

commission du codex alimentarius



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

ORGANISATION
MONDIALE
DE LA SANTÉ



F

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

Point 8 de l'ordre du jour

CX/MAS 09/30/9

PROGRAMME MIXTE FAO/OMS SUR LES NORMES ALIMENTAIRES

COMITÉ DU CODEX SUR LES MÉTHODES D'ANALYSE ET D'ÉCHANTILLONNAGE

Trentième session

Balatonalmádi (Hongrie), 9 - 13 mars 2009

AVANT-PROJET DE RÉVISION DES DIRECTIVES SUR L'INCERTITUDE DE MESURE

(À l'étape 3 de la procédure)

(Préparé par le Royaume-Uni)

GÉNÉRALITÉS

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

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

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

La délégation du Royaume-Uni a proposé une approche à tous les participants à la vingt-neuvième session du CCMAS et a reçu quelques observations en retour. À la lumière de ces observations, les Directives actuelles ont été révisées en y incluant des notes explicatives. Celles-ci figurent dans le projet de révision du document CAC/GL 54-2004 ci-joint. Il y a lieu de noter que le projet:

- tient dûment compte des textes qui ont déjà été élaborés par le CCMAS et adoptés par la Commission,
- ne recommande pas de procédures particulières pour estimer l'incertitude de mesure. Il existe de nombreux textes qui traitent déjà de ces aspects,
- n'examine pas l'incertitude découlant de l'échantillonnage, et
- a été rédigé dans un style ne s'adressant pas aux experts en métrologie, mais aux fournisseurs de données analytiques, aux clients des laboratoires et aux délégués auprès des comités du Codex s'occupant de produits.

Si une seule délégation a formulé une observation sans susciter de réaction de la part d'autres délégations, il ne sera pas nécessaire d'en tenir compte dans les notes explicatives. Cela s'applique particulièrement lorsque des observations ont été faites sur des textes Codex déjà adoptés, par exemple l'utilisation des facteurs de récupération.

RECOMMANDATIONS

Il est recommandé:

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

L'Avant-projet de révision des directives est distribué à l'étape 3 pour observations et examen à la trentième session du Comité sur les méthodes d'analyse et d'échantillonnage. Les gouvernements et les organisations internationales qui souhaitent formuler des observations sont invités à le faire par écrit, de préférence par courrier électronique, en s'adressant au Secrétaire de la Commission du Codex Alimentarius, Programme mixte FAO/OMS sur les normes alimentaires, FAO, Viale delle Terme di Caracalla, 00153 Rome (Italie), télécopie: +39 (06) 5705 4593, Courriel: codex@fao.org, avec copie au Service central de liaison avec le Codex en Hongrie, Hungarian Food Safety Office, H-1097 Gyáli út 2-6. Budapest (Hongrie), télécopie:+36 13879400, courriel: HU_CodexCP@mebih.gov.hu, **avant le 1^{er} mars 2009**.

APPENDICE: AVANT-PROJET DE RÉVISION DES DIRECTIVES SUR L'INCERTITUDE DE MESURE (CAC/GL 54-2004 révisé)

Introduction

D'après ISO/IEC 17025:2005, il est important et indispensable que les analystes soient conscients de l'incertitude associée à chaque résultat analytique et sachent l'estimer. Pour ce faire, ils disposent de différentes procédures. Il est demandé aux laboratoires d'analyse alimentaires de se charger du contrôle aux fins du Codex¹, d'utiliser chaque fois que possible des méthodes testées en collaboration ou validées, et de vérifier leur application avant de les utiliser pour les analyses de routine. Ces laboratoires ont donc à disposition une série de données analytiques qu'ils peuvent utiliser pour estimer l'incertitude de mesure.

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

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

Terminologie

La définition internationale de l'incertitude de mesure est la suivante:

« Paramètre, associé au résultat d'un mesurage, qui caractérise la dispersion des valeurs qui pourraient raisonnablement être attribuées au mesurande »².

REMARQUES:

1. Le paramètre peut être, par exemple, un écart-type (ou un multiple de celui-ci), ou la demi-largeur d'un intervalle de niveau de confiance déterminé.
2. L'incertitude de mesure comprend, en général, plusieurs composantes. Certaines peuvent être évaluées à partir de la distribution statistique des résultats de séries de mesurages et peuvent être caractérisées par des écart-types expérimentaux. Les autres composantes, qui peuvent aussi être caractérisées par des écart-types, sont évaluées en admettant des distributions de probabilité, d'après l'expérience acquise ou d'après d'autres informations.
3. Il est entendu que le résultat du mesurage est la meilleure estimation de la valeur du mesurande, et que toutes les composantes de l'incertitude, y compris celles qui proviennent d'effets systématiques, telles que les composantes associées aux corrections et aux étalons de référence, contribuent à la dispersion.

Recommandations

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

¹ Comme indiqué dans Codex GL 27-1997 « Directives pour l'évaluation de la compétence des laboratoires d'essais chargés du contrôle des importations et des exportations de denrées alimentaires »

² Vocabulaire international des termes fondamentaux et généraux de métrologie, JCGM 200:2008.

une étude interlaboratoires (en collaboration) par un certain nombre de laboratoires et de matrices en appliquant les protocoles UICPA/ISO/AOAC INTERNATIONAL (3) ou ISO 5725 (4).

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

Références

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

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

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

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

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

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

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

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

Oui, l'une des exigences de la Norme pour les accréditations, ISO 17025:2005 adoptée par le Codex par référence est que l'incertitude de mesure d'un résultat doit être estimée, puis communiquée sur demande si besoin est (la Commission du Codex Alimentarius a élaboré des Directives qui exigent que les laboratoires intéressés à l'importation/exportation de denrées alimentaires soient accrédités³). Du fait que le Codex s'occupe de marchandises faisant l'objet d'un commerce international, il est prévu que la demande sera présentée.

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

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

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

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

³ Directives pour l'évaluation de la compétence des laboratoires chargés du contrôle des importations et des exportations de denrées alimentaires (CAC/GL 27-1997)

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Les références concernant les procédures ci-dessus figurent à la section 11.

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

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

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

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

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

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

8. Valeurs des estimations de l'incertitude de mesure

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

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

Concentration	Incertitude élargie	Fourchette de concentrations acceptables *
100g/100g	4%	96 à 104g/100g
10g/100g	5%	9,5 à 10.5g/100g
1g/100g	8%	0,92 à 1,08g/100g
1g/kg	11%	0,89 à 1,11g/kg
100mg/kg	16%	84 à 116mg/kg
10mg/kg	22%	7,8 à 12,2mg/kg
1mg/kg	32%	0,68 à 1,32mg/kg
< 100µg/kg	44%	56 à 144µg/kg

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

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

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

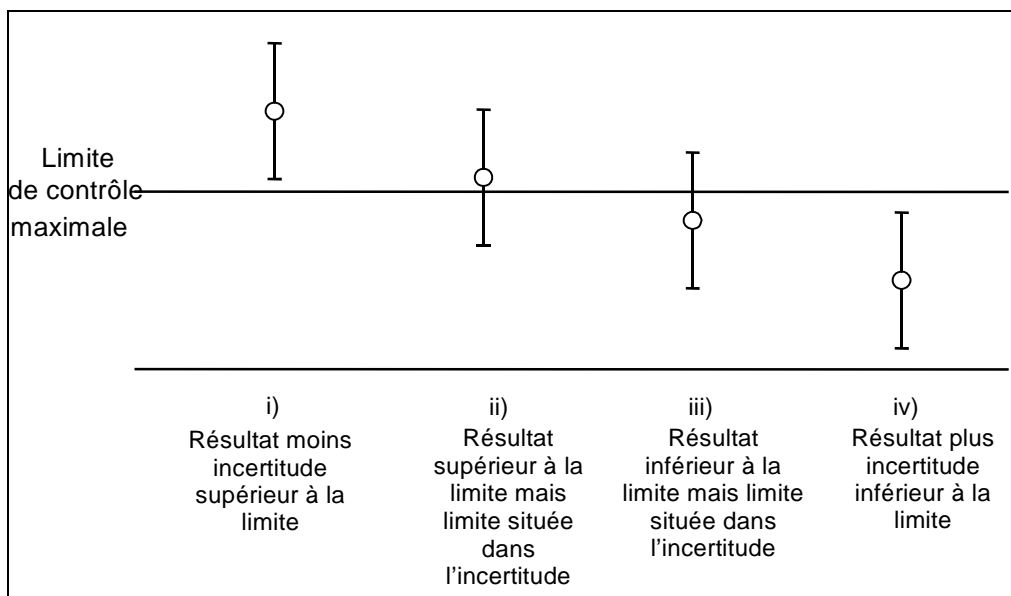
9. Importance de la section du Manuel de procédure intitulée : « Utilisation des résultats analytiques: plans d'échantillonnage, rapports entre les résultats analytiques, l'incertitude de mesure, les facteurs de récupération et les dispositions dans les normes Codex » (extrait du Manuel de procédure,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

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

9.1 Incertitude de mesure

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

Le diagramme ci-dessous illustre parfaitement quatre situations différentes:



Situation I

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

Situation II

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

Situation III

Le résultat analytique est inférieur au niveau maximal de moins que l'incertitude de mesure. En général, les autorités estimeront que l'échantillon est conforme à la spécification, mais seront probablement prudents avec les échantillons suivants.

Situation IV

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

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

9.2 Récupération

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

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

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

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

10. Utilisation de l'incertitude de mesure et définition d'une situation litigieuse

À ÉLABORER POUR LE DOCUMENT SUR LES SITUATIONS LITIGIEUSES. MAIS UN BON TEXTE DEVRAIT SUIVRE LES LIGNES CI-APRÈS:

Il y aura litige lors de l'examen d'une spécification du Codex, qui est une valeur maximale, lorsque:

- Le certificat d'exportation stipule que le résultat analytique auquel l'incertitude de mesure associée est ensuite ajoutée est inférieur à la spécification du Codex (c'est-à-dire « $x + U$ » < L, où x est le résultat analytique indiqué, U est l'incertitude élargie et L est la spécification du Codex, qui est une limite maximale) et, dans ce cas, l'échantillon est conforme à la spécification du Codex, et
- Le certificat d'importation stipule que le résultat analytique duquel l'incertitude de mesure associée est ensuite soustraite est supérieur à la spécification du Codex (c'est-à-dire « $x - U$ » > L, où x est le résultat analytique indiqué, U est l'incertitude élargie et L est la spécification du Codex, qui est une limite maximale) et, dans ce cas, l'échantillon n'est pas conforme à la spécification du Codex⁴.

Cela suppose que le laboratoire à l'importation soustraira l'incertitude de mesure, comme il est suggéré à la Section 5, ci-dessus de cette directive. Si la valeur après la déduction est encore supérieure à la spécification, on pourra conclure, *sans aucun doute possible*, que l'échantillon n'est pas conforme à la spécification.

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

11. Références utiles

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

Méthodes d'estimation de l'incertitude de mesure

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

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

Analytical Methods Committee of the Royal Society of Chemistry “Uncertainty of Measurement - Implications of its use in Analytical Science”, Analyst, 1995, **120 (9)**, 2303-2308.

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

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

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

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

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

“Precision of Test Methods”, Geneva, 1994, ISO 5725, Previous editions were issued in 1981 and 1986. (pas adopté par le Codex).

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

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

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

⁴ Définition suggérée par le Royaume-Uni dans ses observations sur le document relatif aux situations litigieuses.

Accréditation, etc.

ISO/IEC 17025:2005, General Requirements for the Competence of Testing and Calibration Laboratories, ISO, Geneva (2005).

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

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

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

Örnemark, U., Boley, N., Saeed, K., van Berkel, P.M., Schmidt, R., Noble, M., Mäkinen, I., Keinänen, M., Uldall, A., Steensland, H., Van der Veen, A., Tholen, D. W., Golze, M., Christensen, J.M., De Bièvre, P., De Leer, W. B (ed). 2001 Proficiency testing in analytical chemistry, microbiology, and laboratory medicine – working group discussions on current status, problems, and future directions. *Accreditation & Quality Assurance*, **6**: 140-146.

Conformité

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

Terminologie

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

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