillonnage, des ensembles de plans d'échantillonnage avec différents niveaux de contrôle pour garantir une maîtrise efficace de la qualité. Les schémas d'échantillonnage contiennent également des règles de permutation pour passer d'un niveau de contrôle à l'autre en fonction de l'historique récent de la qualité. Typiquement et dans les normes ISO, la permutation se produit entre des plans de contrôle normaux, renforcés et réduits dans chaque schéma d'échantillonnage.

- un plan de contrôle normalisé est utilisé lorsque le processus est considéré comme fonctionnant au niveau de la PRQ ou légèrement mieux que celle-ci.
- un contrôle renforcé utilise des règles de décision plus rigoureux que celles utilisées lors d'un contrôle normale. L'objectif principal du recours au contrôle renforcée est d'exercer une pression sur le producteur lorsque la qualité est inférieure à la PRQ, en introduisant un taux de rejet plus élevé.
- un plan de contrôle réduit permet de gérer des tailles d'échantillon plus petites que celles utilisées dans un contrôle normalisé. Lorsque le niveau de la qualité soumise est suffisamment bon, un contrôle réduit offre une économie d'échantillonnage.

Les schémas d'échantillonnage offrent une assurance plus complète que l'utilisation des plans d'échantillonnage individuels. Toutefois, les règles de permutation sont jugées trop complexes pour être appliquées dans le commerce international et du point de vue du consommateur en général, bien qu'il soit possible de concevoir un plan d'échantillonnage qui contrôle les risques du producteur et du consommateur au même niveau qu'un schéma d'échantillonnage global.

1.3 Tableau : Contrôle par plans aux attributs selon la norme ISO 2859-1

La taille du lot (le nombre des éléments)	NQA	Réduit (n, c)	Normal (n, c)	Renforcé (contrôle réduit) (n, c)
2-8	0,65%	(2 ,0)	(2 ,0)	(3 ,0)
	2,50%	(2 ,0)	(2 ,0)	(3 ,0)
	6,50%	(2 ,0)	(2 ,0)	(3 ,0)

La taille du lot (le nombre des éléments)	NQA	Réduit (n, c)	Normal (n, c)	Renforcé (contrôle réduit) (n, c)
9-15	0,65%	(2 ,0)	(3 ,0)	(5 ,0)
	2,50%	(2 ,0)	(3 ,0)	(5 ,0)
	6,50%	(2 ,0)	(3 ,0)	(5 ,1)
16-25	0,65%	(2 ,0)	(5 ,0)	(8 ,0)
	2,50%	(2 ,0)	(5 ,0)	(8 ,0)
	6,50%	(2 ,0)	(5 ,1)	(8 ,1)
26-50	0,65%	(2 ,0)	(8 ,0)	(13 ,0)
	2,50%	(2 ,0)	(8 ,0)	(13 ,1)
	6,50%	(2 ,0)	(8 ,1)	(13 ,1)
51 - 90	0,65%	(2 ,0)	(13 ,0)	(20 ,0)
	2,50%	(2 ,0)	(13 ,1)	(20 ,1)
	6,50%	(2 ,0)	(13 ,2)	(20 ,2)
91 - 150	0,65%	(3 ,0)	(20 ,0)	(32 ,0)
	2,50%	(3 ,0)	(20 ,1)	(32 ,1)
	6,50%	(3 ,0)	(20 ,3)	(32 ,3)
151 - 280	0,65%	(5 ,0)	(32 ,0)	(50 ,1)
	2,50%	(5 ,0)	(32 ,2)	(50 ,2)
	6,50%	(5 ,1)	(32 ,5)	(50 ,5)
281 - 500	0,65%	(8 ,0)	(50 ,1)	(80 ,1)
	2,50%	(8 ,0)	(50 ,3)	(80 ,3)
	6,50%	(8 ,1)	(50 ,7)	(80 ,8)
501 - 1 200	0,65%	(13 ,0)	(80 ,1)	(125 ,1)
	2,50%	(13 ,1)	(80 ,5)	(125 ,5)
	6,50%	(13 ,2)	(80 ,10)	(125 ,12)
1 201 – 1 320	0,65%	(20 ,1)	(125 ,2)	(200 ,2)
	2,50%	(20 ,1)	(125 ,7)	(200 ,8)
	6,50%	(20 ,3)	(125 ,14)	(200 ,18)
1 321 – 10 000	0,65%	(32 ,0)	(200 ,3)	(315 ,3)
	2,50%	(32 ,2)	(200 ,10)	(315 ,12)
	6,50%	(32 ,5)	(200 ,21)	(315 ,18)
10 001 – 35 000	0,65%	(50 ,1)	(315 ,5)	(500 ,5)
	2,50%	(50 ,3)	(315 ,14)	(500 ,18)

La taille du lot (le nombre des éléments)	NQA	Réduit (n, c)	Normal (n, c)	Renforcé (contrôle réduit) (n, c)
	6,50%	(50 ,7)	(315 ,21)	(500 ,18)
35 001 - 150 000	0,65%	(80 ,1)	(500 ,7)	(800 ,8)
	2,50%	(80 ,5)	(500 ,21)	(800 ,18)
	6,50%	(80 ,10)	(500 ,21)	(800 ,18)
150 001 - 500 000	0,65%	(125 ,2)	(800 ,10)	(1 250 ,12)
	2,50%	(125 ,7)	(800 ,21)	(1 250 ,18)
	6,50%	(125 ,12)	(800 ,21)	(1 250 ,18)
500 001 et plus	0,65%	(200 ,3)	(1 250 ,14)	(2 000 ,18)
	2,50%	(200 ,10)	(1 250 ,21)	(2 000 ,18)
	6,50%	(200 ,12)	(1 250 ,21)	(2 000 ,18)

1.4 Tableau : Contrôle par plans aux mesures selon ISO 3951-1 (écart type du lot inconnu)

La taille du lot (le nombre des éléments)	NQA	Réduit (n, k)	Normal (n, k)	Renforcé contrôle (n, k)
2 - 8	0,65%	(3, 1.45)	(3, 1.45)	(4, 1.45)
	2,50%	(3, 0.958)	(3, 0.958)	(4, 0.958)
	6,50%	(3, 0.566)	(3, 0.566)	(4, 0.566)
9 - 15	0,65%	(3, 1.45)	(3, 1.45)	(5, 1.45)
	2,50%	(3, 0.958)	(3, 0.958)	(5, 0.958)
	6,50%	(3, 0.566)	(3, 0.566)	(5, 0.566)
16 - 25	0,65%	(3, 1.45)	(4, 1.45)	(7, 1.45)
	2,50%	(3, 0.958)	(4, 0.958)	(7, 0.958)
	6,50%	(3, 0.566)	(4, 0.566)	(7, 0.566)
26 - 50	0,65%	(3, 1.45)	(5, 1.45)	(10, 1.45)
	2,50%	(3, 0.958)	(5, 0.958)	(10, 0.958)
	6,50%	(3, 0.566)	(5, 0.566)	(10, 0.566)
51 - 90	0,65%	(3, 1.45)	(7, 1.45)	(15, 1.45)
	2,50%	(3, 0.958)	(7, 0.958)	(15, 0.958)
	6,50%	(3, 0.566)	(7, 0.566)	(15, 0.566)
91 - 150	0,65%	(3, 1.45)	(10, 1.45)	(20, 1.45)
	2,50%	(3, 0.958)	(10, 0.958)	(20, 0.958)
	6,50%	(3, 0.566)	(10, 0.566)	(20, 0.566)
151 - 280	0,65%	(4, 1.45)	(15, 1.45)	(25, 1.45)
	2,50%	(4, 1.01)	(15, 1.01)	(25, 1.01)
	6,50%	(4, 0.617)	(15, 0.617)	(25, 0.617)
281 - 500	0,65%	(5, 1.53)	(20, 1.53)	(35, 1.53)
	2,50%	(5, 1.07)	(20, 1.07)	(35, 1.07)
	6,50%	(5, 0.675)	(20, 0.675)	(35, 0.675)
501 - 1 200	0,65%	(7, 1.62)	(35, 1.62)	(50, 1.62)
	2,50%	(7, 1.15)	(35, 1.15)	(50, 1.15)
	6,50%	(7, 0.755)	(35, 0.755)	(50, 0.755)
1 201 - 1 320	0,65%	(10, 1.72)	(50, 1.72)	(75, 1.72)
	2,50%	(10, 1.23)	(50, 1.23)	(75, 1.23)
	6,50%	(10, 0.828)	(50, 0.828)	(75, 0.828)
1 321 - 10 000	0,65%	(15, 1.79)	(75, 1.79)	(100, 1.79)

La taille du lot (le nombre des éléments)	NQA	Réduit (n, k)	Normal (n, k)	Renforcé contrôle (n, k)
	2,50%	(15, 1.30)	(75, 1.30)	(100, 1.30)
	6,50%	(15, 0.886)	(75, 0.886)	(100, 0.886)
10 001 - 35 000	0,65%	(20, 1.82)	(100, 1.82)	(150, 1.82)
	2,50%	(20, 1.33)	(100, 1.33)	(150, 1.33)
	6,50%	(20, 0.917)	(100, 0.917)	(150, 0.917)
35 001 - 150 000	0,65%	(25, 185)	(150, 185)	(200, 185)
	2,50%	(25, 135)	(150, 135)	(200, 135)
	6,50%	(25, 936)	(150, 936)	(200, 936)
150 001 - 500 000	0,65%	(35, 189)	(200, 189)	(200, 189)
	2,50%	(35, 139)	(200, 139)	(200, 139)
	6,50%	(35, 969)	(200, 969)	(200, 969)
500 001 -	0,65%	(50, 193)	(200, 193)	(200, 193)
	2,50%	(50, 142)	(200, 142)	(200, 142)
	6,50%	(50, 100)	(200, 100)	(200, 100)

Appendice II

Liste des participants

Président

Susan Morris

Ministry for Primary Industries – Nouvelle-Zélande

Co-Président

Petra Gowik

Federal Office of Consumer Protection and Food Safety (BVL) – Allemagne

Australie*Richard Coghlan***Brésil***Ana Claudia Marquim Firmo de Araújo*

ANVISA - National Health Surveillance Agency

Canada*Thea Rawn*

Health Canada

Grèce*Anastasia Spirakis*

Laboratoire chimique général de l'Etat

Allemagne*Steffen Ulrig**Bertrand Colson*

QuoData GmbH

Hongrie*Krisztina Bakó-Frányó**Attila Nagy**Erik Maloschik*

Agence nationale de sécurité de la filière alimentaire (NÉBIH)

Département de la chimie

Panama*Joseph Gallardo*

Ministerio de Comercio e Industrias

Thaïlande*Codex Thaïlande**Rungrassamee Mahakhaphong***Inde***Codex India*

Food Safety Standards and Authority of India

Iran*Samaneh Eghtedari*

Institute of Standards

Japon*Codex Japon*

Ministère de la santé, du travail et du bien-être

Takahiro Mori

Ministère de l'Agriculture, des Forêts et de la Pêche

Watanabe Takahiro

Institut national des sciences de la santé

Kenya

Service de contrôle phytosanitaire du Kenya

Corée*Codex Corée*

Ministère de l'agriculture, des aliments et des affaires rurales

*Young Jun Kim**Lee Geun Pil*

Ministère de l'agriculture, des aliments et des affaires rurales

Nouvelle-Zélande*Roger Kissling***Association of American Feed Control Officials (AAFCO)***Tom Phillips**Richard TenEyck***Eurachem***Mike Ramsay*