

BIOMERIEUX

Chemin de l'Orme

69280 MARCY L'ETOILE

NF VALIDATION

Validation des méthodes alternatives d'analyse

Application à la microbiologie alimentaire

Rapport de synthèse

**Validation EN ISO 16140 de la
méthode chromID™ Ottaviani Agosti (OAA) pour
le dénombrement de *Listeria monocytogenes***

Ce document comprend 43 pages dont 6 annexes.

La reproduction de ce rapport n'est autorisée que sous sa forme intégrale.

L'accréditation du COFRAC atteste de la compétence du laboratoire pour les seuls essais couverts par l'accréditation qui sont identifiés par le symbole♦.

Version 0







9 février 2012

ADRIA DEVELOPPEMENT

Creac'h Gwen - F. 29196 QUIMPER Cedex - Tél. (33) 02.98.10.18.18 - Fax (33) 02.98.10.18.08

E-mail : adria.developpement@adria.tm.fr - Site web : <http://www.adria.tm.fr>

ASSOCIATION LOI DE 1901 - N° SIRET 306 964 271 00036 - N° EXISTENCE 532900006329 - N°TVA FR4530696427100036

1	Rappel sur la méthode alternative	4
1.1	Date de la première validation	4
1.2	Protocole et principe de la méthode alternative	4
1.3	Domaine d'application demandé	5
1.4	Méthode de référence à laquelle la méthode alternative a été comparée	5
2	Principaux résultats obtenus lors de l'étude de validation (2008)	5
2.1	Etude comparative des méthodes	5
2.1.1	Linéarité	5
2.1.2	Exactitude relative	10
2.1.3	Limite de détection (LOD) et limite de quantification (LOQ)	15
2.1.4	Sensibilité relative	16
2.1.5	Spécificité/Sélectivité	16
2.1.6	Praticabilité	17
2.2	Etude Interlaboratoires	19
2.2.1	Organisation de l'étude	19
2.2.2	Contrôle des paramètres expérimentaux	20
2.2.3	Résultats des analyses	21
2.3	Calculs et interprétation statistique	22
2.4	Conclusion	27
3	Etat des modifications intervenues depuis la précédente validation	28
4	Autres validations obtenues depuis la validation initiale	28
	Annexe 1 - Méthode alternative	29
	Annexe 2 - Méthode de référence EN ISO 11290-2/A1 (février 2005): méthode de dénombrement de <i>Listeria monocytogenes</i>	30
	Annexe 3 - Exactitude relative : résultats bruts (Validation 2008)	31
	Annexe 4 - Exactitude relative : tableau récapitulatif	37
	Annexe 5 – Graphiques de Mandel	39
	Annexe 6 – Calculs statistiques	41

Avant Propos

L'ensemble des renseignements permettant de valider la garantie des analyses sera tenu à la disposition de la Société bioMérieux.

Les résultats seront synthétisés au sein de tableaux et interprétés selon la norme EN ISO 16140.

-
- ✓ **Fabricant :** Société BIOMERIEUX
Chemin de l'Orme
69280 MARCY L'ETOILE

 - ✓ **Laboratoire expert :** ADRIA Développement
ZA Creac'h Gwen
29196 QUIMPER Cedex

 - ✓ **Méthode à valider :** Méthode Ottaviani Agosti Agar (OAA) pour le dénombrement de *Listeria monocytogenes*

 - ✓ **Référentiel de validation :** Norme EN ISO 16140 (octobre 2003) : microbiologie des aliments - Protocole pour la validation des méthodes alternatives

 - ✓ **Méthode de référence[♦] :** Norme EN ISO 11290-2/A1 (2004): Méthode horizontale pour la recherche et le dénombrement de *Listeria monocytogenes* - Partie 2 : méthode de dénombrement

 - ✓ **Etendue de la validation :** Tous produits d'alimentation humaine

 - ✓ **Organisme de validation :** AFNOR

[♦] Essai effectué sous le couvert de l'accréditation

1 RAPPEL SUR LA METHODE ALTERNATIVE

1.1 Date de la première validation

La méthode chromID™ Ottaviani Agosti (OAA) a été validée pour tous les produits d'alimentation humaine le 27 mars 2008 (n° attestation BIO 12/24 – 03/08). La validité expire le 27 mars 2012.

1.2 Protocole et principe de la méthode alternative

La gélose chromID™ Ottaviani Agosti (OAA) est un milieu chromogène permettant un isolement différentiel de *Listeria monocytogenes* qui est constitué d'une base nutritive associant différentes peptones et de deux substrats dont un chromogène. La méthode est la suivante :

- préparation d'une suspension-mère (1/10) en eau peptonée tamponnée,
- dénombrement par étalement (0,1 ml en surface/boîte et une seule boîte par dilution ou 1 ml sur trois boîtes),
- incubation 24 h à 37°C, (dans le cas d'une croissance faible ou si aucune colonie n'est observée après 24 h, incuber les boîtes pendant 24 ± 3 h supplémentaires)
- dénombrement des colonies caractéristiques (bleues entourées d'un halo d'opacification),
- confirmation sur une colonie isolée par les tests classiques (décrits dans la méthode de référence) ou par l'un des cas 2 de confirmation suivants¹ :
 - * par la micro-galerie RAPIDEC Lmono, ou
 - * par la mise en œuvre d'une galerie API *Listeria* depuis une colonie isolée prélevée directement sur la gélose sélective, ou
 - * avec le test Accuprobe *Listeria monocytogenes* (depuis une colonie isolée ou non), ou
 - * avec le test VIDAS LMO2 (depuis une colonie isolée ou non).

Les protocoles de confirmation à réaliser au cours de l'étude ont été soumis à l'avis du Bureau Technique de l'AFNOR. La micro-galerie RAPIDEC Lmono a été retenue.

Le protocole est donné en **Annexe 1**.

¹ Certaines des options de confirmation ont été testées dans le cadre de la validation de la méthode OAA pour la **détection** de *L. monocytogenes*.

1.3 Domaine d'application demandé

Tous produits d'alimentation humaine

1.4 Méthode de référence[♦] à laquelle la méthode alternative a été comparée

La méthode de référence utilisée est la norme EN ISO 11290-2/A1 (février 2005): Méthode horizontale pour la recherche et le dénombrement de *Listeria monocytogenes* - Partie 2 : méthode de dénombrement.

Le protocole est schématisé en **Annexe 2**.

2 PRINCIPAUX RESULTATS OBTENUS LORS DE L'ETUDE DE VALIDATION (2008)

2.1 Etude comparative des méthodes

2.1.1 Linéarité

La linéarité est définie comme l'aptitude de la méthode, pour une matrice donnée, à fournir des résultats proportionnels à la quantité d'analyte présente dans l'échantillon, c'est-à-dire qu'à une augmentation de l'analyte correspond une augmentation linéaire ou proportionnelle des résultats.

2.1.1.1 Matrices utilisées et protocoles de contamination

Cinq catégories de produits ont été analysées (une matrice par catégorie), cinq niveaux de contamination ont été testés et deux répétitions ont été réalisées par échantillon. Au total, 50 analyses ont été effectuées à la fois par la méthode de référence et la méthode alternative. Les couples matrice / souche et les taux testés sont donnés dans le tableau suivant :

[♦] Essai effectué sous le couvert de l'accréditation

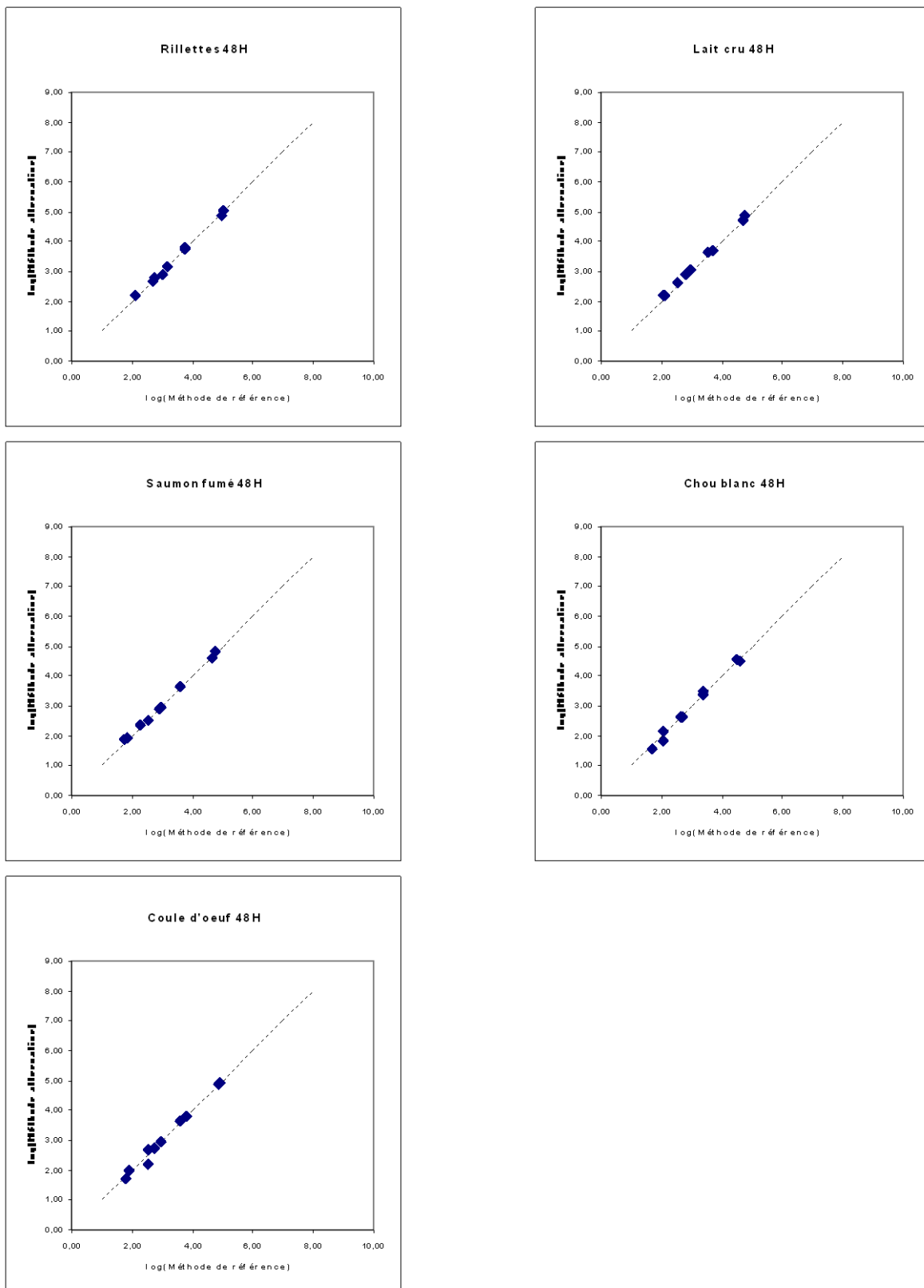
Matrice testée	Souche	Taux d'inoculation (UFC/g)
Rillettes	<i>Listeria monocytogenes</i> Ad 669 isolée de rillettes	100 500 1 000 5 000 5.10 ⁴
Lait cru	<i>Listeria monocytogenes</i> 4b 153 isolée de fromage	
Saumon fumé	<i>Listeria monocytogenes</i> 850/109 isolée d'assiette nordique	
Salade 4e gamme	<i>Listeria monocytogenes</i> 1/2 1011/1410 isolée de brocolis surgelés	
Coule d'œuf crue	<i>Listeria monocytogenes</i> Ad 551 isolée d'environnement de biscuiterie	

2.1.1.2 Résultats bruts

Les échantillons ont été testés en double par chacune des deux méthodes.

Les graphiques bidimensionnels pour chaque matrice sont présentés figure 1.

Figure 1 - Linéarité : graphique bidimensionnel



2.1.1.3 Interprétation statistique

Les résultats des interprétations statistiques sont donnés dans les tableaux pour une incubation 48 h :

Matrice	R	Régression utilisée	Rob.F	Valeur critique	P%	Coefficient de corrélation	Droite de régression
Rillettes	5,00	OLS1	2,041	5,41	23	0,997	$\log \text{Alt.} = 0,9746 \log \text{Réf.} + 0,0956$
Lait cru	0,50	GMFR	0,000	5,41	100	0,999	$\log \text{Alt.} = 0,9838 \log \text{Réf.} + 0,1116$
Saumon fumé	0,63	GMFR	0,000	5,41	100	0,999	$\log \text{Alt.} = 0,9801 \log \text{Réf.} + 0,0836$
Chou blanc	5,50	OLS1	1,847	5,41	26	0,997	$\log \text{Alt.} = 1,0122 \log \text{Réf.} - 0,031$
Coule d'oeuf	2,00	GMFR	0,000	5,41	100	0,999	$\log \text{Alt.} = 1,0157 \log \text{Réf.} - 0,0729$

Interprétation statistique :

$P > 5 \%$:	pas significatif	$1 \% < P < 5 \%$:	significatif
$0,1 \% < P < 1 \%$:	très significatif	$P < 0,1 \%$:	hyper significatif

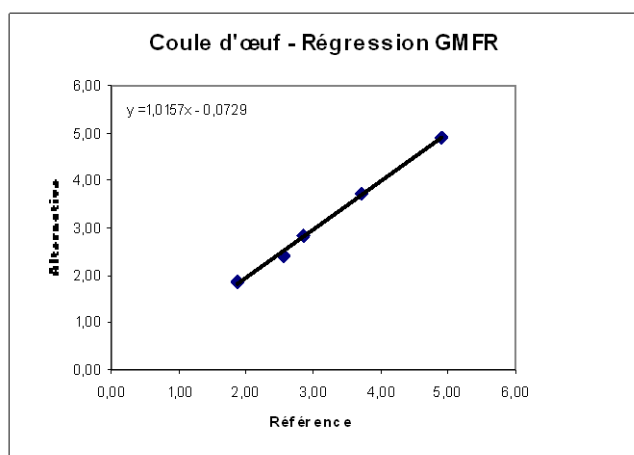
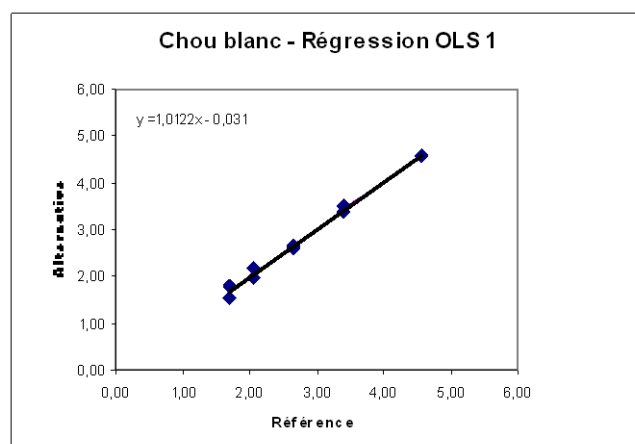
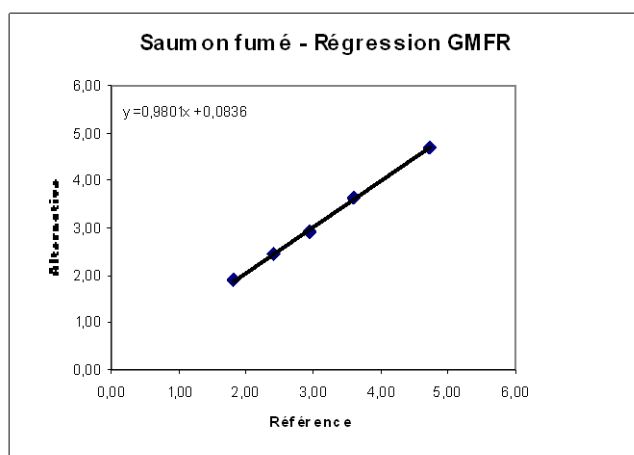
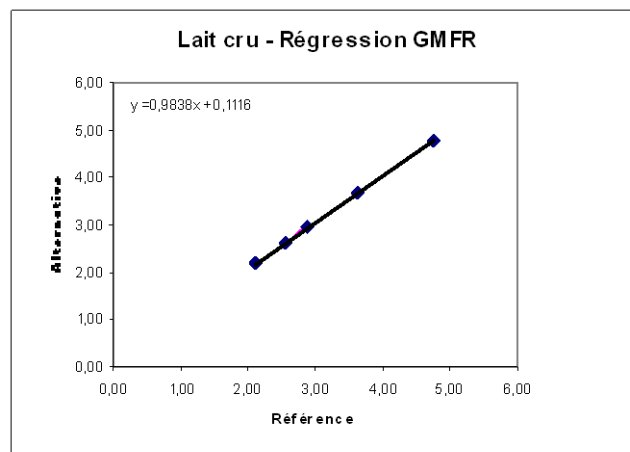
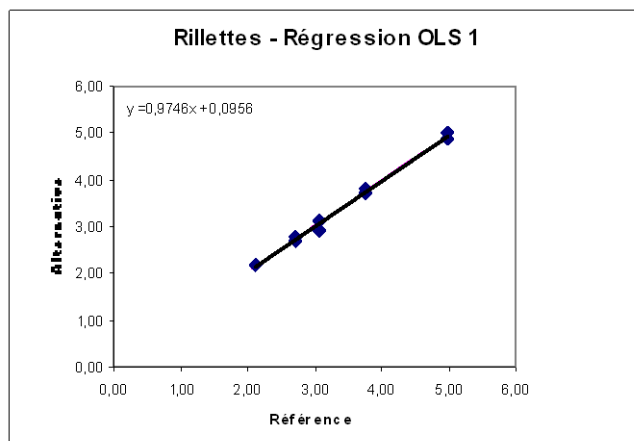
Les droites de régression sont données figure 2.

2.1.1.4 Conclusion

Les coefficients de corrélation sont tous supérieurs à 0,99, valeurs très satisfaisantes. La valeur de P apparaît dans tous les cas supérieure à 5 %.

La méthode de dénombrement OAA est linéaire.

Figure 2 - Linéarité : Droites de régression



2.1.2 Exactitude relative

L'exactitude est l'étroitesse de l'accord entre le résultat d'essai et la valeur de référence acceptée.

2.1.2.1 Nombre et nature des échantillons

Un total de 94 échantillons a été analysé pour obtenir 77 résultats exploitables par la méthode alternative, en fonction des interprétations réalisées. Ces analyses ont été analysées après avoir réalisé un ciblage sur de nombreux échantillons susceptibles d'être contaminés.

Tableau 1 - Nombre et nature des échantillons

Catégorie	Types	Nombre d'échantillons analysés	Nombre de résultats exploités
Produits carnés	Viandes crues, charcuterie traiteur	17	15
Produits laitiers	Laits crus, fromages au lait cru, poudre de lait	19	15
Produits de la mer	Poissons fumés, plats traiteurs, poissons crus	23	17
Produits végétaux	Surgelés, salades 4e gamme	21	16
Ovoproduits	Coules, flans, mayonnaises, plats traiteurs	14	14
TOTAL		94	77

2.1.2.2 Contamination artificielle des échantillons

Des contaminations artificielles ont été réalisées par des inoculations ou des contaminations croisées.

8 échantillons naturellement contaminés ont été obtenus sur un total de 77 résultats exploitables. Il est à noter que, pour 2 échantillons de produits de la mer naturellement contaminés, des colonies de *Listeria monocytogenes* ont été dénombrées ; ce nombre étant inférieur à 4, le résultat n'a pu être exploité.

2.1.2.3 Protocole de confirmation

Les colonies suspectes ont été confirmées par les tests classiques décrits dans la méthode de référence et par la micro-galerie RAPIDEC Lmono. Toutes les colonies ont été identifiées à *Listeria monocytogenes* par les deux protocoles, excepté pour une souche de *Listeria monocytogenes* non hémolytique qui a donné un test négatif sur micro-galerie RAPIDEC Lmono.

2.1.2.4 Résultats bruts

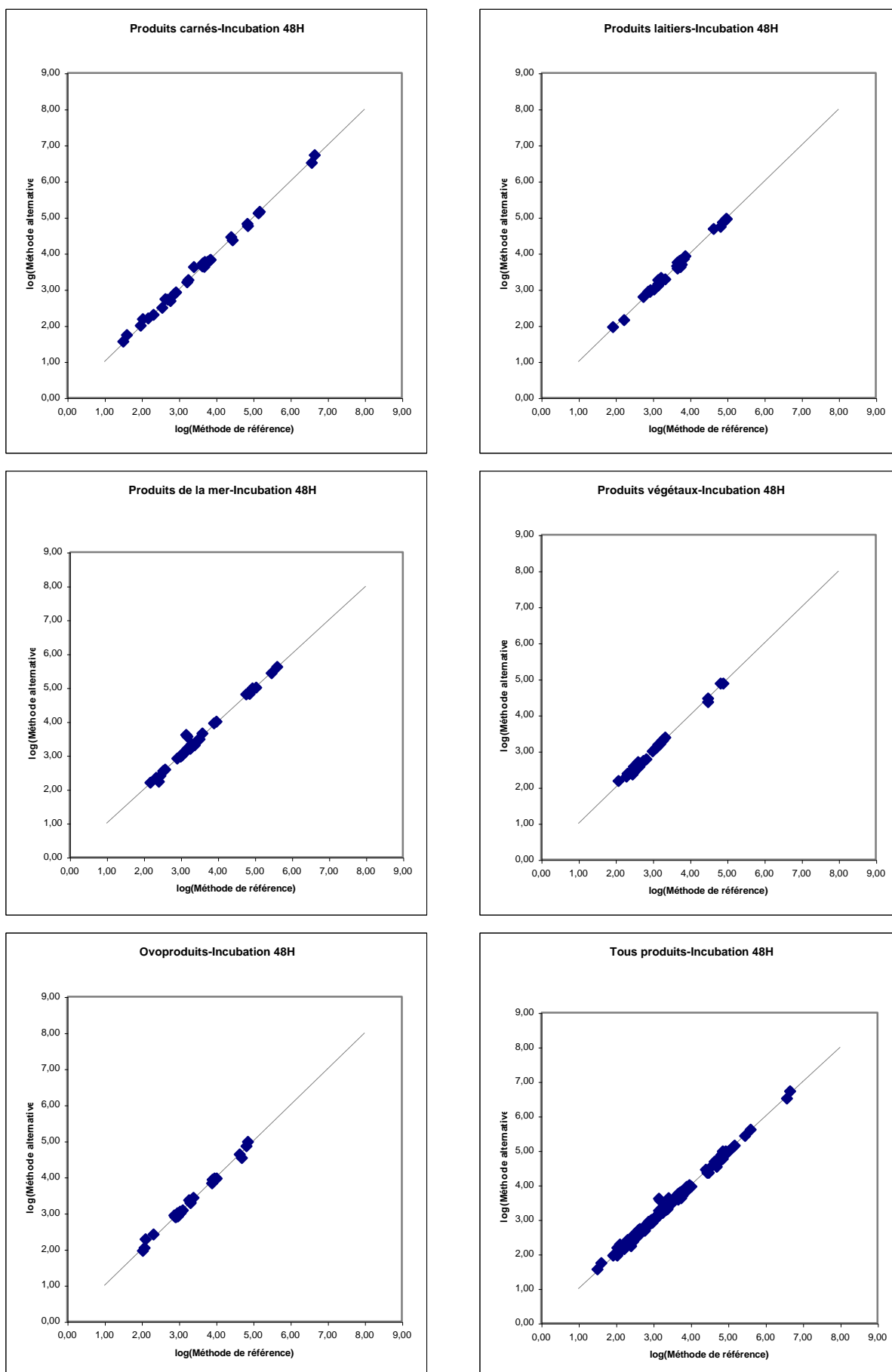
Les résultats bruts sont donnés en **Annexe 3** et le tableau récapitulatif en **Annexe 4**.

Tableau 2

Catégorie d'aliments	Domaine de contamination (log)
Produits carnés	1,51 à 6,72
Produits laitiers	1,93 à 4,99
Produits de la mer	2,20 à 5,61
Produits végétaux	2,41 à 4,90
Ovoproduits	1,96 à 4,86

Les graphiques bidimensionnels pour chaque catégorie sont données figure 3.

Figure 3 - Exactitude relative : Graphique bidimensionnel



2.1.2.5 Interprétation

Tableau 3

Catégorie	n	R	Régression utilisée	a	t(a)	b	t(b)	T critique	P%	
									Ordonnée à 0	Pente à 1
Produits carnés	15	2,25	OLS1	0,0725	1,222	0,981	1,204	2,160	24	25
Produits laitiers	15	1,67	GMFR	0,0579	0,993	0,9834	1,046	2,160	34	31
Produits de la mer	17	1,25	GMFR	0,0079	0,072	1,0054	0,179	2,131	94	86
Produits végétaux	16	1,36	GMFR	0,0314	0,681	0,9893	0,708	2,145	51	49
Ovoproduits	14	1,25	GMFR	0,0204	0,296	0,9929	0,347	2,179	77	73
Tous produits	77	1,29	GMFR	0,0436	1,741	0,9878	1,707	1,992	9	9

Interprétation statistique :

P > 5 % : pas significatif

1 % < P < 5 % : significatif

0,1 % < P < 1 % : très significatif

P < 0,1 % : hyper significatif

Tableau 4

Catégorie	Biais D	Répétabilité méthode alternative	Répétabilité méthode de référence
Produits carnés	- 0,005	0,264	0,117
Produits laitiers	0,010	0,294	0,176
Produits de la mer	- 0,010	0,294	0,235
Produits végétaux	0,000	0,279	0,205
Ovoproduits	- 0,015	0,220	0,176
Toutes catégories confondues	- 0,005	0,264	0,205

Les droites de régression pour chacune des matrices et pour l'ensemble des matrices sont données figure 4.

2.1.2.6 Conclusion

Lors d'une incubation 48 h de la gélose OAA, les hypothèses de la pente égale à 1 et de l'ordonnée à l'origine égale à 0 sont validées dans tous les cas, avec des valeurs de P supérieures à 5 %.

Le biais entre la méthode de référence et la méthode alternative est négligeable pour toutes les catégories testées. Il est de - 0,005 log UFC/g pour toutes catégories confondues.

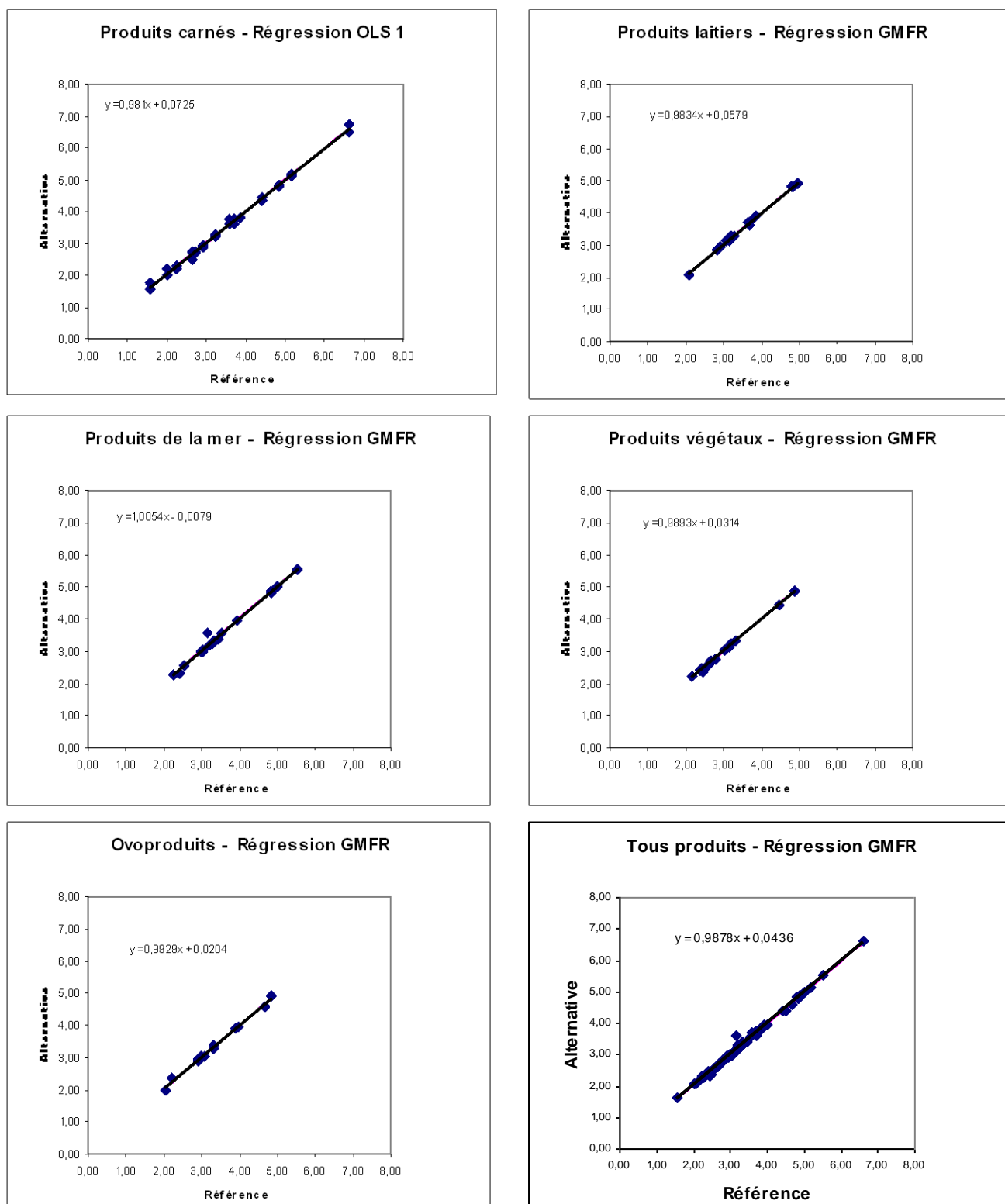
Les limites de répétabilité de la méthode de référence et de la méthode alternative sont d'ordre similaire, les valeurs étant respectivement de 0,205 et de 0,264 log UFC/g.

Toutes catégories confondues, la droite de régression est :

$$\log \text{Alt} = 0,9878 \log \text{Réf.} + 0,0436$$

La méthode alternative montre une exactitude relative satisfaisante.

Figure 4 - Exactitude relative : Droites de régression



2.1.3 Limite de détection (LOD) et limite de quantification (LOQ)

Le niveau critique (LC) est défini comme la plus petite quantité qui peut être détectée (non nulle), mais non quantifiée comme une valeur exacte. En dessous de cette valeur, il ne peut être assuré que la valeur vraie est nulle.

La limite de détection (LOD) est définie comme le niveau supérieur au niveau critique.

La limite de quantification (LOQ) est définie comme la plus petite quantité d'analyte (c'est-à-dire le plus petit nombre réel d'organismes) qui peut être mesurée et quantifiée avec une exactitude et une fidélité définies dans les conditions expérimentales de la méthode en cours de validation.

2.1.3.1 Protocole

La souche *Listeria monocytogenes* Ad 533 a été cultivée en bouillon BHI. Des suspensions de différentes concentrations ont été préparées et inoculées par étalement (1 ml sur 3 boîtes et 0,1 ml sur 1 boîte). Six réplicats par condition ont été dénombrés. Chaque suspension a été dénombrée en parallèle en PCA inclusion (10 boîtes par taux).

2.1.3.2 Résultats

Les données sont intrinsèques à la méthode alternative. Les résultats sont donnés dans les tableaux suivants :

Tableau 5

1 ml sur 3 boîtes

Niveau	Nombre d'échantillons "positifs"	Ecart-type S_0	Biais X_0 (médiane des X_{0i})
0	0/6	/	/
0,5	1/6	0,408	0
1	4/6	1,506	1
5	6/6	1,862	2

	Formules	Valeurs obtenues
LC	$1,65 S_0 + x_0$	0,7
LOD	$3,3 S_0 + x_0$	1,3
LOQ	$110 S_0 + x_0$	4,1

Tableau 6

0,1 ml sur 1 boîte

Niveau	Nombre d'échantillons "positifs"	Ecart-type S_0	Biais X_0 (médiane des X_{0i})
0	0/6	/	/
0,5	3/6	0,837	0
1	6/6	0,753	1
5	6/6	2,639	4

	Formules	Valeurs obtenues
LC	$1,65 S_0 + x_0$	1,4
LOD	$3,3 S_0 + x_0$	2,8
LOQ	$110 S_0 + x_0$	8,4

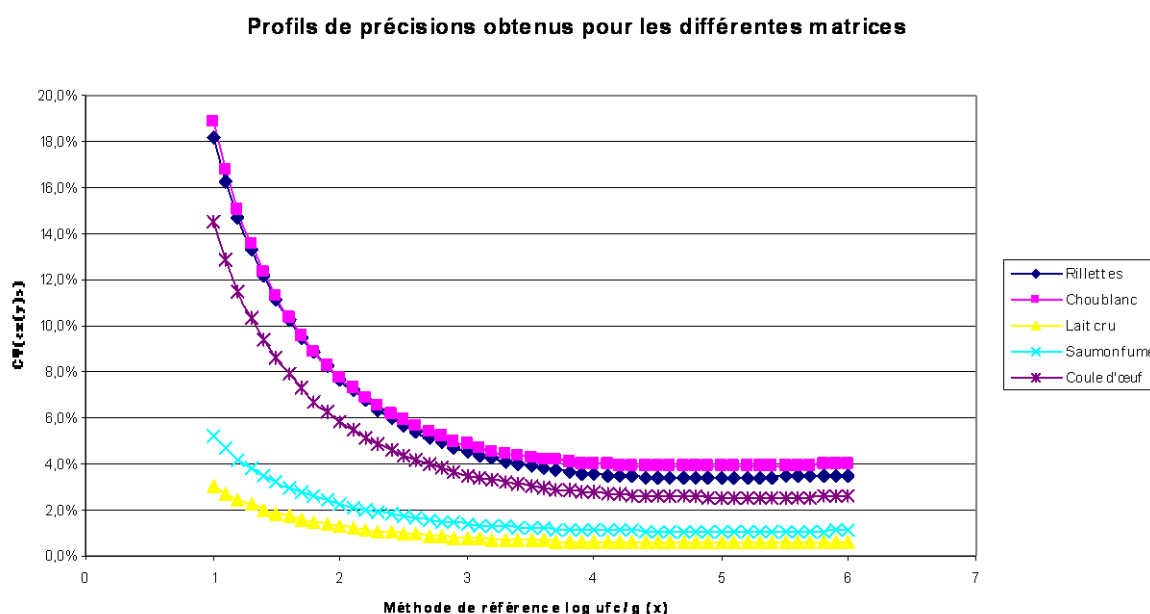
2.1.4 Sensibilité relative

La sensibilité relative est définie comme la capacité de la méthode alternative à détecter deux quantités différentes d'analyte qui ont été mesurées avec la méthode de référence en utilisant une matrice donnée sur toute l'étendue de mesure. C'est la variation de quantité minimale (accroissement de la concentration d'analyte x) qui donne une variation significative du signal mesuré (réponse y).

Les données sont intrinsèques à la méthode. Elles sont obtenues à partir des résultats obtenus dans l'étude de linéarité.

Les profils de précision obtenus pour les différentes matrices sont présentés figure 5.

Figure 5 - Profils de précision obtenus pour les différentes matrices



2.1.5 Spécificité/Sélectivité

Cette partie a déjà été traitée lors de la validation de la méthode OAA pour la recherche de *Listeria monocytogenes* par l'Institut Pasteur de Lille. Les 50 souches cibles testées avaient donné un aspect caractéristique sur gélose OAA (colonies bleues avec halo). Toutes les souches *Listeria* n'appartenant pas à l'espèce *monocytogenes* s'étaient développées sur la gélose OAA en donnant des colonies bleues sans halo, à l'exception de trois souches *Listeria ivanovii* qui donnaient des colonies caractéristiques avec halo.

2.1.6 **Praticabilité**

La praticabilité a été évaluée d'après les treize critères définis dans les exigences relatives aux études de validation :

1. Mode de conditionnement des éléments de la méthode et 2. Volume des réactifs :

Les boîtes de gélose OAA sont conditionnées en coffrets de 20 boîtes de 90 mm (page 1 de la notice)

3. Condition de stockage :

Les boîtes sont stockées entre + 2 et + 8°C, à l'abri de la lumière (page 1 de la notice).

4. Modalités d'utilisation après première utilisation :

La conservation des boîtes hors du coffret en sachet cellophane est de deux semaines à 2 - 8°C (page 1 de la notice).

5. Equipements ou locaux spécifiques nécessaires :

La méthode ne nécessite pas de locaux spécifiques ; elle peut être mise en œuvre dans des locaux et équipements habituellement utilisés dans un laboratoire de microbiologie manipulant des germes pathogènes.

6. Réactifs prêts à l'emploi ou à reconstituer :

Sans objet

7. Durée de formation de l'opérateur non initié à la méthode :

Pour un technicien formé aux techniques de microbiologie, moins d'une demi-journée est nécessaire pour se former à la méthode.

8. Temps réel de manipulation et flexibilité de la technique

		NF EN ISO 11290-2/A1		Dénombrement OAA	
Nombre d'échantillon		5	10	5	10
Prélèvement		19	29	19	29
Ajout du diluant et broyage		19	29	19	29
Dilution et inoculation		25	40	12	25
Etalement ou inclusion		17	30	8	15
Lecture		50	75	25	45
Isolement sur TSYEA		40	63	4	6
Confirmations	RAPIDEC Lmono			5	9
	Lecture RAPIDEC Lmono			1	2
	CAMP Test	45	80	6	10
	Lecture CAMP Test	20	30	1	2
	Gram	40	90	12	20
	Catalase	20	40	4	7
	TSBYE	120	220	8	15
	Inoculation des glucides	160	300	13	25
Lecture des glucides		10	15	2	3
Total pour des échantillons positifs ou présentant des colonies suspectes					
Confirmation par RAPIDEC Lmono				89	154
Confirmation par tests classiques		584	1040	133	231
Total/échantillon positif ou présentant des colonies suspectes					
Confirmation par RAPIDEC Lmono				15	16
Confirmation par tests classiques		117	104	27	23

Conclusion :

La méthode Dénombrement OAA requiert l'utilisation d'une seule boîte de dénombrement contrairement à la méthode de référence. La méthode alternative, avec confirmation par micro-galerie RAPIDEC Lmono, est particulièrement aisée à mettre en œuvre et offre un gain de temps important par rapport à la confirmation par tests classiques.

9. Délai d'obtention des résultats

- Echantillons négatifs :

- * méthode de référence J2
- * méthode alternative : J2

- Echantillons positifs (présomptifs ou confirmés) :
 - * méthode de référence : J4 à J7
 - * méthode alternative :
 - ⇒ confirmation par méthode RAPIDEC Lmono : J2 à J3
 - ⇒ confirmation par tests classiques : J4 à J7
 - ⇒ confirmation par API *Listeria* : J3 à J4
 - ⇒ confirmation par Accuprobe LMO ou VIDAS LMO2 : J2

10. *Type de qualification de l'opérateur :*

Elle est identique à celle nécessaire à la mise en œuvre de la méthode de référence EN ISO 11290-1.

11. *Étapes communes avec la méthode de référence :*

Préparation de la suspension-mère

12. *Traçabilité des résultats d'analyses :*

Sans objet

13. *Maintenance par le laboratoire :*

Sans objet

2.2 Etude Interlaboratoires

2.2.1 Organisation de l'étude

Douze laboratoires ont participé à l'étude qui a porté sur du lait pasteurisé demi-écrémé, inoculé par *Listeria monocytogenes* 153 isolée de Munster.

Les taux d'inoculation visés étaient les suivants :

- 0 UFC/ml,
- 100 UFC/ml,
- 1 000 UFC/ml,
- 10 000 UFC/ml.

Les échantillons ont été répartis à raison de 10 ml par flacon. Deux échantillons par taux et par laboratoire seront préparés, soit huit échantillons par laboratoire.

Les réactifs nécessaires à la mise en œuvre de la méthode alternative et de la méthode de référence ont été fournis par la Société bioMérieux.

Les instructions détaillées ont été transmises aux laboratoires collaborateurs par le laboratoire expert. Les laboratoires collaborateurs et le laboratoire expert ont analysé les échantillons par la méthode de référence et la méthode alternative.

2.2.2 Contrôle des paramètres expérimentaux

2.2.2.1 Stabilité de la souche au cours du transport

Afin de vérifier la stabilité de la souche *Listeria monocytogenes*, un dénombrement a été effectué le jour de l'inoculation, ainsi qu'après simulation de transport sur trois échantillons inoculés au taux intermédiaire ; les résultats sont reportés dans le tableau 7.

Tableau 7 - Dénombrement de la souche *Listeria monocytogenes* par la méthode de référence ISO 11290-2 (en UFC/ml)

	Flacon 1	Flacon 2	Flacon 3
J0	860	990	940
J1	950	1 000	920

Aucune évolution de la souche n'est observée au bout de 24 h.

2.2.2.2 Résultats obtenus pour les deux méthodes

Les résultats obtenus par le laboratoire expert, par la méthode de référence et par la méthode alternative, sont présentés dans le tableau 8.

Tableau 8 - Résultats du laboratoire expert (en log UFC/g)

Taux visé (log UFC/g)	Méthode de référence		Méthode alternative	
	Duplicat 1	Duplicat 2	Duplicat 1	Duplicat 2
< 1	< 1,00	< 1,00	< 1,00	< 1,00
2,00	1,89	2,08	1,96	2,00
3,00	2,90	3,08	2,90	3,08
4,00	4,00	4,08	4,00	4,11

Les taux de contamination visés ont été atteints.

2.2.2.3 Température des échantillons à réception

Les températures mesurées à réception sont données dans le tableau 9.

Tableau 9 - Température des échantillons à réception

Laboratoires	Température mesurée par le thermobouton (°C)	Température mesurée à réception (°C)	Délai de réception des échantillons
A	0,5	3,9	J1
B	2,0	4,6	J1
C	1,0	4,3	J1
D	0,5	3,7	J1
E	1,0	4,0	J1
F	1,0	4,0	J1
G	3,5	1,9	J1
H	0,5	3,9	J1
I	- 5,5	6,5	J1
J	2,0	5,1	J1
K	2,5	4,0	J1
L	2,0	4,6	J1
ADRIA	3,0	2,3	J1

2.2.2.4 Température des échantillons pendant le transport

La lecture de l'enregistrement du thermobouton du laboratoire I indique une température de transport de - 5,5°C. Le laboratoire a reçu ses échantillons non congelés et à une température de 6,5°C ; il semblerait qu'il y ait eu un problème de mesure par la sonde.

2.2.3 Résultats des analyses

Les résultats des douze laboratoires ayant participé à l'étude ont été retenus.

Le dénombrement de la flore aérobie mésophile de la matrice a été effectué selon la méthode ISO 4833 (échantillons non inoculés de l'étude).

2.3 Calculs et interprétation statistique

Les calculs ont été réalisés selon l'amendement 1 de la norme EN ISO 16140 (15 août 2011).

✓ DEFINITIONS

- ↳ *Exactitude* : « Etroitesse de l'accord entre un résultat d'essai et la valeur de référence acceptée ».
- ↳ *Fidélité* : « Etroitesse de l'accord entre les résultats d'essais indépendants obtenus dans des conditions de répétabilité et de reproductibilité stipulées ».
- ↳ *Répétabilité* : « Etroitesse d'accord entre des résultats successifs et indépendants obtenus avec la même méthode en utilisant un matériau d'essai identique, dans des conditions identiques (appareillage, opérateur, laboratoires et intervalles de temps courts, c'est-à-dire des conditions de répétabilité) ».
- ↳ *Limitée de répétabilité (r)* : « Valeur inférieure ou égale à laquelle la différence absolue entre deux résultats d'essai obtenus dans des conditions de répétabilité est attendue avec une probabilité de 95 % ».
- ↳ *Reproductibilité* : « Etroitesse d'accord entre des résultats d'essai individuels effectués sur un matériau d'essai identique en utilisant la même méthode et obtenus par des opérateurs de différents laboratoires utilisant un équipement différent (c'est-à-dire dans des conditions de reproductibilité) ».
- ↳ *Limite de reproductibilité (R)* : « Valeur inférieure ou égale à laquelle la différence absolue entre deux résultats d'essai obtenus dans des conditions de reproductibilité est attendue avec une probabilité de 95 % ».

Une synthèse des résultats est présentée tableaux 10 et 11.

Tableau 10 - Synthèse des résultats obtenus par la méthode alternative et la méthode de référence (en UFC/ml)

Laboratoire	Niveau 0				Niveau 1				Niveau 2				Niveau 3			
	Méthode de référence		Méthode alternative		Méthode de référence		Méthode alternative		Méthode de référence		Méthode alternative		Méthode de référence		Méthode alternative	
A	<10	<10	<10	<10	120	130	120	110	1200	1200	1200	1400	14000	9500	20000	13000
B	<10	<10	<10	<10	110	130	140	150	1100	1100	1200	1000	11000	8600	11000	8900
C	<10	<10	<10	<10	86	73	100	91	950	960	860	930	10000	11000	9500	15000
D	<10	<10	<10	<10	110	86	130	91	980	1100	990	1200	11000	10000	11000	12000
E	<10	<10	<10	<10	59	64	120	45	1100	1000	1200	1200	12000	12000	9300	12000
F	<10	<10	<10	<10	64	86	73	100	960	980	970	810	7600	6700	8100	6800
G	<10	<10	<10	<10	110	110	100	100	910	880	890	910	12000	10000	13000	9900
H	<10	<10	<10	<10	130	110	140	100	710	870	680	810	9800	9200	9700	8800
I	<10	<10	<10	<10	86	95	100	91	1000	970	1100	840	13000	16000	14000	19000
J	<10	<10	<10	<10	73	110	55	110	1200	1500	1300	1900	11000	11000	9400	10000
K	<10	<10	<10	<10	73	95	82	64	940	1200	850	1100	12000	12000	10000	11000
L	<10	<10	<10	<10	91	73	100	55	750	700	760	1100	11000	12000	10000	11000

Tableau 11 - Synthèse des résultats obtenus par la méthode alternative et la méthode de référence (en log UFC/ml)

Laboratoire	Niveau 0				Niveau 1				Niveau 2				Niveau 3			
	Méthode de référence		Méthode alternative		Méthode de référence		Méthode alternative		Méthode de référence		Méthode alternative		Méthode de référence		Méthode alternative	
A	<1	<1	<1	<1	2,079	2,114	2,079	2,041	3,079	3,079	3,079	3,146	4,146	3,978	4,301	4,114
B	<1	<1	<1	<1	2,041	2,114	2,146	2,176	3,041	3,041	3,079	3,000	4,041	3,934	4,041	3,949
C	<1	<1	<1	<1	1,934	1,863	2,000	1,959	2,978	2,982	2,934	2,968	4,000	4,041	3,978	4,176
D	<1	<1	<1	<1	2,041	1,934	2,114	1,959	2,991	3,041	2,996	3,079	4,041	4,000	4,041	4,079
E	<1	<1	<1	<1	1,771	1,806	2,079	1,653	3,041	3,000	3,079	3,079	4,079	4,079	3,968	4,079
F	<1	<1	<1	<1	1,806	1,934	1,863	2,000	2,982	2,991	2,987	2,908	3,881	3,826	3,908	3,833
G	<1	<1	<1	<1	2,041	2,041	2,000	2,000	2,959	2,944	2,949	2,959	4,079	4,000	4,114	3,996
H	<1	<1	<1	<1	2,114	2,041	2,146	2,000	2,851	2,940	2,833	2,908	3,991	3,964	3,987	3,944
I	<1	<1	<1	<1	1,934	1,978	2,000	1,959	3,000	2,987	3,041	2,924	4,114	4,204	4,146	4,279
J	<1	<1	<1	<1	1,863	2,041	1,740	2,041	3,079	3,176	3,114	3,279	4,041	4,041	3,973	4,000
K	<1	<1	<1	<1	1,863	1,978	1,914	1,806	2,973	3,079	2,929	3,041	4,079	4,079	4,000	4,041
L	<1	<1	<1	<1	1,959	1,863	2,000	1,740	2,875	2,845	2,881	3,041	4,041	4,079	4,000	4,041

Comparaison des caractéristiques de justesse et de fidélité de la méthode de référence et de la méthode alternative

Les valeurs statistiques sont résumées ci-après :

Niveau	Méthode de référence			Méthode alternative		
	Médiane	Ecart-type de répétabilité	Ecart-type de reproductibilité	Médiane	Ecart-type de répétabilité	Ecart-type de reproductibilité
1	1,9542	0,0756	0,1074	1,9795	0,1426	0,1496
2	3,0048	0,0301	0,0719	2,9841	0,0777	0,1067
3	4,0405	0,0561	0,0751	4,0223	0,0938	0,0941

Contrôle de la cohérence des résultats de mesurage

Des graphiques de cohérence ont été appliqués pour identifier les résultats incohérents par rapport à l'ensemble des résultats : il s'agit des statistiques robustes h (cohérence interlaboratoire) et k (cohérence intralaboratoire) de Mandel.

Les graphiques obtenus pour la méthode de référence et la méthode alternative sont donnés **Annexe 5**.

Le nombre de valeurs situées au-dessus des seuils pour h et K est donné dans le tableau ci-après :

Valeurs de Mandel	Nombre de valeurs observées au-dessus du seuil	
	Méthode de référence	Méthode alternative
h > 1 %	1 (2,8)	0 (11,1)
h > 5 %	1 (2,8)	4 (11,1)
k > 1 %	0	0
k > 5 %	4 (11,1)	0

() : Pourcentage de valeurs au-dessus du seuil

Les calculs statistiques sont donnés en **Annexe 6**. **Tous les résultats ont été conservés pour l'analyse statistique.**

Comparaison des caractéristiques de justesse et de fidélité de la méthode de référence et de la méthode alternative

✓ *Biais de la méthode alternative*

Afin d'estimer le biais de la méthode alternative par rapport à la méthode de référence pour chaque niveau, D_{ij} et t sont calculés selon les équations suivantes :

$$D_{ij} = \bar{Y}_{ij, \text{Alt}} - \bar{Y}_{ij, \text{Ref}}$$

$$t = \frac{|\text{median } i(D_{ij})|}{\sqrt{\pi / (2 p) \varphi \text{ Diff}}}$$

Si la valeur de t est supérieure à 2, la méthode alternative est significativement biaisée par rapport à la méthode de référence.

Les valeurs obtenues sont données dans le tableau 12.

Tableau 12 – Valeurs de t obtenues par niveau

Niveau de contamination	D (biais)	t	Conclusion
Niveau 1	0,0094	0,49	Biais non significatif
Niveau 2	0,0003	0,02	Biais non significatif
Niveau 3	0,0113	0,51	Biais non significatif

Le biais est non significatif quel que soit le niveau de contamination.

✓ *Comparaison des écarts-types de répétabilité*

Si le rapport des écarts-types de répétabilité de la méthode alternative et de la méthode de référence est supérieur à 2, la fidélité dans les conditions de répétabilité de la méthode alternative est considérée inférieure à celle de la méthode de référence. Si ce rapport est inférieur à 0,5, la fidélité de la méthode alternative est considérée comme supérieure à celle de la méthode de référence.

Les valeurs de ces rapports sont données dans le tableau 13.

Tableau 13

Niveau	Méthode de référence		Méthode alternative		Ratio méthode alternative / méthode de référence
	Ecart-type de répétabilité	Limite de répétabilité	Ecart-type de répétabilité	Limite de répétabilité	
1	0,0756	0,2118	0,1426	0,3994	1,886
2	0,0301	0,0842	0,0777	0,2176	2,583
3	0,0561	0,1572	0,0938	0,2627	1,671

Les rapports des écarts-types de répétabilité sont inférieurs à 2 pour les niveaux 1 et 3 ; il est de 2,58 pour le niveau 2. Il est à noter que l'écart-type de répétabilité observé pour la méthode alternative à ce niveau est tout à fait correct (0,0777).

La fidélité dans les conditions de répétabilité de la méthode alternative est équivalente à celle de la méthode de référence.

✓ *Comparaison des écarts-types de reproductibilité*

Si le rapport des écarts-types de reproductibilité de la méthode alternative et de la méthode de référence est supérieur à 2, la fidélité dans les conditions de reproductibilité de la méthode alternative est considérée inférieure à celle de la méthode de référence. Si ce rapport est inférieur à 0,5, la fidélité de la méthode alternative est considérée comme supérieure à celle de la méthode de référence.

Les valeurs de ces rapports sont données dans le tableau 15.

Tableau 14

Niveau	Méthode de référence		Méthode alternative		Ratio méthode alternative / méthode de référence
	Ecart-type de reproductibilité	Limite de reproductibilité	Ecart-type de reproductibilité	Limite de reproductibilité	
1	0,1074	0,3006	0,1496	0,4189	1,393
2	0,0719	0,2013	0,1067	0,2987	1,484
3	0,0751	0,2103	0,0941	0,2636	1,253

Les rapports des écarts-types de reproductibilité sont tous inférieurs à 2.

La fidélité dans les conditions de reproductibilité de la méthode alternative est équivalente à celle de la méthode de référence.

2.4 Conclusion

Les conclusions de l'étude comparative des méthodes sont les suivantes :

- ☐ La méthode de dénombrement OAA est linéaire.
- ☐ La méthode alternative montre une exactitude relative satisfaisante.
- ☐ La méthode alternative, avec confirmation par micro-galerie RAPIDEC Lmono, Accuprobe LMO ou VIDAS LMO2 est particulièrement aisée à mettre en œuvre et offre un gain de temps important par rapport à la confirmation par tests classiques.

Les conclusions de l'étude interlaboratoire sont les suivantes :

- ☐ Le biais entre les deux méthodes est négligeable et non significatif ; il varie entre 0,0003 et 0,0113 Log UFC/g.
- ☐ Les limites de répétabilité et de reproductibilité de la méthode alternative sont comparables à celles de la méthode de référence.

3 ETAT DES MODIFICATIONS INTERVENUES DEPUIS LA PRECEDENTE VALIDATION

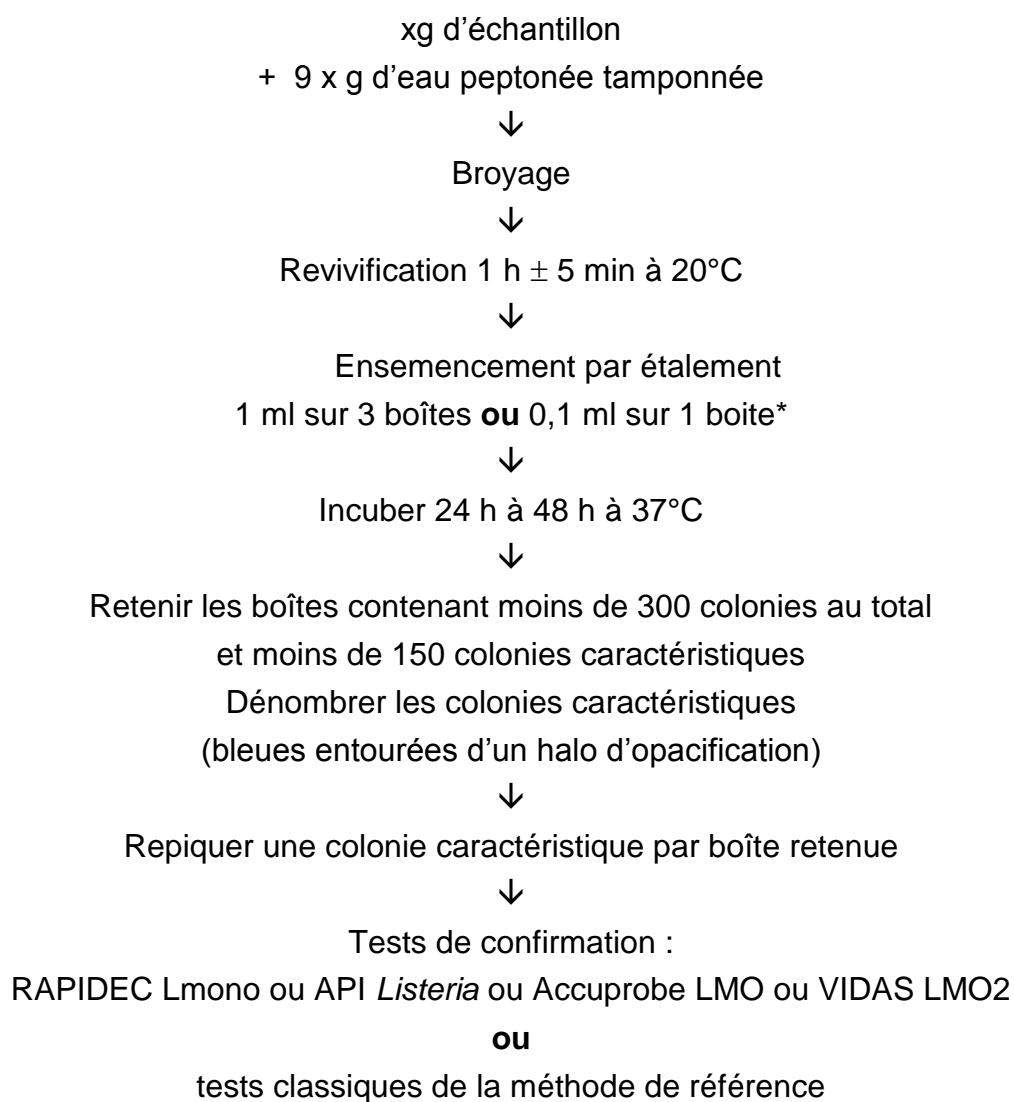
L'interprétation des résultats de l'étude interlaboratoire a été réalisée selon l'amendement A1 de la norme EN ISO 16140 (août 2011).

4 AUTRES VALIDATIONS OBTENUES DEPUIS LA VALIDATION INITIALE

- ✓ Validation AOAC RI, « Performance Tested Method », pour la détection et le dénombrement de *Listeria monocytogenes* et le dénombrement des *Listeria* dans les produits alimentaires et les échantillons de l'environnement. N° de certificat 041102.

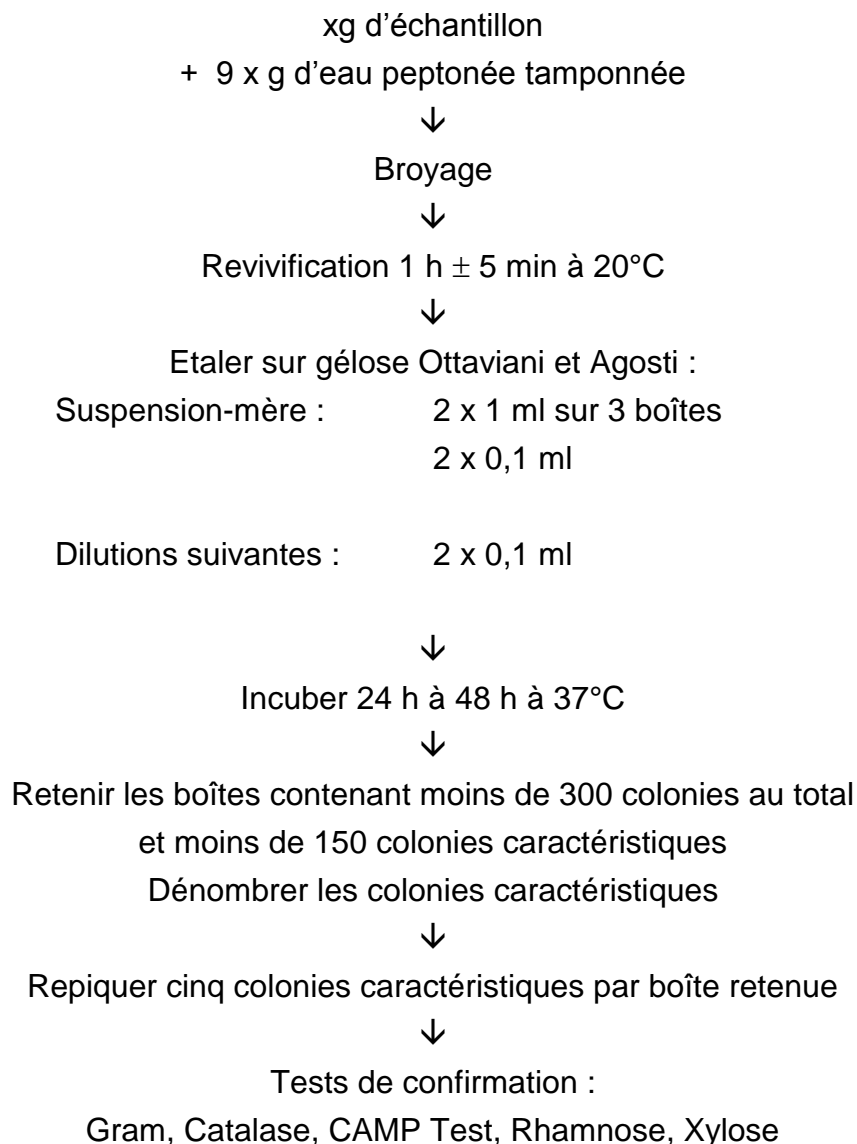
- ✓ Méthodes de référence :
 - Produits carnés et environnement : méthode USDA/FSIS
 - Produits laitiers : AOAC Official Methods 993.12
 - Autres produits : Méthode BAM Chapitre 10

Annexe 1 - Méthode alternative



*même mode d'ensemencement pour les dilutions successives si nécessaire

**Annexe 2 - Méthode de référence EN ISO 11290-2/A1 (février 2005):
méthode de dénombrement de *Listeria monocytogenes***



Annexe 3 - Exactitude relative : résultats bruts (Validation 2008)

Echantillons n° 2879 à 2978 : première lecture effectuée après incubation 21 h à 37°C

PRODUITS CARNES																														
N° éch.	Produit	Dilution	ISO 11290-2♦										OAA 24H								OAA 48H									
			Répétition 1		Répétition 2		Répétition 1 (confirmé)		Répétition 2 (confirmé)		Répétition 1	Répétition 2	Répétition 1	Répétition 2	Répétition 1 (confirmé)	Répétition 2 (confirmé)	Répétition 1	Répétition 2	Répétition 1	Répétition 2	Répétition 1 (confirmé)	Répétition 2 (confirmé)	Répétition 1	Répétition 2	Répétition 1	Répétition 2				
			ufc/ boîte a	ufc/ boîte b	ufc/ boîte a	ufc/ boîte b	ufc/ boîte a	ufc/ boîte b	ufc/ boîte a	ufc/ boîte b																	ufc/g	ufc/g	log ufc/g	log ufc/g
2879	Coquelet	10	71	76	81	89	71	76	81	89	780	860	2,89	2,93	64	76	64	76	690	780	2,84	2,89	71	81	71	81	760	830	2,88	2,92
		100	12	13	10	10	12	13	10	10					12	10	12	10	12	10	12	10	12	10	12	10	12	10	12	10
2880	Ailes de poulet	10	160	182	187	179	160	182	187	179	1700	1800	3,23	3,26	148	179	148	179	1500	1700	3,18	3,23	160	187	160	187	1600	1800	3,20	3,26
		100	20	12	12	16	20	12	12	16					18	12	18	12	18	12	18	12	18	12	18	12	18	12	18	12
2881	Cuisses de poulet	10	0	0	0	0	0	0	0	0	<10	<10	<1,00	<1,00	0	0	0	0	<10	<10	<1,00	<1,00	0	0	0	0	<10	<10	<1,00	<1,00
		100	0	0	0	0	0	0	0	0					0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
2882	Rillettes	10	15	7	7	9	15	7	7	9	110	95	2,04	1,98	14	7	14	7	140	100	2,15	2,00	15	7	15	7	150	100	2,18	2,00
		100	1	1	4	1	1	1	4	1					1	4	1	1	4	1	4	1	4	1	4	1	4	1	4	1
2883	Rillettes	100	50	37	40	45	50	37	40	45	4500	4400	3,65	3,64	44	37	44	37	4500	4100	3,65	3,61	50	40	50	40	5200	4400	3,72	3,64
		1000	7	4	8	3	7	4	8	3					6	8	6	8	6	8	6	8	6	8	6	8	6	8	6	8
2884	Rillettes	1000000	49	41	33	46	49	41	33	46	4600000	3800000	6,66	6,58	49	27	49	27	5200000	2500000	6,72	6,40	49	33	49	33	5200000	3200000	6,72	6,51
		1000000	8	3	2	1	8	3	2	1					8	1	8	1	8	1	8	1	8	1	8	1	8	1	8	1
3063	Filets de poulet	10	>150	>150	>150	>150	>150	>150	>150	>150	6900	7300	3,84	3,86	>150	>150	>150	>150	6500	6000	3,81	3,78	>150	>150	>150	>150	6500	6600	3,81	3,82
		100	65	73	66	80	65	73	66	80					65	60	65	60	65	60	65	60	65	60	65	60	65	60	65	60
3064	Filets de poulet	10	36	39	48	49	29	39	48	49	360	510	2,56	2,71	34	45	34	45	360	490	2,56	2,69	36	48	29	48	310	520	2,49	2,72
		100	5	7	9	6	5	7	9	6					5	9	5	9	5	9	5	9	5	9	5	9	5	9	5	9
3065	Bouchées à la reine	10	1	1	2	3	1	1	2	3	<40(10)	<40(25)	<1,60(1,00)	<1,60(1,40)	1	2	1	2	<40(10)	<40(20)	<1,60(1,00)	<1,60(1,30)	1	2	1	2	<40(10)	<40(20)	<1,60(1,00)	<1,60(1,30)
		100	0	0	0	0	0	0	0	0					0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
3141	Lardons fumés	10	4	3	6	8	4	3	6	8	32	41	1,51	1,61	2	3	2	3	<40(20)	<40(30)	<1,60(1,30)	<1,60(1,48)	4	6	4	6	36	55	1,56	1,74
		100	0	0	0	0	0	0	0	0					0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
3143	Andouillette	10	16	13	18	22	16	13	18	22	150	210	2,18	2,32	14	18	14	18	140	200	2,15	2,30	16	18	16	18	160	200	2,20	2,30
		100	1	2	4	1	1	2	4	1					1	4	1	4	1	4	1	4	1	4	1	4	1	4	1	4
3144	Pâté en croûte	10	46	73	54	32	46	73	54	32	600	440	2,78	2,64	46	54	46	54	480	530	2,68	2,72	46	54	46	54	480	540	2,68	2,73
		100	7	6	5	6	7	6	5	6					7	4	7	4	7	4	7	4	7	4	7	4	7	4	7	4
3154	Mousse de foie	100	60	43	44	50	60	43	44	50	5000	4900	3,70	3,69	59	44	59	44	5500	4300	3,74	3,63	60	44	60	44	5700	4300	3,76	3,63
		1000	3	4	3	11	3	4	3	11					2	3	2	3	4	3	11	3	4	3	11	3	4	3	11	3
3207	Côte échine de porc	100	42	11	60	61	42	11	60	61	2600	6000	3,41	3,78	36	52	36	52	3300	5100	3,52	3,71	42	60	42	60	4200	5900	3,62	3,77
		1000	4	0	5	6	4	0	5	6					0	4	0	4	0	4	0	4	0	4	0	4	0	4	0	4
3288	Jambon sec	1000	55	86	66	76	55	86	66	76	72000	70000	4,86	4,85	46	53	46	53	47000	51000	4,67	4,71	55	66	55	66	58000	66000	4,76	4,82
		10000	9	8	7	6	9	8	7	6					6	3	6	3	6	3	6	3	6	3	6	3	6	3	6	3
3289	Chair à saucisse	1000	132	144	141	158	132	144	141	158	140000	150000	5,15	5,18	132	119	132	119	124000	120000	5,09	5,08	132	141	132	141	130000	140000	5,11	5,15
		10000	10	28	14	19	10	28	14	19					4	8	4	8	4	8	4	8	4	8	4	8	4	8	4	8
3290	Viande de mouton Côte	1000	24	25	23	31	24	25	23	31	26000	28000	4,41	4,45	10	16	10	16	14000	16000	4,15	4,20	24	23	24	23	28000	23000	4,45	4,36
		10000	7	1	2	5	7	1	2	5					5	2	5	2	5	2	5	2	5	2	5	2	5	2	5	2

♦ Essai effectué sous le couvert de l'accréditation

PRODUITS LAITIERS																														
N° éch.	Produit	Dilution	ISO 11290-2♦										OAA 24 H								OAA 48 H									
			Répétition 1		Répétition 2		Répétition 1 (confirmé)		Répétition 2 (confirmé)		Répétition 1	Répétition 2	Répétition 1	Répétition 2	Répétition 1	Répétition 2	Répétition 1	Répétition 2	Répétition 1	Répétition 2	Répétition 1 (confirmé)	Répétition 2 (confirmé)	Répétition 1	Répétition 2	Répétition 1	Répétition 2				
			ufc/ boîte a	ufc/ boîte b	ufc/ boîte a	ufc/ boîte b	ufc/ boîte a	ufc/ boîte b	ufc/ boîte a	ufc/ boîte b	ufc/g	ufc/g	log ufc/g	log ufc/g	ufc/boîte	ufc/boîte	ufc/boîte	ufc/boîte	ufc/g	ufc/g	log ufc/g	log ufc/g	ufc/boîte	ufc/boîte	ufc/boîte	ufc/boîte	ufc/g	ufc/g	log ufc/g	log ufc/g
2885	Poudre de lait	100	48	50	68	53	48	50	68	53	4900	5800	3,69	3,76	46	68	46	68	4500	6500	3,65	3,81	48	68	48	68	4600	6500	3,66	3,81
		1000	3	6	4	3	3	6	4	3					3	4	3	4					3	4	3	4				
2886	Poudre de lait	100	59	42	52	69	59	42	52	69	5200	6000	3,72	3,78	57	51	57	51	5900	4800	3,77	3,68	59	52	59	52	6100	4900	3,79	3,69
		1000	8	5	2	9	8	5	2	9					8	2	8	2					8	2	8	2				
2887	Poudre de lait	100	46	51	55	36	46	51	55	36	4600	4700	3,66	3,67	46	54	46	54	4400	5500	3,64	3,74	46	55	46	55	4500	5600	3,65	3,75
		1000	3	2	7	5	3	2	7	5					2	7	2	7					3	7	3	7				
2977	Fromage affiné au lait cru	100	1	0	1	0	1	0	1	0	<40(5)	<40(5)	<1,60(0,70)	<1,60(0,70)	1	1	1	1	<40(10)	<40(10)	<1,60(1,00)	<1,60(1,00)	1	1	1	1	<40(10)	<40(10)	<1,60(1,00)	<1,60(1,00)
		1000	0	0	0	0	0	0	0	0					0	0	0	0					0	0	0	0				
2978	Lait cru	100	0	0	0	0	0	0	0	0	<100	<100	<2,00	<2,00	0	0	0	0	<100	<100	<2,00	<2,00	0	0	0	0	<100	<100	<2,00	<2,00
		1000	0	0	0	0	0	0	0	0					0	0	0	0					0	0	0	0				
3102	Fromage non affiné au lait cru	10	0	0	0	0	0	0	0	0	<10	<10	<1,00	<1,00	0	0	0	0	<10	<10	<1,00	<1,00	0	0	0	0	<10	<10	<1,00	<1,00
		100	0	0	0	0	0	0	0	0					0	0	0	0					0	0	0	0				
3200	Lait cru	10	199	107	168	101	199	107	168	101	1700	1600	3,23	3,20	92	88	92	88	1100	1100	3,04	3,04	199	168	199	168	2100	1900	3,32	3,28
		100	31	43	44	45	31	43	44	45					25	30	25	30					31	44	31	44				
3201	Lait cru	10	75	79	59	23	75	79	59	23	850	560	2,93	2,75	34	27	34	27	380	270	2,58	2,43	75	59	75	59	860	620	2,93	2,79
		100	19	13	9	32	19	13	9	32					8	3	8	3					19	9	19	9				
3202	Lait cru	10	175	218	166	151	175	218	166	151	2200	1800	3,34	3,26	55	65	55	65	650	670	2,81	2,83	175	166	175	166	1900	1800	3,28	3,26
		100	33	50	31	45	33	50	31	45					16	9	16	9					33	31	33	31				
3203	Saint Maure de Touraine au lait cru	10	118	148	133	130	118	148	133	130	1400	1400	3,15	3,15	33	27	33	27	380	270	2,58	2,43	118	133	118	133	1300	1400	3,11	3,15
		100	24	8	22	12	24	8	22	12					9	3	9	3					24	22	24	22				
3204	Picodon fromage de chèvre au lait cru	10	155	90	94	107	155	90	94	107	1400	1100	3,15	3,04	89	88	89	88	940	870	2,97	2,94	155	94	155	94	1800	1000	3,26	3,00
		100	40	17	18	22	40	17	18	22					14	8	14	8					40	18	40	18				
3205	Reblochon au lait cru	10	82	63	88	74	82	63	88	74	760	880	2,88	2,94	35	9	35	9	360	110	2,56	2,04	82	88	82	88	870	960	2,94	2,98
		100	14	8	17	14	14	8	17	14					4	3	4	3					14	17	14	17				
3206	Roquefort au lait cru	100	46	65	39	55	46	65	39	55	5600	4700	3,75	3,67	15	12	15	12	1400	1200	3,15	3,08	46	39	46	39	4200	3800	3,62	3,58
		1000	0	13	3	7	0	13	3	7					0	1	0	1					0	3	0	3				
3293	Lait cru	1000	73	92	89	102	73	92	89	102	85000	97000	4,93	4,99	0	0	0	0	<1000	<1000	<3,00	<3,00	73	89	73	89	78000	89000	4,89	4,95
		10000	13	10	9	13	13	10	9	13					0	0	0	0					13	9	13	9				
3294	Lait cru	1000	55	84	78	82	55	84	78	82	68000	77000	4,83	4,89	1	0	1	0	<4000(1000)	<1000	<9,60(3,00)	<3,00	55	78	55	78	55000	73000	4,74	4,86
		10000	6	5	2	8	6	5	2	8					0	0	0	0					6	2	6	2				
3295	Petit reblochon au lait cru	1000	45	31	91	101	45	31	91	101	44000	96000	4,64	4,98	0	0	0	0	<1000	<1000	<3,00	<3,00	45	91	45	91	48000	92000	4,68	4,96
		10000	8	13	10	10	8	13	10	10					0	0	0	0					8	10	8	10				
3298	Lait cru	100	80	66	69	71	80	66	69	71	7500	6900	3,88	3,84	27	23	27	23	2500	2400	3,40	3,38	80	69	80	69	8400	7100	3,92	3,85
		1000	12	7	9	3	12	7	9	3					1	3	1	3					12	9	12	9				
3299	Reblochon au lait cru	10	4	3	3	3	4	3	3	3	36	<40(27)	1,60	<1,60(1,43)	3	1	3	1	<40(30)	<40(10)	<1,60(1,48)	<1,60(1,00)	4	3	4	3	45	<40(30)	1,65	<1,60(1,48)
		100	1	0	0	0	1	0	0	0	Ne				0	0	0	0					1	0	1	0	Ne			
3300	Saint Maure de Touraine Fromage de chèvre au lait cru	10	13	18	8	9	13	18	8	9	170	86	2,23	1,93	4	4	4	4	45	55	1,65	1,74	13	8	13	8	140	91	2,15	1,96
		100	2	5	2	0	2	5	2	0		Ne			1	2	1	2		Ne			2	2	2	2		Ne		

♦ Essai effectué sous le couvert de l'accréditation

* : échantillons inoculés par une souche non hémolytique

PRODUITS DE LA MER																														
N° éch	Produit	Dilution	ISO 11290-2♦												OAA 24 H								OAA 48 H							
			Répétition 1		Répétition 2		Répétition 1 (confirmé)		Répétition 2 (confirmé)		1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1 (confirmé)	2 (confirmé)	1	2	1	2				
			ufc/ boite a	ufc/ boite b	ufc/ boite a	ufc/ boite b	ufc/ boite a	ufc/ boite b	ufc/ boite a	ufc/ boite b																	ufc/g	ufc/g	log ufc/g	log ufc/g
2969	Saumon fumé d'Atlantique	10 100	1 0	2 0	3 0	4 0	1 0	2 0	3 0	4 0	<40(15)	32 Ne	<1,60(1,18)	1,51	0 0	0 0	0 0	0 0	<10	<10	<1,00	<1,00	1 0	3 0	1 0	3 0	<40(10)	<40(10)	<1,60(1,00)	<1,60(1,00)
2970	Saumon fumé	10 100	1 0	0 0	5 0	4 0	1 0	0 0	5 0	4 0	<40(5)	41 Ne	<1,60(0,70)	1,61	0 0	0 0	0 0	0 0	<10	<10	<1,00	<1,00	1 0	5 0	1 0	5 0	<40(10)	45 Ne	<1,60(1,00)	1,65
3066	Saumon fumé de Norvège	10 100	2 0	3 0	1 0	0 0	2 0	3 0	1 0	0 0	<40(25)	<40(5)	<1,60(0,70)	<1,60(1,40)	1 0	1 0	1 0	1 0	<40(10)	<40(10)	<1,60(1,00)	<1,60(1,00)	2 0	1 0	2 0	1 0	<40(20)	<40(10)	<1,60(1,30)	<1,60(1,00)
3142	Saumon fumé d'Ecosse	1000 10000	68 5	78 7	70 6	69 8	68 5	78 7	70 6	69 8	72000	70000	4,86	4,85	67 5	68 5	67 5	68 5	65000	66000	4,81	4,82	68 5	70 6	68 5	70 6	66000	69000	4,82	4,84
3152 *	Seiches à la tomate et riz cuisinés	100 1000	27 6	37 1	20 2	31 0	27 6	37 1	20 2	31 0	3200	2400	3,51	3,38	0 0	0 0	0 0	0 0	<100	<100	<2,00	<2,00	27 6	20 2	27 6	20 2	3000	2000	3,48	3,30
3153 *	Cocktail de fruits de mer	100 1000	103 8	88 5	91 7	70 5	103 8	88 5	91 7	70 5	9300	7900	3,97	3,90	0 0	0 0	0 0	0 0	<100	<100	<2,00	<2,00	103 8	91 7	103 8	91 7	10100	8900	4,00	3,95
3197	Filet de Lieu noir	10 100	183 44	268 42	186 53	182 20	183 44	268 42	186 53	182 20	2400	2000	3,38	3,30	71 12	63 15	71 12	63 15	760	710	2,88	2,85	183 44	186 53	183 44	186 53	2100	2200	3,32	3,34
3198	Filet de sardine	10 100	147 30	169 45	137 34	128 41	147 30	169 45	137 34	128 41	1800	1500	3,26	3,18	59 10	47 5	59 10	47 5	630	470	2,80	2,67	147 30	137 34	147 30	137 34	1600	1600	3,20	3,20
3199	Filet de Pangas	10 100	165 18	125 15	170 26	99 19	165 18	125 15	170 26	99 19	1500	1400	3,18	3,15	165 18	170 26	165 18	170 26	1700	1800	3,23	3,26	325 68	381 65	325 68	381 65	3600	4100	3,56	3,61
3219	Saumon fumé	10 100	154 19	191 27	200 24	187 21	154 19	191 27	200 24	187 21	1800	2000	3,26	3,30	108 11	142 17	108 11	142 17	1100	1400	3,04	3,15	154 19	200 24	154 19	200 24	1600	2000	3,20	3,30
3220	Saumon fumé d'Irlande	10 100	40 2	36 5	35 3	36 1	40 2	36 5	35 3	36 1	380	340	2,58	2,53	28 0	24 3	28 0	24 3	260	250	2,41	2,40	40 2	35 3	40 2	35 3	380	350	2,58	2,54
3221	Filet de Haddock	10 100	103 12	112 19	86 17	102 17	103 12	112 19	86 17	102 17	1100	1000	3,04	3,00	70 9	63 4	70 9	63 4	720	610	2,86	2,79	103 12	86 17	103 12	86 17	1000	940	3,00	2,97
3222	Filet de saumon	10 100	96 22	117 17	76 14	83 8	96 22	117 17	76 14	83 8	1100	820	3,04	2,91	68 14	58 10	68 14	58 10	750	620	2,88	2,79	96 22	76 14	96 22	76 14	1100	820	3,04	2,91
3228	Haché de poisson cru	10 100	2 0	4 0	1 0	5 0	2 0	4 0	1 0	5 0	27 Ne	27 Ne	1,43	1,43	2 0	1 0	2 0	1 0	<40(20)	<40(10)	<1,60(1,30)	<1,60(1,00)	2 0	1 0	2 0	1 0	<40(20)	<40(10)	<1,60(1,30)	<1,60(1,00)
3246	Filet de Pangasin	10 100	17 2	32 5	24 3	32 3	17 2	32 5	24 3	32 3	260	280	2,41	2,45	9 0	18 3	9 0	18 3	82 Ne	190	1,91	2,28	17 2	24 3	17 2	24 3	170	250	2,23	2,40
3247	Cocktail de fruits de mer	10 100	121 13	135 10	95 10	100 13	121 13	135 10	95 10	100 13	1300	990	3,11	3,00	88 10	69 8	88 10	69 8	890	700	2,95	2,85	121 13	95 10	121 13	95 10	1200	960	3,08	2,98
3248	Salade Alaska	10 100	8 2	1 0	3 0	8 1	8 2	1 0	3 0	8 1	50 Ne	55 Ne	1,70	1,74	3 1	1 0	3 1	1 0	<40(30)	<40(10)	<1,60(1,48)	<1,60(1,00)	8 2	3 0	8 2	3 0	91 Ne	<40(30)	1,96	<1,60(1,48)
3291	Saumon Atlantique de Norvège	1000 10000	90 15	77 12	99 11	126 11	90 15	77 12	99 11	126 11	88000	110000	4,94	5,04	15 1	5 4	15 1	5 4	15000 Ne	8000 Ne	4,18	3,90	90 15	99 11	90 15	99 11	95000	100000	4,98	5,00
3292	Salade d'écrevisses	1000 10000	>150 41	>150 40	>150 27	>150 30	/ 40	/ 30	/ 41	/ 40	410000 N'	290000 N'	5,61	5,46	0 0	0 0	0 0	0 0	<1000	<1000	<3,00	<3,00	>150 41	>150 27	/ 41	/ 27	410000	270000	5,61	5,43

♦ Essai effectué sous le couvert de l'accréditation

PRODUITS DE LA MER																														
N° éch	Produit	Dilution	ISO 11290-2♦										OAA 24 H								OAA 48 H									
			Répétition 1		Répétition 2		Répétition 1 (confirmé)		Répétition 2 (confirmé)		Répétition 1	Répétition 2	Répétition 1	Répétition 2	Répétition 1 (confirmé)	Répétition 2 (confirmé)	Répétition 1	Répétition 2	Répétition 1	Répétition 2	Répétition 1 (confirmé)	Répétition 2 (confirmé)	Répétition 1	Répétition 2	Répétition 1	Répétition 2				
			ufc/ boîte a	ufc/ boîte b	ufc/ boîte a	ufc/ boîte b	ufc/ boîte a	ufc/ boîte b	ufc/ boîte a	ufc/ boîte b	ufc/g	ufc/g	log ufc/g	log ufc/g	ufc/boîte	ufc/boîte	ufc/boîte	ufc/boîte	ufc/g	ufc/g	log ufc/g	log ufc/g	ufc/boîte	ufc/boîte	ufc/boîte	ufc/boîte	ufc/g	ufc/g	log ufc/g	log ufc/g
3305	Longe de Marlin	10	11	13	22	20	11	13	22	20	150	220	2,18	2,34	6	8	6	8	82	73	1,91	1,86	11	22	11	22	160	220	2,20	2,34
		100	6	2	2	4	6	2	2	4					3	0	3	0	Ne	Ne			6	2	6	2				
3306	Cocktail de fruit de mer	1000	61	56	79	78	61	56	79	78	59000	78000	4,77	4,89	39	45	39	45	39000	45000	4,59	4,65	61	79	61	79	63000	80000	4,80	4,90
		10000	8	5	9	6	8	5	9	6					4	4	4	4					8	9	8	9				
3307	Salade Alaska au surimi	10	2	12	10	4	2	12	10	4	64	73	1,81	1,86	0	2	0	2	<10	<40(20)	<1,00	<1,60(1,30)	2	10	2	10	<40(20)	91	<1,60(1,30)	1,96
		100	0	0	0	2	0	0	0	2	Ne	Ne			0	0	0	0					0	0	0	0				
3308	Filet de Pangasin	100	28	30	45	32	28	30	45	32	3100	3900	3,49	3,59	7	25	7	25	730	2400	2,86	3,38	28	45	28	45	3000	4500	3,48	3,65
		1000	5	6	4	5	5	6	4	5					1	1	1	1	Ne				5	4	5	4				

PRODUITS VEGETAUX																														
N° éch.	Produit	Dilution	ISO 11290-2*										OAA 24 H								OAA 48 H									
			Répétition 1		Répétition 2		Répétition 1 (confirmé)		Répétition 2 (confirmé)		Répétition 1	Répétition 2	Répétition 1	Répétition 2	Répétition 1	Répétition 2	Répétition 1	Répétition 2	Répétition 1	Répétition 2	Répétition (confirmé)	Répétition (confirmé)	Répétition 1	Répétition 2	Répétition 1	Répétition 2				
			ufc/ boite a	ufc/ boite b	ufc/a	ufc/b	ufc/a	ufc/b	ufc/a	ufc/b																	ufc/g	ufc/g	log ufc/g	log ufc/g
2971	Poêlée Méridionale	10	8	4	3	8	8	4	3	8	68	47	1,83	1,67	0	0	0	0	<10	<10	<1,00	<1,00	8	3	8	3	91	<40(30)	1,96	<1,60(1,48)
		100	2	1	0	2	2	1	0	2	Ne	Ne			0	0	0	0					2	0	2	0	Ne	<40(30)	1,65	<1,60(1,48)
2972	Poêlée Champêtre	10	4	8	3	9	4	8	3	9	77	64	1,89	1,81	0	0	0	0	<10	<10	<1,00	<1,00	4	3	4	3	45	<40(30)	1,65	<1,60(1,48)
		100	1	4	1	1	1	4	1	1	Ne	Ne			0	0	0	0					1	1	1	1	Ne	<40(30)	1,65	<1,60(1,48)
2973	Courgettes en rondelles	10	28	25	22	21	28	25	22	21	260	230	2,41	2,36	6	5	6	5	55	55	1,74	1,74	28	22	28	22	260	240	2,41	2,38
		100	1	3	4	3	1	3	4	3					0	1	0	1	Ne	Ne			1	4	1	4				
2974	Carottes en rondelles	10	35	33	37	44	35	33	37	44	360	390	2,56	2,59	9	10	9	10	120	100	2,08	2,00	35	37	35	37	390	360	2,59	2,56
		100	8	4	2	2	8	4	2	2					4	1	4	1	Ne				8	2	8	2				
2975	Mélange crudités	10	2	1	2	1	2	1	2	1	<40(15)	<40(15)	<1,60(1,18)	<1,60(1,18)	1	0	1	0	<40(10)	<10	<1,60(1,00)	<1,00	2	2	2	2	<40(20)	<40(20)	<1,60(1,30)	<1,60(1,30)
		100	0	0	0	0	0	0	0	0					0	0	0	0					0	0	0	0				
2976	Chou cru	10	0	0	0	0	0	0	0	0	<10	<10	<1,00	<1,00	0	0	0	0	<10	<10	<1,00	<1,00	0	0	0	0	<10	<10	<1,00	<1,00
		100	0	0	0	0	0	0	0	0					0	0	0	0					0	0	0	0				
3103	Courgettes en rondelles	10	2	2	1	1	2	2	1	1	<40(20)	<40(10)	<1,60(1,30)	<1,60(1,00)	0	0	0	0	<10	<10	<1,00	<1,00	2	1	2	1	<40(20)	<40(10)	<1,60(1,30)	<1,60(1,00)
		100	0	0	0	0	0	0	0	0					0	0	0	0					0	0	0	0				
3145	Navets en cube	10	44	44	24	27	44	44	24	27	460	310	2,66	2,49	11	7	11	7	150	73	2,18	1,86	44	24	44	24	460	310	2,66	2,49
		100	6	8	10	8	6	8	10	8					5	1	5	1	Ne	Ne			6	10	6	10				
3146	Carottes en rondelles	10	12	9	18	20	12	9	18	20	120	200	2,08	2,30	4	4	4	4	55	36	1,74	1,56	12	18	12	18	150	200	2,18	2,30
		100	4	1	4	1	4	1	4	1					2	0	2	0	Ne	Ne			4	4	4	4				
3191	Tomates en dés	10	35	34	23	23	35	34	23	23	330	280	2,52	2,45	9	4	9	4	82	36	1,91	1,56	35	23	35	23	350	260	2,54	2,41
		100	3	0	5	11	3	0	5	11					0	0	0	0	Ne	Ne			3	5	3	5				
3192	Poivrons verts	10	159	150	121	113	159	150	121	113	1600	1200	3,20	3,08	6	7	6	7	73	82	1,86	1,91	159	121	159	121	1600	1200	3,20	3,08
		100	15	32	12	20	15	32	12	20					2	2	2	2	Ne	Ne			15	12	15	12				
3193	Soupe Gaspacho	10	54	63	53	65	54	63	53	65	570	670	2,76	2,83	4	2	4	2	36	<40(20)	1,56	<1,60(1,30)	54	53	54	53	520	600	2,72	2,78
		100	3	6	13	17	3	6	13	17					0	0	0	0	Ne				3	13	3	13				
3194	Soupe légumes du soleil	10	55	59	39	25	55	59	39	25	560	410	2,75	2,61	18	22	18	22	180	230	2,26	2,36	55	39	55	39	540	500	2,73	2,70
		100	4	6	16	11	4	6	16	11					2	3	2	3					4	16	4	16				
3195	Betteraves rouges	10	24	34	25	39	24	34	25	39	290	310	2,46	2,49	22	18	22	18	210	180	2,32	2,26	24	25	24	25	230	260	2,36	2,41
		100	1	4	3	2	1	4	3	2					1	2	1	2					1	3	1	3				
3196	Taboulé	10	232	212	195	167	232	212	195	167	2200	1900	3,34	3,28	183	160	183	160	1900	1600	3,28	3,20	232	195	232	195	2400	2000	3,38	3,30
		100	31	18	24	23	31	18	24	23					29	18	29	18					31	24	31	24				
3216	Macédoine de légumes	10	130	139	109	99	130	139	109	99	1300	1000	3,11	3,00	95	92	95	92	970	890	2,99	2,95	130	109	130	109	1300	1000	3,11	3,00
		100	18	8	6	6	18	8	6	6					12	6	12	6					18	6	18	6				
3217	Salade chou rouge	10	34	24	25	20	34	24	25	20	310	210	2,49	2,32	25	17	25	17	280	160	2,45	2,20	34	25	34	25	370	240	2,57	2,38
		100	7	4	1	0	7	4	1	0					6	1	6	1					7	1	7	1				
3218	Céleri rémoulade	10	30	56	48	42	30	56	48	42	440	440	2,64	2,64	20	37	20	37	240	360	2,38	2,56	30	48	30	48	370	460	2,57	2,66
		100	11	0	2	5	11	0	2	5					6	2	6	2					11	2	11	2				
3302	Courgettes en rondelles	10	132	128	174	150	132	128	174	150	1400	1800	3,15	3,26	55	42	55	42	680	400	2,83	2,60	132	174	132	174	1500	2000	3,18	3,30
		100	33	17	43	32	33	17	43	32					20	2	20	2					33	43	33	43				
3303	Carottes en rondelles	100	>150	>150	>150	>150	/	/	/	/	31000	31000	4,49	4,49	>150	>150	>150	>150	13000	12000	4,11	4,08	>150	>150	/	/	23000	29000	4,36	4,46
		1000	23	38	29	33	23	38	29	33	N'	N'			13	12	13	12	N'	N'			23	29	23	29	N'	N'		
3304	Poêlée Champêtre	1000	72	63	74	84	72	63	74	84	67000	80000	4,83	4,90	41	58	41	58	39000	58000	4,59	4,76	72	74	72	74	75000	75000	4,88	4,88
		10000	10	3	8	10	10	3	8	10					2	6	2	6					10	8	10	8				

♦ Essai effectué sous le couvert de l'accréditation

OVOPRODUITS																														
N° éch.	Produit	Dilution	ISO 11290-2♦								OAA 24 H								OAA 48 H											
			Répétition 1		Répétition 2		Répétition 1 (confirmé)		Répétition 2 (confirmé)		Répétition	Répétition	Répétition	Répétition	Répétition	Répétition	Répétition	Répétition	Répétition	Répétition	Répétition	Répétition	Répétition	Répétition	Répétition	Répétition				
			ufc/ boîte a	ufc/ boîte b	ufc/ boîte a	ufc/ boîte b	ufc/ boîte a	ufc/ boîte b	ufc/ boîte a	ufc/ boîte b	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2		
			log ufc/g	log ufc/g	log ufc/g	log ufc/g	ufc/g	ufc/g	log ufc/g	log ufc/g	ufc/boite	ufc/boite	ufc/boite	ufc/boite	ufc/g	ufc/g	log ufc/g	log ufc/g	ufc/boite	ufc/boite	ufc/boite	ufc/boite	ufc/g	ufc/g	log ufc/g	log ufc/g	ufc/g	ufc/g		
3180	Flan pâtissier	10	113	92	75	78	113	92	75	78	1100	810	3,04	2,91	46	30	46	30	460	280	2,66	2,45	113	75	113	75	1100	770	3,04	2,89
		100	12	18	10	14	12	18	10	14					5	1	5	1					12	10	12	10				
3181	Flan pâtissier	100	64	87	88	71	64	87	88	71	8000	8100	3,90	3,91	46	72	46	72	4800	6900	3,68	3,84	64	88	64	88	6800	8600	3,83	3,93
		1000	11	14	7	13	11	14	7	13					7	4	7	4					11	7	11	7				
3182	Tarte salée chèvre tomate	10	92	105	116	144	92	105	116	144	1110	1300	3,05	3,11	71	94	71	94	780	970	2,89	2,99	92	116	92	116	1000	1200	3,00	3,08
		100	18	28	14	19	18	28	14	19					15	13	15	13					18	14	18	14				
3183	Quiche Lorraine	100	92	89	94	116	92	89	94	116	9100	10500	3,96	4,02	87	73	87	73	8500	7200	3,93	3,86	92	94	92	94	9100	9200	3,96	3,96
		1000	8	12	7	13	8	12	7	13					7	6	7	6					8	7	8	7				
3223	Mayonnaise	10	83	93	89	71	83	93	89	71	850	830	2,93	2,92	52	44	52	44	500	430	2,70	2,63	83	89	83	89	780	860	2,89	2,93
		100	3	8	6	16	3	8	6	16					3	3	3	3					3	6	3	6				
3224	Crème anglaise	10	108	100	105	87	108	100	105	87	1100	930	3,04	2,97	101	100	101	100	990	950	3,00	2,98	108	105	108	105	1100	990	3,04	3,00
		100	9	14	4	9	9	14	4	9					8	4	8	4					9	4	9	4				
3225	Jaune d'œuf liquide	10	196	198	162	220	196	198	162	220	2100	2100	3,32	3,32	152	128	152	128	1600	1500	3,20	3,18	196	162	196	162	2000	1900	3,30	3,28
		100	29	34	42	42	29	34	42	42					25	34	25	34					29	42	29	42				
3226	Blanc d'œuf liquide	10	269	225	226	133	269	225	226	133	2500	1900	3,40	3,28	240	194	240	194	2400	2000	3,38	3,30	269	226	269	226	2700	2300	3,43	3,36
		100	27	23	32	35	27	23	32	35					20	25	20	25					27	32	27	32				
3227	Coule d'œuf entier	10	83	113	84	67	83	113	84	67	960	760	2,98	2,88	69	63	69	63	670	660	2,83	2,82	83	84	83	84	820	870	2,91	2,94
		100	7	7	12	4	7	7	12	4					5	9	5	9					7	12	7	12				
3249	Coule d'œuf entier	10	20	8	25	17	20	8	25	17	130	210	2,11	2,32	10	13	10	13	91	150	1,96	2,18	20	25	20	25	190	260	2,28	2,41
		100	1	0	4	1	1	0	4	1					0	3	0	3					1	4	1	4				
3250	Coule d'œuf entier	10	75	76	88	101	75	76	88	101	840	1000	2,92	3,00	68	55	68	55	760	560	2,88	2,75	75	88	75	88	870	890	2,94	2,95
		100	21	13	10	20	21	13	10	20					16	6	16	6					21	10	21	10				
3296	Coule d'œuf	1000	32	68	45	43	32	68	45	43	50000	44000	4,70	4,64	5	13	5	13	7300	12000	3,86	4,08	32	45	32	45	34000	43000	4,53	4,63
		10000	5	6	2	6	5	6	2	6					3	0	3	0	Ne	Ne			5	2	5	2				
3297	Coule d'œuf	1000	97	44	67	61	97	44	67	61	72000	66000	4,86	4,82	12	22	12	22	14000	20000	4,15	4,30	97	67	97	67	96000	73000	4,98	4,86
		10000	9	8	13	5	9	8	13	5					3	0	3	0					9	13	9	13				
3301	Flan pâtissier	10	10	14	6	15	10	14	6	15	120	110	2,08	2,04	4	5	4	5	55	64	1,74	1,81	10	6	10	6	110	91	2,04	1,96
		100	2	1	4	0	2	1	4	0					2	2	2	2	Ne	Ne			2	4	2	4		Ne		

♦ Essai effectué sous le couvert de l'accréditation

Annexe 4 - Exactitude relative : tableau récapitulatif

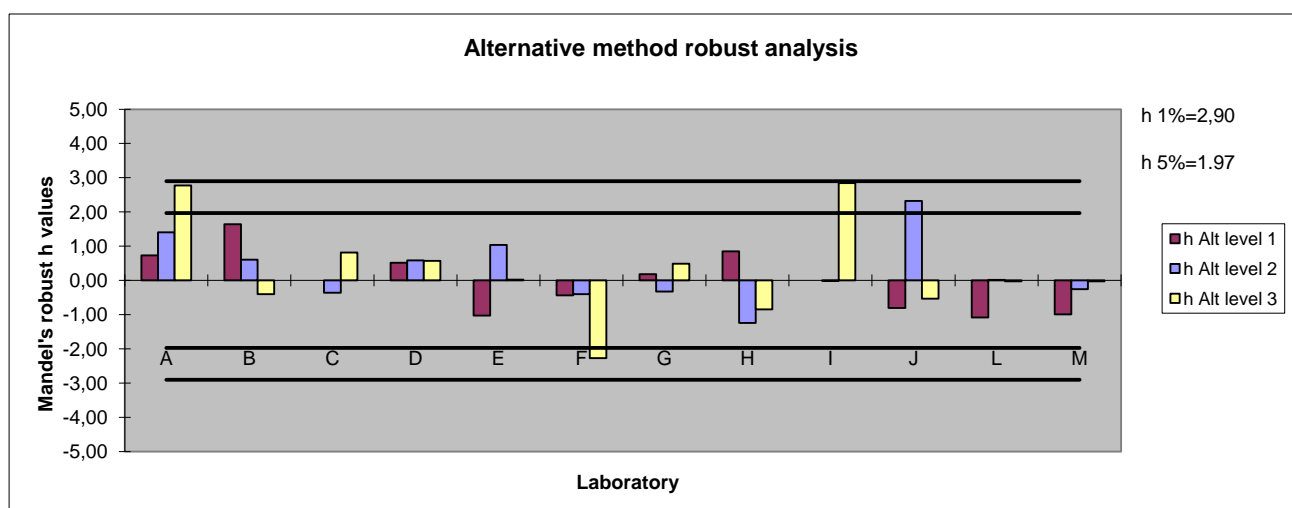
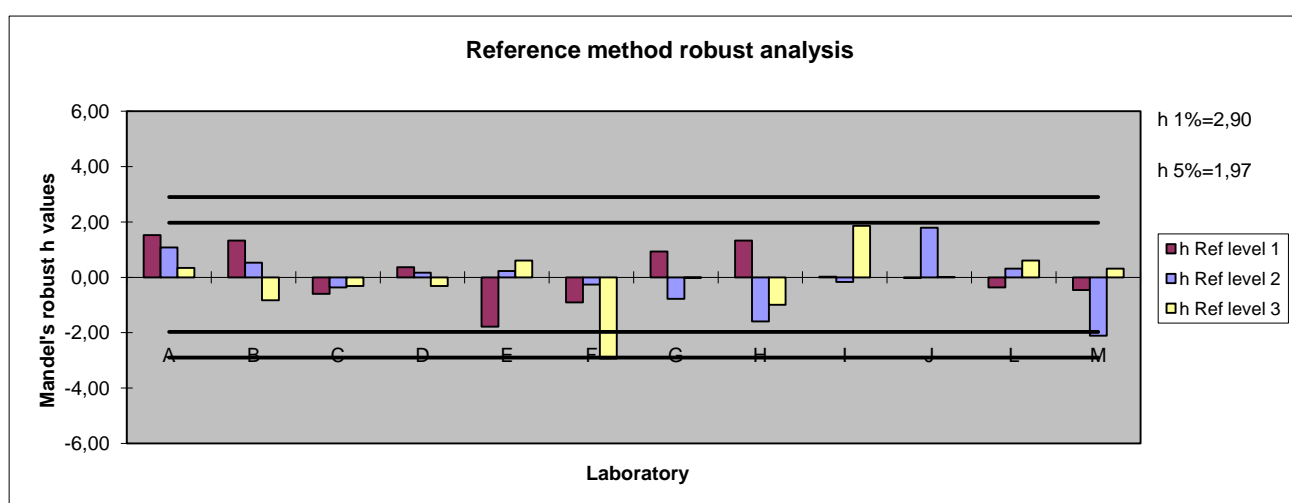
N° Ech	Produit	ISO 11290-2*		OAA 24H		OAA 48H	
		Répétition 1	Répétition 2	Répétition 1	Répétition 2	Répétition 1	Répétition 2
PRODUITS CARNES							
2879	Coquelet	2,89	2,93	2,84	2,89	2,88	2,92
2880	Ailes de poulet	3,23	3,26	3,18	3,23	3,20	3,26
2881	Cuisses de poulet	<1,00	<1,00	<1,00	<1,00	<1,00	<1,00
2882	Rillettes	2,04	1,98	2,15	2,00	2,18	2,00
2883	Rillettes	3,65	3,64	3,65	3,61	3,72	3,64
2884	Rillettes	6,66	6,58	6,72	6,40	6,72	6,51
3063	Filets de poulet	3,84	3,86	3,81	3,78	3,81	3,82
3064	Filets de poulet	2,56	2,71	2,56	2,69	2,49	2,72
3065	Bouchées à la reine	<1,60(1,00)	<1,60(1,40)	<1,60(1,00)	<1,60(1,30)	<1,60(1,00)	<1,60(1,30)
3141	Lardons fumés	1,51	1,61	<1,60(1,30)	<1,60(1,48)	1,56	1,74
3143	Andouillette	2,18	2,32	2,15	2,30	2,20	2,30
3144	Pâté en croûte	2,78	2,64	2,68	2,72	2,68	2,73
3154	Mousse de foie	3,70	3,69	3,74	3,63	3,76	3,63
3207	Côte échine de porc	3,41	3,78	3,52	3,71	3,62	3,77
3288	Jambon sec	4,86	4,85	4,67	4,71	4,76	4,82
3289	Chair à saucisse	5,15	5,18	5,09	5,08	5,11	5,15
3290	Viande de mouton Côte	4,41	4,45	4,15	4,20	4,45	4,36
PRODUITS LAITIERS							
2885	Poudre de lait	3,69	3,76	3,65	3,81	3,66	3,81
2886	Poudre de lait	3,72	3,78	3,77	3,68	3,79	3,69
2887	Poudre de lait	3,66	3,67	3,64	3,74	3,65	3,75
2977	Fromage affiné au lait cru	<1,60(0,70)	<1,60(0,70)	<1,60(1,00)	<1,60(1,00)	<1,60(1,00)	<1,60(1,00)
2978	Lait cru	<2,00	<2,00	<2,00	<2,00	<2,00	<2,00
3102	Fromage non affiné au lait cru	<1,00	<1,00	<1,00	<1,00	<1,00	<1,00
3200	Lait cru	3,23	3,20	3,04	3,04	3,32	3,28
3201	Lait cru	2,93	2,75	2,58	2,43	2,93	2,79
3202	Lait cru	3,34	3,26	2,81	2,83	3,28	3,26
3203	Saint Maure de Touraine au lait cru	3,15	3,15	2,58	2,43	3,11	3,15
3204	Picodon fromage de chèvre au lait cru	3,15	3,04	2,97	2,94	3,26	3,00
3205	Reblochon au lait cru	2,88	2,94	2,56	2,04	2,94	2,98
3206	Roquefort au lait cru	3,75	3,67	3,15	3,08	3,62	3,58
3293	Lait cru	4,93	4,99	<3,00	<3,00	4,89	4,95
3294	Lait cru	4,83	4,89	<3,60(3,00)	<3,00	4,74	4,86
3295	Petit reblochon au lait cru	4,64	4,98	<3,00	<3,00	4,68	4,96
3298	Lait cru	3,88	3,84	3,40	3,38	3,92	3,85
3299	Reblochon au lait cru	1,60	<1,60(1,43)	<1,60(1,48)	<1,60(1,00)	1,65	<1,60(1,48)
3300	Saint Maure de Touraine Fromage de chèvre au lait cru	2,23	1,93	1,65	1,74	2,15	1,96
PRODUITS DE LA MER							
2969	Saumon fumé d'Atlantique	<1,60(1,18)	1,51	<1,00	<1,00	<1,60(1,00)	<1,60(1,00)
2970	Saumon fumé	<1,60(0,70)	1,61	<1,00	<1,00	<1,60(1,00)	1,65
3066	Saumon fumé de Norvège	<1,60(0,70)	<1,60(1,40)	<1,60(1,00)	<1,60(1,00)	<1,60(1,30)	<1,60(1,00)
3142	Saumon fumé d'Ecosse	4,86	4,85	4,81	4,82	4,82	4,84
3152	Seiches à la tomate et riz cuisinés	3,51	3,38	<2,00	<2,00	3,48	3,30
3153	Cocktail de fruits de mer	3,97	3,90	<2,00	<2,00	4,00	3,95
3197	Filet de Lieu noir	3,38	3,30	2,88	2,85	3,32	3,34
3198	Filet de sardine	3,26	3,18	2,80	2,67	3,20	3,20
3199	Filet de Pangas	3,18	3,15	3,23	3,26	3,56	3,61
3219	Saumon fumé	3,26	3,30	3,04	3,15	3,20	3,30

♦ Essai effectué sous le couvert de l'accréditation

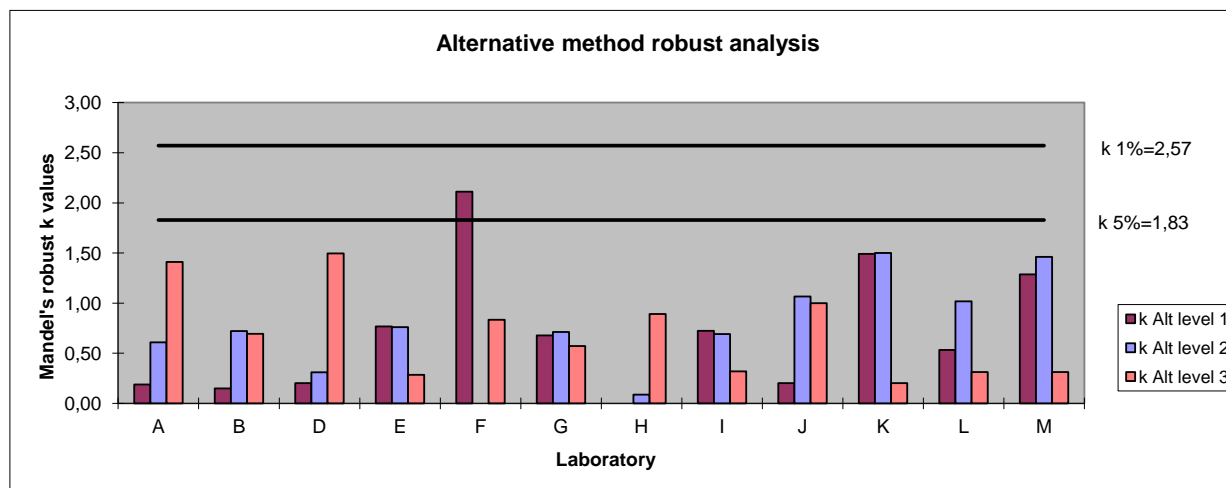
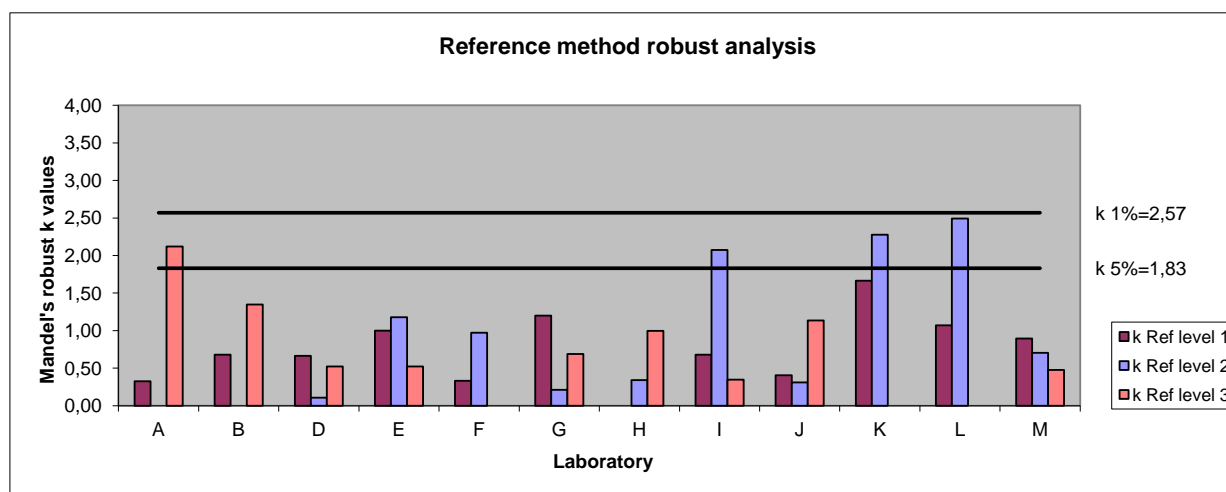
N° Ech	Produit	ISO 11290-2*		OAA 24H		OAA 48H	
		Répétition 1	Répétition 2	Répétition 1	Répétition 2	Répétition 1	Répétition 2
3220	Saumon fumé d'Irlande	2,58	2,53	2,41	2,40	2,58	2,54
3221	Filet de Haddock	3,04	3,00	2,86	2,79	3,00	2,97
3222	Filet de saumon	3,04	2,91	2,88	2,79	3,04	2,91
3228	Haché de poisson cru	1,43	1,43	<1,60(1,30)	<1,60(1,00)	<1,60(1,30)	<1,60(1,00)
3246	Filet de Pangasin	2,41	2,45	1,91	2,28	2,23	2,40
3247	Cocktail de fruits de mer	3,11	3,00	2,95	2,85	3,08	2,98
3248	Salade Alaska	1,70	1,74	<1,60(1,48)	<1,60(1,00)	1,96	<1,60(1,48)
3291	Saumon Atlantique de Norvège	4,94	5,04	4,18	3,90	4,98	5,00
3292	Salade d'écrevisses	5,61	5,46	<3,00	<3,00	5,61	5,43
3305	Longe de Marlin	2,18	2,34	1,91	1,86	2,20	2,34
3306	Cocktail de fruit de mer	4,77	4,89	4,59	4,65	4,80	4,90
3307	Salade Alaska au surimi	1,81	1,86	<1,00	<1,60(1,30)	<1,60(1,30)	1,96
3308	Filet de Pangasin	3,49	3,59	2,86	3,38	3,48	3,65
PRODUITS VEGETAUX							
2971	Poêlée Méridionale	1,83	1,67	<1,00	<1,00	1,96	<1,60(1,48)
2972	Poêlée Champêtre	1,89	1,81	<1,00	<1,00	1,65	<1,60(1,48)
2973	Courgettes en rondelles	2,41	2,36	1,74	1,74	2,41	2,38
2974	Carottes en rondelles	2,56	2,59	2,08	2,00	2,59	2,56
2975	Mélange crudités	<1,60(1,18)	<1,60(1,18)	<1,60(1,00)	<1,00	<1,60(1,30)	<1,60(1,30)
2976	Chou cru	<1,00	<1,00	<1,00	<1,00	<1,00	<1,00
3103	Courgettes en rondelles	<1,60(1,30)	<1,60(1,00)	<1,00	<1,00	<1,60(1,30)	<1,60(1,00)
3145	Navets en cube	2,66	2,49	2,18	1,86	2,66	2,49
3146	Carottes en rondelles	2,08	2,30	1,74	1,56	2,18	2,30
3191	Tomates en dés	2,52	2,45	1,91	1,56	2,54	2,41
3192	Poivrons verts	3,20	3,08	1,86	1,91	3,20	3,08
3193	Soupe Gaspacho	2,76	2,83	1,56	<1,60(1,30)	2,72	2,78
3194	Soupe légumes du soleil	2,75	2,61	2,26	2,36	2,73	2,70
3195	Betteraves rouges	2,46	2,49	2,32	2,26	2,36	2,41
3196	Taboulé	3,34	3,28	3,28	3,20	3,38	3,30
3216	Macédoine de légumes	3,11	3,00	2,99	2,95	3,11	3,00
3217	Salade chou rouge	2,49	2,32	2,45	2,20	2,57	2,38
3218	Céleri rémoulade	2,64	2,64	2,38	2,56	2,57	2,66
3302	Courgettes en rondelles	3,15	3,26	2,83	2,60	3,18	3,30
3303	Carottes en rondelles	4,49	4,49	4,11	4,08	4,36	4,46
3304	Poêlée Champêtre	4,83	4,90	4,59	4,76	4,88	4,88
OVOPRODUITS							
3180	Flan pâtissier	3,04	2,91	2,66	2,45	3,04	2,89
3181	Flan pâtissier	3,90	3,91	3,68	3,84	3,83	3,93
3182	Tarte salée chèvre tomate	3,05	3,11	2,89	2,99	3,00	3,08
3183	Quiche Lorraine	3,96	4,02	3,93	3,86	3,96	3,96
3223	Mayonnaise	2,93	2,92	2,70	2,63	2,89	2,93
3224	Crème anglaise	3,04	2,97	3,00	2,98	3,04	3,00
3225	Jaune d'œuf liquide	3,32	3,32	3,20	3,18	3,30	3,28
3226	Blanc d'œuf liquide	3,40	3,28	3,38	3,30	3,43	3,36
3227	Coule d'œuf entier	2,98	2,88	2,83	2,82	2,91	2,94
3249	Coule d'œuf entier	2,11	2,32	1,96	2,18	2,28	2,41
3250	Coule d'œuf entier	2,92	3,00	2,88	2,75	2,94	2,95
3296	Coule d'œuf	4,70	4,64	3,86	4,08	4,53	4,63
3297	Coule d'œuf	4,86	4,82	4,15	4,30	4,98	4,86
3301	Flan pâtissier	2,08	2,04	1,74	1,81	2,04	1,96

Annexe 5 – Graphiques de Mandel

Laboratory	h Ref level 1	h Ref level 2	h Ref level 3	h Alt level 1	h Alt level 2	h Alt level 3	h5%	h1%	h5%	h1%
A	1,53	1,08	0,34	0,73	1,41	2,77	1,97	2,9	-1,97	-2,9
B	1,33	0,53	-0,82	1,64	0,61	-0,40	1,97	2,9	-1,97	-2,9
C	-0,59	-0,36	-0,31	0,00	-0,36	0,82	1,97	2,9	-1,97	-2,9
D	0,36	0,17	-0,31	0,52	0,58	0,57	1,97	2,9	-1,97	-2,9
E	-1,78	0,23	0,61	-1,03	1,04	0,02	1,97	2,9	-1,97	-2,9
F	-0,90	-0,26	-2,93	-0,43	-0,40	-2,27	1,97	2,9	-1,97	-2,9
G	0,94	-0,77	-0,01	0,19	-0,33	0,49	1,97	2,9	-1,97	-2,9
H	1,33	-1,59	-0,99	0,85	-1,24	-0,85	1,97	2,9	-1,97	-2,9
I	0,02	-0,17	1,86	0,00	-0,01	2,85	1,97	2,9	-1,97	-2,9
J	-0,02	1,79	0,01	-0,80	2,32	-0,53	1,97	2,9	-1,97	-2,9
L	-0,36	0,31	0,61	-1,08	0,01	-0,02	1,97	2,9	-1,97	-2,9
M	-0,46	-2,11	0,31	-0,99	-0,25	-0,02	1,97	2,9	-1,97	-2,9



Laboratory	k Ref level 1	k Ref level 2	k Ref level 3	k5%	K1%	k Alt level 1	k Alt level 2	k Alt level 3
A	0,32	0,00	2,12	1,83	2,57	0,19	0,61	1,41
B	0,68	0,00	1,35	1,83	2,57	0,15	0,72	0,69
D	0,67	0,11	0,52	1,83	2,57	0,20	0,31	1,50
E	1,00	1,18	0,52	1,83	2,57	0,77	0,76	0,28
F	0,33	0,97	0,00	1,83	2,57	2,11	0,00	0,83
G	1,20	0,21	0,69	1,83	2,57	0,68	0,71	0,57
H	0,00	0,34	1,00	1,83	2,57	0,00	0,09	0,89
I	0,68	2,07	0,35	1,83	2,57	0,72	0,69	0,32
J	0,40	0,31	1,14	1,83	2,57	0,20	1,07	1,00
K	1,66	2,28	0,00	1,83	2,57	1,49	1,50	0,20
L	1,07	2,49	0,00	1,83	2,57	0,53	1,02	0,31
M	0,89	0,70	0,48	1,83	2,57	1,29	1,46	0,31



Annexe 6 – Calculs statistiques

Level 1

Laboratories number (p)

12

Laboratory	Level 1		Mean	si	Deviation		h values	k values
	Ref							
A	2,079	2,114	2,097	0,02	-0,017	0,017	1,529	0,325
B	2,041	2,114	2,078	0,05	-0,036	0,036	1,326	0,678
C	1,934	1,863	1,899	0,05	0,036	-0,036	-0,594	0,665
D	2,041	1,934	1,988	0,08	0,053	-0,053	0,362	0,999
E	1,771	1,806	1,789	0,02	-0,018	0,018	-1,780	0,330
F	1,806	1,934	1,870	0,09	-0,064	0,064	-0,901	1,200
G	2,041	2,041	2,041	0,00	0,000	0,000	0,936	0,000
H	2,114	2,041	2,078	0,05	0,036	-0,036	1,326	0,678
I	1,934	1,978	1,956	0,03	-0,022	0,022	0,020	0,404
J	1,863	2,041	1,952	0,13	-0,089	0,089	-0,020	1,665
K	1,863	1,978	1,921	0,08	-0,057	0,057	-0,362	1,069
L	1,959	1,863	1,911	0,07	0,048	-0,048	-0,462	0,895

m

1,9542344

n=2*p

Cn(2p)
Cn(p)
n
f
l

1,918
1,6875
24
13
78

n=p

n
f
l
Qn(2p)
Qn(p)
Qwithin
Qbetween

12
7
21
0,02788391
0,05516961
0,05349
0,09310

Sr(repeatability standard deviation)
RSDr(variation coefficient of repeatability)
r(repeatability limit)

0,0756
3,87%
0,2118

SL²(between laboratories standard deviation)
SR(reproducibility standard deviation)
RSDR(variation coefficient of reproducibility)
R(reproducibility limit)

0,00581
0,1074
0,055
0,3006

Laboratory	Level 1		Mean	si	Deviation		h values	k values	D
	Alt								
A	2,079	2,041	2,060	0,03	0,019	-0,019	0,731	0,187	-0,036
B	2,146	2,176	2,161	0,02	-0,015	0,015	1,644	0,149	0,083
C	2,000	1,959	1,980	0,03	0,020	-0,020	0,000	0,203	0,081
D	2,114	1,959	2,036	0,11	0,077	-0,077	0,516	0,768	0,049
E	2,079	1,653	1,866	0,30	0,213	-0,213	-1,026	2,112	0,078
F	1,863	2,000	1,932	0,10	-0,068	0,068	-0,433	0,678	0,061
G	2,000	2,000	2,000	0,00	0,000	0,000	0,185	0,000	-0,041
H	2,146	2,000	2,073	0,10	0,073	-0,073	0,847	0,724	-0,005
I	2,000	1,959	1,980	0,03	0,020	-0,020	0,000	0,203	0,023
J	1,740	2,041	1,891	0,21	-0,151	0,151	-0,802	1,492	-0,061
K	1,914	1,806	1,860	0,08	0,054	-0,054	-1,082	0,534	-0,061
L	2,000	1,740	1,870	0,18	0,130	-0,130	-0,990	1,287	-0,041

m

1,97952

Accuracy

n=2*p

Cn(2p)
Cn(p)
n
f
l

1,918
1,6875
24
13
78

n=p

n
f
l
Qn(2p)
Qn(p)
Qwithin
Qbetween

12
7
21
0,0525847
0,065465
0,10087
0,11047

Sr
RSDr
r

0,1426
7,21%
0,3994

SL²
SR
RSDR
R

0,00203
0,1496
0,076
0,4189

median D

0,0094
Cp
1,6875
Qn(D)
0,031671
Qdiff
0,05344598
t
0,49

Level 2

Laboratories number (p)

12

Laboratories	Level 1		Mean	si	Deviation		h values	k values
	Ref							
A	3,079	3,079	3,079	0,00	0,000	0,000	1,082	0,000
B	3,041	3,041	3,041	0,00	0,000	0,000	0,532	0,000
C	2,978	2,982	2,980	0,00	-0,002	0,002	-0,362	0,107
D	2,991	3,041	3,016	0,04	-0,025	0,025	0,167	1,179
E	3,041	3,000	3,021	0,03	0,021	-0,021	0,231	0,973
F	2,982	2,991	2,987	0,01	-0,004	0,004	-0,264	0,210
G	2,959	2,944	2,952	0,01	0,007	-0,007	-0,773	0,342
H	2,851	2,940	2,895	0,06	-0,044	0,044	-1,594	2,074
I	3,000	2,987	2,993	0,01	0,007	-0,007	-0,167	0,311
J	3,079	3,176	3,128	0,07	-0,048	0,048	1,788	2,277
K	2,973	3,079	3,026	0,07	-0,053	0,053	0,310	2,492
L	2,875	2,845	2,860	0,02	0,015	-0,015	-2,108	0,704

m

3,00484762

n=2*p

Cn(28)	1,918
Cn(14)	1,6875
n	24
f	13
l	78

n=p

n	12
f	7
l	21
Qn(28)	0,011092
Qn(14)	0,0406989
Qwithin	0,02128
Qbetween	0,06868

Sr(repeatability standard deviation)	0,0301
RSDr(variation coefficient of repeatability)	1,00%
r(repeatability limit)	0,0842

SL ² (between laboratories standard deviation)	0,00426
SR(reproducibility standard deviation)	0,0719
RSDR(variation coefficient of reproducibility)	0,024
R(reproducibility limit)	0,2013

Laboratories	Level 1		Mean	si	Deviation		h values	k values	D
	Alt								
A	3,079	3,146	3,113	0,05	-0,033	0,033	1,406	0,609	0,03
B	3,079	3,000	3,040	0,06	0,040	-0,040	0,607	0,720	0,00
C	2,934	2,968	2,951	0,02	-0,017	0,017	-0,357	0,309	-0,03
D	2,996	3,079	3,037	0,06	-0,042	0,042	0,583	0,760	0,02
E	3,079	3,079	3,079	0,00	0,000	0,000	1,040	0,000	0,06
F	2,987	2,908	2,948	0,06	0,039	-0,039	-0,399	0,712	-0,04
G	2,949	2,959	2,954	0,01	-0,005	0,005	-0,327	0,088	0,00
H	2,833	2,908	2,870	0,05	-0,038	0,038	-1,243	0,691	-0,02
I	3,041	2,924	2,983	0,08	0,059	-0,059	-0,014	1,066	-0,01
J	3,114	3,279	3,196	0,12	-0,082	0,082	2,321	1,500	0,07
K	2,929	3,041	2,985	0,08	-0,056	0,056	0,014	1,019	-0,04
L	2,881	3,041	2,961	0,11	-0,080	0,080	-0,252	1,461	0,10

m

2,98412

Accuracy

n=2*p

Cn(28)	1,918
Cn(14)	1,6875
n	24
f	13
l	78

n=p

n	12
f	7
l	21
Qn(28)	0,028647702
Qn(14)	0,0541848
Qwithin	0,05495
Qbetween	0,09144

Sr	0,0777
RSDr	2,60%
r	0,2176

SL ²	0,00534
SR	0,1067
RSDR	0,036
R	0,2987

median D	0,0003
Cp	1,6875
Qn(D)	0,028570
Qdiff	0,04821309
t	0,02

Level 3

Laboratories number (p)

12

Laboratories	Level 1		Mean	si	Deviation		h values	k values
	Ref							
A	4,146	3,978	4,062	0,12	0,084	-0,084	0,336	2,121
B	4,041	3,934	3,988	0,08	0,053	-0,053	-0,824	1,346
C	4,000	4,041	4,021	0,03	-0,021	0,021	-0,310	0,521
D	4,041	4,000	4,021	0,03	0,021	-0,021	-0,310	0,521
E	4,079	4,079	4,079	0,00	0,000	0,000	0,607	0,000
F	3,881	3,826	3,853	0,04	0,027	-0,027	-2,933	0,689
G	4,079	4,000	4,040	0,06	0,040	-0,040	-0,014	0,997
H	3,991	3,964	3,978	0,02	0,014	-0,014	-0,988	0,346
I	4,114	4,204	4,159	0,06	-0,045	0,045	1,859	1,136
J	4,041	4,041	4,041	0,00	0,000	0,000	0,014	0,000
K	4,079	4,079	4,079	0,00	0,000	0,000	0,607	0,000
L	4,041	4,079	4,060	0,03	-0,019	0,019	0,310	0,476

m

4,04049165

n=2*p

Cn(2p)	1,918
Cn(p)	1,6875
n	24
f	13
l	78

n=p

n	12
f	7
l	21
Qn(2p)	0,020696
Qn(p)	0,0377886
Qwithin	0,03970
Qbetween	0,06377

Sr(repeatability standard deviation)	0,0561
RSDr(variation coefficient of repeatability)	1,39%
r(repeatability limit)	0,1572

SL ² (between laboratories standard deviation)	0,00249
SR(reproducibility standard deviation)	0,0751
RSDR(variation coefficient of reproducibility)	0,019
R(reproducibility limit)	0,2103

Laboratories	Level 1		Mean	si	Deviation		h values	k values	D
	Alt								
A	4,301	4,114	4,207	0,13	0,094	-0,094	2,772	1,410	0,146
B	4,041	3,949	3,995	0,07	0,046	-0,046	-0,402	0,694	0,007
C	3,978	4,176	4,077	0,14	-0,099	0,099	0,818	1,495	0,056
D	4,041	4,079	4,060	0,03	-0,019	0,019	0,569	0,285	0,040
E	3,968	4,079	4,024	0,08	-0,055	0,055	0,023	0,834	-0,055
F	3,908	3,833	3,870	0,05	0,038	-0,038	-2,272	0,573	0,017
G	4,114	3,996	4,055	0,08	0,059	-0,059	0,487	0,892	0,015
H	3,987	3,944	3,966	0,03	0,021	-0,021	-0,848	0,319	-0,012
I	4,146	4,279	4,212	0,09	-0,066	0,066	2,847	1,000	0,053
J	3,973	4,000	3,987	0,02	-0,013	0,013	-0,534	0,203	-0,055
K	4,000	4,041	4,021	0,03	-0,021	0,021	-0,023	0,312	-0,058
L	4,000	4,041	4,021	0,03	-0,021	0,021	-0,023	0,312	-0,040

m

4,02226

Accuracy

n=2*p

Cn(2p)	1,918
Cn(p)	1,6875
n	24
f	13
l	78

n=p

n	12
f	7
l	21
Qn(2p)	0,034580604
Qn(p)	0,0395906
Qwithin	0,06633
Qbetween	0,06681

Sr	0,0938
RSDr	2,33%
r	0,2627

SL ²	0,00006
SR	0,0941
RSDR	0,023
R	0,2636

median D	0,0113
Cp	1,6875
Qn(D)	0,036356
Qdiff	0,06135209
t	0,51