

CONFIDENTIEL

**Certification pour la marque NF VALIDATION
de la méthode**

COMPASS[®] cc Agar

**pour la recherche et le dénombrement
des *E. coli* et des bactéries coliformes dans les eaux
destinées à la consommation humaine**

Rapport de synthèse

SOMMAIRE

1	PRINCIPE ET PROTOCOLE DE LA METHODE.....	3
1.1	PRINCIPE DU MILIEU	3
1.2	PROTOCOLE.....	3
1.3	DOMAINE D'APPLICATION	4
1.4	METHODE DE REFERENCE	4
2	ETUDE COMPARATIVE	5
2.1	EVALUATION DE LA SELECTIVITE	5
2.1.1	<i>Protocoles d'essai</i>	5
2.1.2	<i>Résultats et conclusion</i>	5
2.2	LINEARITE	6
2.2.1	<i>Nature des essais</i>	6
2.2.2	<i>Résultats bruts et interprétation statistique</i>	6
2.3	EXACTITUDE RELATIVE	8
2.3.1	<i>Nature des essais</i>	8
2.3.2	<i>Contamination artificielle des échantillons et pourcentage</i>	9
2.3.3	<i>Résultats bruts et interprétation statistique</i>	9
2.3.4	<i>Synthèse des résultats</i>	11
2.3.5	<i>Commentaires</i>	12
2.4	LIMITES DE DETECTION ET DE QUANTIFICATION	13
2.4.1	<i>Résultats obtenus dans les eaux traitées</i>	13
2.4.2	<i>Résultats obtenus dans les eaux non traitées</i>	13
2.4.3	<i>Conclusion</i>	14
2.5	PRATICABILITE.....	14
3	ETUDE INTERLABORATOIRE.....	16
3.1	MISE EN ŒUVRE.....	16
3.2	MODALITES DE PREPARATION ET DE CONTAMINATION DES ECHANTILLONS	16
3.3	ELEMENTS NECESSAIRES A LA REALISATION DES ESSAIS PAR LES LABORATOIRES COLLABORATEURS	16
3.4	CONTROLE DES PARAMETRES EXPERIMENTAUX	17
3.4.1	<i>Taux de contamination et stabilité des échantillons</i>	17
3.4.2	<i>Stabilité des échantillons</i>	17
3.5	TEMPERATURE RECEPTION ET DELAIS DE RECEPTION.....	17
3.5.1	<i>Analyse des courbes de suivi de température au cours du transport</i>	17
3.5.2	<i>Températures à réception et délais de réception</i>	17
3.5.3	<i>Conclusion</i>	18
3.6	RESULTATS DES ANALYSES	18
3.6.1	<i>Dénombrement des germes revivifiables</i>	18
3.6.2	<i>Résultats obtenus par le laboratoire expert</i>	18
3.6.3	<i>Résultats obtenus par les laboratoires collaborateurs</i>	19
3.6.4	<i>Conclusion</i>	21
3.7	INTERPRETATION STATISTIQUE.....	21
3.7.1	<i>Calcul des valeurs cibles de référence, des critères de fidélité et de justesse</i>	21
3.7.2	<i>Calcul de l'intervalle de tolérance</i>	22
3.7.3	<i>Profils d'exactitude</i>	22
4	CONCLUSION	24

Etude proposée par :

EUROFINS IPL Nord
1 rue du Professeur Calmette
59046 LILLE CEDEX
FRANCE

pour :

SOLABIA S.A.S.
29, rue Delizy
93698 Pantin Cedex
France

en vue de la certification selon le référentiel « Protocole de validation d'une méthode alternative commerciale par rapport à une méthode de référence » (révision 1) adopté par AFNOR Certification en mai 2010, de la méthode COMPASS[®] cc Agar pour le recherche et dénombrement des *Escherichia coli* et des bactéries coliformes dans les eaux destinées à la consommation humaine à faible teneur en MES, traitées ou non, par rapport à la méthode de référence NF EN ISO 9308-1 : 2000.

1 Principe et protocole de la méthode

1.1 Principe du milieu

Le milieu COMPASS[®] cc Agar est un milieu chromogène sélectif qui permet le dénombrement direct (sans confirmation) et simultané, des *Escherichia coli* et des coliformes totaux, après une étape de filtration sur membrane.

Le principe du milieu repose sur la détection simultanée de deux activités enzymatiques spécifiques : la β -galactosidase (β -gal) et la β -D-glucuronidase (GUD) par deux substrats chromogènes.

- Les bactéries appartenant au groupe des coliformes se distinguent par la production d'une β -galactosidase (β -gal). Cette enzyme réagit avec le mélange chromogène pour former un précipité de couleur rose.
- Toutes les souches d'*Escherichia coli* possèdent une β -galactosidase et 94 à 97 % d'entre elles possèdent également une β -glucuronidase. La présence de cette enzyme est révélée par la présence d'un composé de couleur bleue. L'action simultanée des deux enzymes fait apparaître les colonies d'*Escherichia coli* en bleu violet.

Un mélange spécial de peptones favorise la croissance des coliformes.

Le système tampon permet d'avoir des conditions optimales pour les réactions enzymatiques.

Le système sélectif permet d'inhiber les espèces potentiellement interférentes.

Finalement, le résultat de l'analyse permet de distinguer les coliformes (β -gal +/GUD-), colonies roses, et les *E. coli* (β -gal+/GUD+), colonies bleues violettes en raison de la superposition des couleurs.

1.2 Protocole

Le protocole est composé des étapes suivantes :

- Filtration d'un volume déterminé de l'échantillon à tester (100 mL pour une eau de réseau, 250 mL pour une eau embouteillée) sur membrane de porosité nominale 0,45 μ m.
- Dépôt de la membrane à la surface d'une gélose COMPASS[®] cc Agar.
- Incubation des boîtes ensemencées à **36 \pm 2°C** pendant **24 \pm 3 heures**.
- Lecture des boîtes :
 - colonies roses = Coliformes (β -gal+) autres que *E. coli*
 - colonies bleu-violet = *E. coli* (β -gal+/GUD+)

Le dénombrement des coliformes (sans *E. coli*) s'obtient en faisant la somme des colonies roses.

Le dénombrement des ***E. coli*** s'obtient en faisant la somme des colonies bleues à violettes.

Le dénombrement des **coliformes totaux** s'obtient en faisant la somme des colonies roses **et** des colonies bleues à violettes.

Dans le cadre de l'étude, le temps d'incubation minimum de 21 heures a été suivi.

Un schéma de la méthode est présenté en annexe A.

1.3 Domaine d'application

- Eaux destinées à la consommation humaine à faible teneur en matières en suspension (MES), traitées ou non :
 - Catégorie 1a : eaux traitées à faible teneur en MES :
Eaux de réseau de distribution
 - Catégorie 2a : eaux non traitées à faible teneur en MES :
Eau minérale
Eau de source
Eau de puits/souterraine

1.4 Méthode de référence

L'étude comparative a été réalisée par rapport à la méthode de référence NF EN ISO 9308-1 : 2000 « Qualité de l'eau : Recherche et dénombrement des *Escherichia coli* et des bactéries coliformes – Partie 1 : Méthode par filtration sur membrane ».

Cette partie de la norme ISO 9308 est recommandée pour les eaux désinfectées, et autres eaux potables, ne contenant qu'un petit nombre de bactéries, en raison du caractère peu sélectif de cette méthode, (la flore bactérienne peut perturber la fiabilité du dénombrement des bactéries coliformes et des *E. coli*).

L'essai standard consiste en une filtration sur membrane, suivie d'une mise en culture sur une gélose de différenciation et d'un calcul du nombre de micro-organismes cibles présents dans l'échantillon.

Note: L'utilisation d'une membrane de filtration supplémentaire pour incubation à 44°C peut permettre de contourner le problème de flore interférente

Le schéma de la méthode figure en annexe A.

2 Etude comparative

2.1 Evaluation de la sélectivité

La sélectivité est définie comme une mesure du degré de non-interférence en présence d'analytes non ciblés. Une méthode est sélective si elle peut être utilisée pour détecter l'analyte recherché et s'il est certain que le signal détecté peut être généré uniquement par l'analyte concerné.

La sélectivité est dite inclusive si la méthode alternative permet de détecter l'analyte cible dans une large gamme de souches.

La sélectivité est dite exclusive si la méthode alternative détecte un manque d'interférence pour une large gamme de souches non cibles.

Ainsi, l'objectif de cette étude est de s'assurer que tous les *E. coli* et tous les coliformes sont détectés, et qu'il n'existe pas de réactions croisées avec d'autres germes.

L'inclusivité et l'exclusivité de la méthode ont été définies par l'analyse, respectivement :

- de 21 souches d'*E. coli* et 24 souches de coliformes autres que *E. coli* (germes cibles)
- et de 32 souches de germes interférents (souches non cibles).

2.1.1 Protocoles d'essai

Protocole pour l'inclusivité

Chaque souche d'*E. coli* ou de coliformes a été cultivée en bouillon TCS (20 h à 37°C), puis diluée en tryptone-sel, afin d'obtenir entre 10 et 100 cellules dans 100 mL avant réalisation de la méthode COMPASS® cc Agar.

Protocole pour l'exclusivité

Les différentes souches étudiées ont été cultivées et diluées en bouillon TCS (20 h à 37°C), afin d'obtenir entre 10³-10⁵ bactéries dans 100 mL avant réalisation de l'analyse selon la méthode COMPASS cc Agar.

Au cours de cette étude, les souches ont été testées en simple, et en cas de résultat discordant par rapport à celui attendu, un nouvel essai a été réalisé avec, en parallèle, la méthode de référence et la méthode COMPASS cc Agar.

2.1.2 Résultats et conclusion

Les résultats détaillés sont présentés en annexe B.

Les 21 souches d'*E. coli* testées ont été détectées par la méthode COMPASS® cc Agar à l'exception d'une souche d'eau de source (EC20e, Bruille St Amand) donnant des colonies roses non caractéristiques de *E. coli* (β -gal+/GUD-), mais caractéristiques de coliformes. Sur TTC-tergitol, les colonies étaient caractéristiques (lactose +). A l'opposé une autre souche d'eau de source (EC14e, Bruille St Amand) non caractéristique sur TTC apparaît caractéristique sur COMPASS® cc Agar.

Note : Une souche d'*E. coli* (EC11e, Lac de Waziers) a donné sur COMPASS® cc Agar des colonies violettes uniquement sous la membrane, bien caractéristiques des *E. coli* (β -gal+/GUD+).

Sur les 24 souches de coliformes autres qu'*E. coli*, deux souches d'*Hafnia alvei*, d'origine alimentaire n'ont pas été détectées. Ces souches ont donné des colonies blanches non caractéristiques (β -gal+/GUD-) sur COMPASS® cc Agar. Sur gélose TTC-tergitol, des colonies non caractéristiques ont également été observées.

Parmi les 32 souches non cibles testées, 3 souches ont été détectées par la méthode COMPASS® cc Agar :

- une souche d'*Erwinia* spp d'origine alimentaire (colonies caractéristiques roses (β -gal+/GUD-) sur COMPASS® cc Agar et non caractéristiques sur TTC-tergitol).
- une souche de *Salmonella enterica* subsp. *Diarizonae*, de boue de station d'épuration (colonies caractéristiques violettes (β -gal+/GUD+) sur COMPASS® cc Agar, et non caractéristiques sur TTC-tergitol).
- une souche de *Shigella sonnei* d'origine alimentaire (colonies caractéristiques roses (β -gal+/GUD-) sur COMPASS® cc Agar, et non caractéristiques sur TTC-tergitol).

Les 29 autres souches n'ont pas donné d'aspect caractéristique sur milieu COMPASS® cc Agar, soit elles n'ont pas cultivé (14 souches), soit elles ont donné des colonies non caractéristiques (15 souches).

Conclusion

Les résultats d'inclusivité sont satisfaisants.

En exclusivité, des réactions croisées ont été observées avec une souche de *Salmonella* possédant des activités β -galactosidase et β -glucuronidase (β -gal+/GUD+), et 2 souches (*Shigella sonnei*, *Erwinia* spp.) possédant une activité β -galactosidase de (β -gal+/GUD-).

2.2 Linéarité

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

2.2.1 Nature des essais

La validation s'applique à l'ensemble du domaine d'application de la méthode alternative à savoir les eaux de consommation humaine.

Trois types d'eaux ont été choisis dans les catégories d'eaux à faible taux de matières en suspension (MES), de manière à déterminer trois niveaux de contamination par catégorie incluant les taux rencontrés habituellement dans ces eaux, et incluant les limites réglementaires, si elles existent, et le maximum du domaine d'application. Les eaux et les souches étudiées sont présentées dans le tableau suivant.

Type d'eaux	Souche	Origine de la souche
Eau de réseau	<i>E. coli</i> (réf. EC3e)	Eau de réseau, Bruille St Amand (59)
Eau embouteillée	<i>E. coli</i> (réf. EC2e)	Eau de puits, Lille (59)
Eau de source non embouteillée	<i>Citrobacter youngae</i> (réf. Cit4e)	Eau de forage, Paillencourt

Les niveaux de contamination ont été répartis entre 5 et 200 germes dans 100 ou 250 mL selon le type d'eau, en ciblant:

- pour le niveau 1 : 5 à 10 germes /100 mL ou germes /250 mL
- pour le niveau 2 : 20 à 50 germes /100 mL ou germes /250 mL
- pour le niveau 3 : 50 à 100 germes /100 mL ou germes /250 mL
- pour le niveau 4 : 100 à 150 germes /100 mL ou germes /250 mL

Chaque échantillon par niveau a été dupliqué, en réalisant deux séries de dilutions, et analysé par la méthode alternative et par la méthode de référence.

Au total, 6 analyses par type d'eau, soit 24 analyses au total, ont été réalisées.

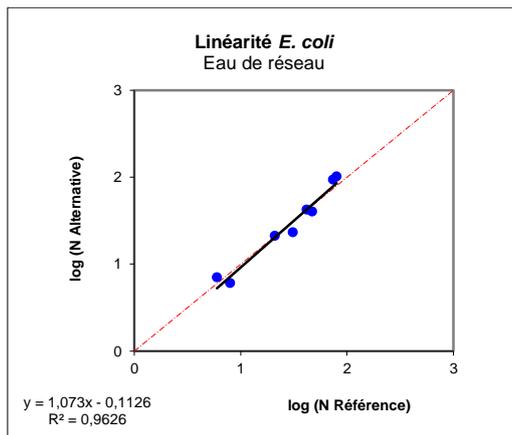
2.2.2 Résultats bruts et interprétation statistique

Les résultats bruts figurent en annexe C.

Un graphique bidimensionnel avec les valeurs obtenues suite à l'analyse de chaque échantillon a été tracé pour chaque type d'eau testé. L'axe vertical (y) représente la méthode alternative, et l'axe horizontal (x) la méthode de référence. Les dénombrements sont exprimés en log N (UFC/100 ml).

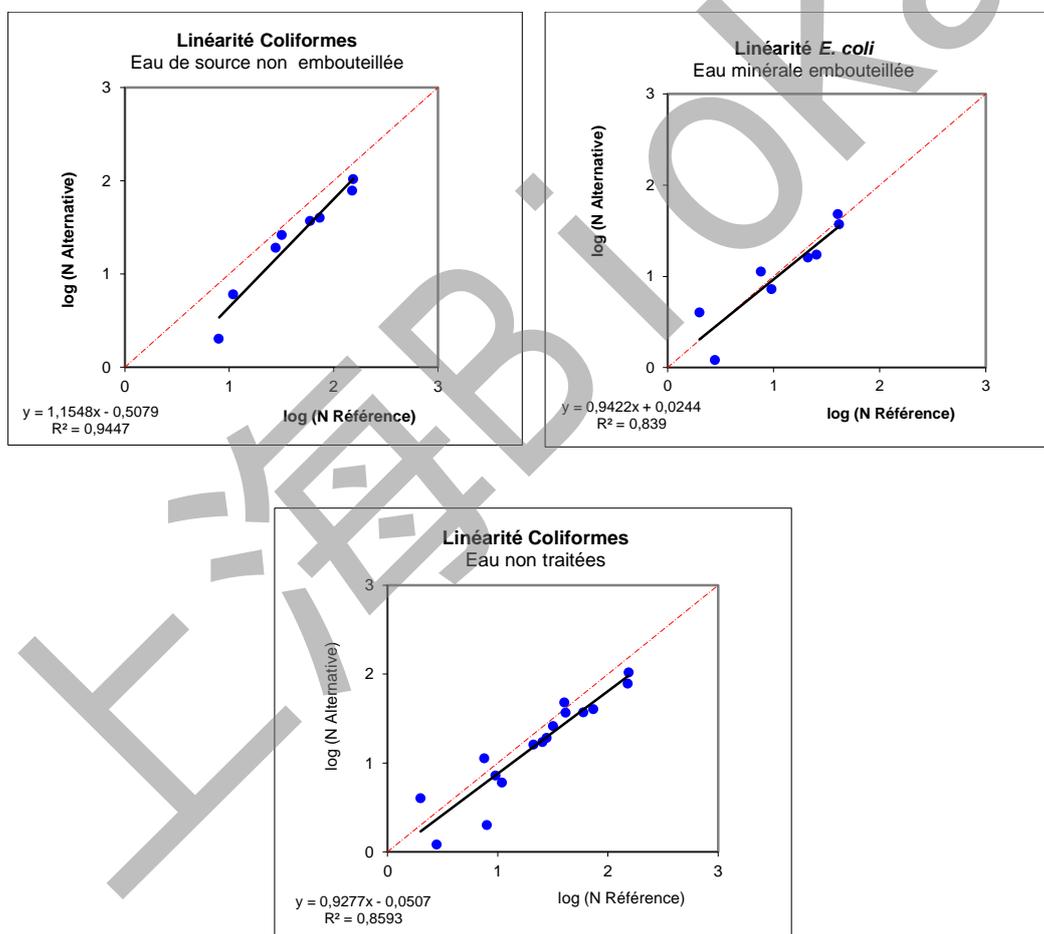
2.2.2.1 Graphiques bidimensionnels en log N (UFC/100 mL)

Eaux traitées (1a) :



N.B. : la droite représentée est la première bissectrice ($y=x$).

Eaux non traitées (2a) :



N.B. : la droite représentée est la première bissectrice ($y=x$).

2.2.2.2 Conclusion

D'après les droites de régression obtenues, la linéarité apparaît satisfaisante sur le domaine d'application. Les droites sont caractérisées par une pente proche de 1 et une ordonnée à l'origine proche de 0.

D'un point de vue descriptif, aucun point aberrant n'est mis en évidence, pour l'eau de réseau quel que soit le niveau de contamination testé.

Pour l'eau de source (non embouteillée), la linéarité apparaît satisfaisante même si elle présente une ordonnée à l'origine de -0,5, qui se traduit par une sous-estimation des résultats de la méthode alternative.

Pour les eaux embouteillées, la linéarité est satisfaisante. Il faut toutefois noter une dispersion des résultats plus importante aux faibles taux de contamination, pour les valeurs de l'ordre de 0,71 germes/100 mL.

2.3 Exactitude relative

L'exactitude définie dans le protocole général (mai 2010) est l'écart de l'accord entre le résultat d'essai et la valeur de référence acceptée.

Et, l'exactitude relative est le niveau de correspondance entre la réponse obtenue avec la méthode de référence et la réponse obtenue avec la méthode alternative sur les mêmes échantillons. La valeur de référence acceptée est choisie comme étant la valeur obtenue par la méthode de référence.

2.3.1 Nature des essais

L'objectif de cette étude est de comparer les performances des deux méthodes : la méthode de référence NF EN ISO 9308-1 :2000 et la méthode COMPASS[®] cc Agar, sur des échantillons naturellement contaminés et non contaminés en *E. coli* et en coliformes.

Chaque échantillon est analysé en double par la méthode alternative et par la méthode de référence.

Trois types d'eau ont été étudiés en parallèle avec la méthode de référence et la méthode alternative.

Les types proposés étaient les suivants :

- Catégorie 1a : eaux traitées à faible teneur en MES :
 - Eaux de réseau de distribution
- Catégorie 2a : eaux non traitées à faible teneur en MES :
 - Eaux embouteillées : eau minérale, eau de source,
 - Eaux non embouteillées : eaux de source, eau de puits, eaux souterraines,

Pour chaque type d'eau testée, 20 échantillons doivent être analysés en duplicate avec chacune des méthodes, soit 40 analyses au total par catégorie afin d'obtenir au moins 20 résultats exploitables de manière à couvrir la gamme de contaminations habituellement rencontrées.

Au total, 189 échantillons d'eau ont été analysés, de manière à obtenir au moins 20 résultats exploitables par méthode et par paramètre recherché. Ils se répartissent comme suit :

Type	Echantillons analysés	Echantillons exploités	
		<i>E. coli</i>	Coliformes totaux
Eaux de réseau	66	20	20
Eaux embouteillées	48	20	20
Eaux non embouteillées	75	20	22
TOTAL	189	60	62

Parmi les échantillons pour lesquels les résultats n'étaient pas interprétables, il y avait :

- des échantillons qui présentaient des dénombrements ininterprétables sur la gélose TTC de la norme, par la présence d'une flore interférente importante (5 échantillons),
- des échantillons qui présentaient des dénombrements supérieurs à 100 UFC/100 mL ou 250 mL par l'une ou l'autre des 2 méthodes (11 échantillons),
- des échantillons qui présentaient des dénombrements <1 UFC/100 mL par l'une ou l'autre des méthodes,
- des échantillons qui présentaient des résultats interprétables mais dont le stress n'a pas pu être validé.

2.3.2 Contamination artificielle des échantillons et pourcentage

Dans le cadre de cette étude de validation, des contaminations artificielles ont été nécessaires afin d'obtenir l'ensemble des échantillons d'eau positifs, soit un pourcentage de contamination artificielle de 100%, quel que soit le paramètre.

Des contaminations artificielles ont été réalisées, en utilisant :

- des suspensions contaminantes contenant des *E. coli* ou des coliformes,
- ou des eaux naturellement contaminées (contamination par mélange pour les eaux de réseau et les eaux de source).

Pour la préparation des suspensions contaminantes, les souches utilisées ont été préalablement stressées, selon les règles définies dans les exigences éditées par AFNOR Certification.

2.3.3 Résultats bruts et interprétation statistique

Chaque échantillon a été analysé en double par la méthode alternative et la méthode de référence.

Les résultats bruts figurent en annexe D et les calculs statistiques sont présentés en annexe E.

Selon la norme NF EN ISO 16140, un graphique bidimensionnel avec les valeurs obtenues suite à l'analyse de chaque échantillon par les 2 méthodes a été tracé. A priori, l'axe vertical (y) est utilisé pour la méthode alternative et l'axe horizontal (x) est utilisé pour la méthode de référence. Les données ont ensuite été testées par un programme de régression linéaire, afin de déterminer la valeur de l'intercept (a) et la valeur de la pente (b). La relation d'exactitude relative est évaluée avec le modèle : $y = bx + a$.

Pour chacune des méthodes, les écarts-type de répétabilité ont été calculés ($sr(x)$ et $Rob.sr(x)$ & $sr(y)$ et $Rob.sr(y)$). En fonction du rapport de ces écarts-type $R = sr(y) / sr(x)$ et $Rob.R = Rob.sr(y) / Rob.sr(x)$, la régression linéaire à utiliser pour l'interprétation est définie dans la norme NF EN ISO 16140.

Valeurs de R	Régression utilisée	Notation
$R > 2$	Régression linéaire par moindres carrés ordinaires	OLS
$R < \frac{1}{2}$	Régression linéaire par moindres carrés ordinaires, en inversant les axes (axe vertical utilisé pour la méthode de référence et l'axe horizontal, pour la méthode alternative)	OLS avec x y (OLS2)
$\frac{1}{2} < R < 2$	Régression linéaire orthogonale	GMFR

Afin de vérifier si l'exactitude relative est satisfaisante, les deux hypothèses suivantes doivent être vérifiées au risque $\alpha = 5\%$:

- Ordonnée à l'origine (ou intercept) {a=0}

La méthode alternative présente un biais systématique par rapport à la méthode de référence :

- si la valeur $t = a / S_a$ avec (q-2) degrés de liberté est supérieure à la valeur critique $T_{critique}$, obtenue dans la table de Student, ou
- si la probabilité $p\{a=0\} < \alpha (=0.05)$, $p\{a=0\}$ étant défini par la loi de Student

- Pente {b=1}

La méthode alternative présente un biais systématique par rapport à la méthode de référence :

- la valeur $t = (b-1) / S_b$ avec (q-2) degrés de liberté est supérieure à la valeur critique $T_{critique}$, obtenue dans la table de Student, ou
- si la probabilité $p\{b=1\} < \alpha (=0.05)$, $p\{b=1\}$ étant défini par la loi de Student

Les graphiques bidimensionnels représentant les valeurs brutes obtenues pour les échantillons analysés, toutes catégories confondues et par catégorie d'eaux, ainsi que les interprétations statistiques sont présentées ci-dessous.

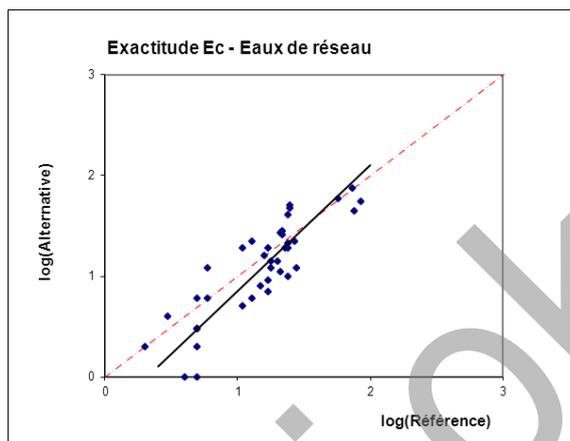
Les graphiques représentent les valeurs obtenues après 18 heures d'incubation pour la méthode alternative.

Les interprétations statistiques ont été réalisées avec les données obtenues après 18 heures d'incubation de la méthode alternative.

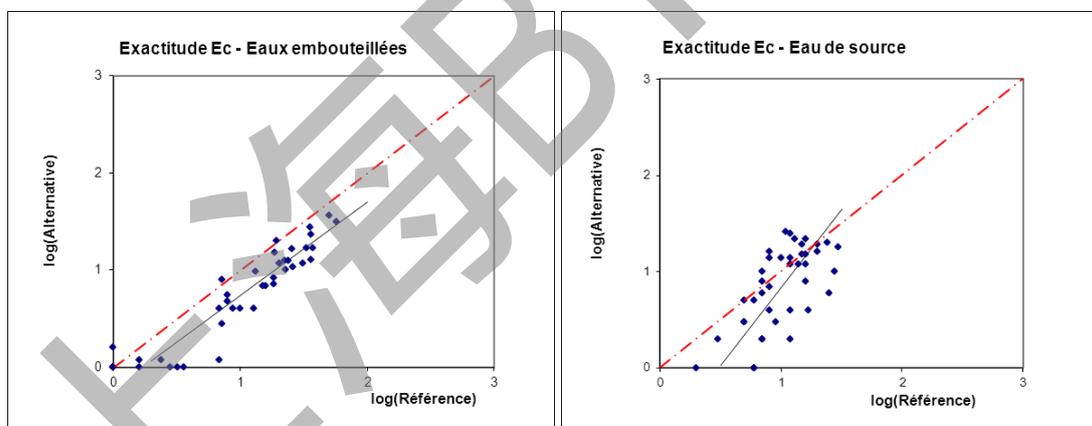
Les résultats des comptages par catégorie sont présentés sur les graphiques bidimensionnels (en log N et en UFC/100 mL) ci-après pour chaque paramètre testé :

- Présentation des valeurs individuelles des réplicats pour chaque type d'eaux:
 - Eau de source
 - Eau embouteillée
 - Eau de réseau
- Et représentation des valeurs individuelles des réplicats eaux de réseau (eaux traitées) et toutes eaux non traitées confondues (eaux de source et eaux embouteillées).

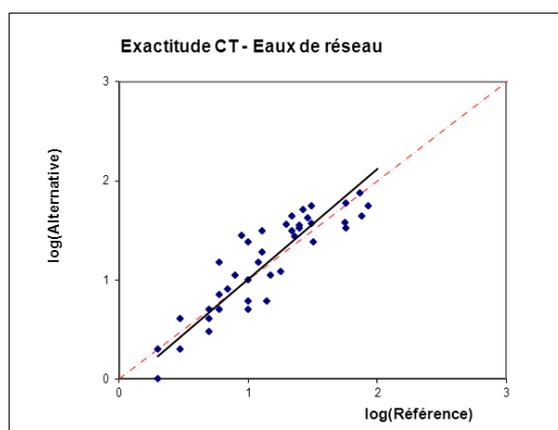
E. coli dans les eaux traitées



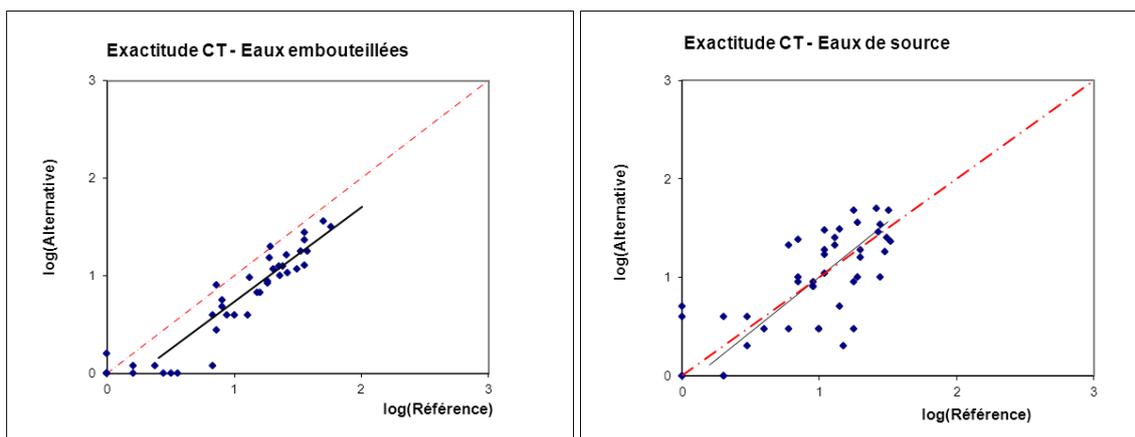
E. coli dans les eaux non traitées



Coliformes totaux dans les eaux traitées



Coliformes totaux dans les eaux non traitées



2.3.4 Synthèse des résultats

Les régressions utilisées, ainsi que les valeurs de a et de b obtenues et les conclusions associées sont reprises dans les tableaux suivants pour chaque paramètre :

Matrice	Rob.R	Régression utilisée	a	t(a)	p(t;a=0)%	b	t(b)	p(t;b=1)%	Conclusion
Eaux de source	1,66	GMFR	-0,782	2,570	1,9	1,618	2,114	4,8	{a=0} rejetée {b=1} rejetée
Eaux embouteillées	1,15	GMFR	-0,227	3,375	0,3	0,964	0,601	55,5	{a=0} rejetée {b=1} acceptée
Eaux non traitées	1,26	GMFR	-0,343	3,328	0,2	1,132	1,388	17,3	{a=0} rejetée {b=1} acceptée
Eaux de réseau (eaux traitées)	2,01	GMFR	-0,393	2,497	2,2	1,249	1,941	6,8	{a=0} rejetée {b=1} acceptée

Matrice	Rob.R	Régression utilisée	a	t(a)	p(t;a=0)%	b	t(b)	p(t;b=1)%	Conclusion
Eaux de source	0,65	GMFR	-0,110	0,604	55,2	1,115	0,662	51,5	{a=0} acceptée {b=1} acceptée
Eaux embouteillées	1,12	GMFR	-0,228	3,380	0,3	0,968	0,529	60,3	{a=0} rejetée {b=1} acceptée
Eaux non traitées	0,81	GMFR	-0,181	1,728	9,2	1,057	0,605	54,9	{a=0} acceptée {b=1} acceptée
Eaux de réseau (eaux traitées)	1,32	GMFR	-0,103	0,767	45,3	1,113	1,029	31,7	{a=0} acceptée {b=1} acceptée

Les graphiques représentant les droites de régression sont présentés en annexe H et les équations sont reprises dans les tableaux ci-dessous :

Eaux de source	$\log(\text{Alt}) = 1,618 \log(\text{Ref}) - 0,782$
Eaux embouteillées	$\log(\text{Alt}) = 0,964 \log(\text{Ref}) - 0,227$
Eaux non traitées	$\log(\text{Alt}) = 1,132 \log(\text{Ref}) - 0,343$
Eaux de réseau (eaux traitées)	$\log(\text{Alt}) = 1,249 \log(\text{Ref}) - 0,393$

Eaux de source	$\log(\text{Alt}) = 1,115 \log(\text{Ref}) - 0,110$
Eaux embouteillées	$\log(\text{Alt}) = 0,968 \log(\text{Ref}) - 0,228$
Eaux non traitées	$\log(\text{Alt}) = 1,057 \log(\text{Ref}) - 0,181$
Eaux de réseau (eaux traitées)	$\log(\text{Alt}) = 1,113 \log(\text{Ref}) - 0,103$

D'autres paramètres statistiques ont été calculés à partir des résultats d'exactitude relative :

- les écarts types de répétabilité de la méthode alternative et de la méthode de référence,
- le biais entre la méthode alternative et la méthode de référence.

Paramètre *E. coli*

Matrice	Répétabilité				Biais (D) en log (alternative-référence)		Domaine (en log/ 100 mL)
	Ecart-type de répétabilité robuste (Rob.s.)		Rob.r		moyen	Médian	
	Réf.	Alt.	Réf.	Alt.			
Eaux de source	0,108	0,179	0,302	0,503	-0,158	-0,172	0,0 – 1,5
Eaux embouteillées	0,072	0,083	0,202	0,232	-0,263	-0,285	0,0 – 1,8
Eaux non traitées	0,088	0,110	0,246	0,309	-0,211	-0,228	0,0 – 1,8
Eaux de réseau	0,083	0,167	0,232	0,467	-0,102	-0,105	0,0 – 1,9

Paramètre Coliformes

Matrice	Répétabilité				Biais (D) en log (alternative-référence)		Domaine (en log/ 100 mL)
	Ecart-type de répétabilité robuste (Rob.s.)		Rob.r		moyen	Médian	
	Réf.	Alt.	Réf.	Alt.			
Eaux de source	0,169	0,109	0,473	0,305	-0,000	-0,011	0,0 – 1,7
Eaux embouteillées	0,072	0,081	0,202	0,227	-0,260	-0,285	0,0 – 1,8
Eaux non traitées	0,108	0,087	0,302	0,244	-0,124	-0,170	0,0 – 1,8
Eaux de réseau	0,109	0,144	0,304	0,402	0,027	0,046	0,0 – 1,9

2.3.5 Commentaires

Paramètre *E. coli*

Les hypothèses sont partiellement acceptées pour les eaux de réseau et les eaux embouteillées à un risque $\alpha = 5$. Elles sont rejetées pour les eaux de source à un risque $\alpha = 5\%$.

Les écarts types de répétabilité varient avec le type d'eau mais restent inférieurs à 0,18 log (UFC/100 mL). Ils sont plus faibles avec la méthode de référence (compris entre 0,07 et 0,11 log (UFC/100mL)).

Le biais calculé entre la méthode alternative et la méthode de référence est compris entre -0,26 et -0,10 log(UFC/100 mL) (moyen) et entre -0,28 et -0,10 log(UFC/100 mL) (médian).

Paramètre Coliformes

Les hypothèses sont statistiquement acceptées pour les eaux de réseau et les eaux de source à un risque $\alpha = 5\%$. Elles le sont partiellement pour les eaux embouteillées.

Les écarts types de répétabilité calculés sont variés en fonction du type d'eau, ils sont compris entre 0,07 log (UFC/100 mL) et 0,17 log (UFC/100 mL) pour les 2 méthodes.

Le biais calculé entre la méthode alternative et la méthode de référence est nul pour les eaux de source, et il est compris entre -0,26 et 0,03 log(UFC/100 mL) pour le biais moyen, et entre -0,28 et 0,05 log(UFC/100 mL) pour le biais médian.

2.4 Limites de détection et de quantification

L'étude de la limite de détection a été étudiée selon la norme EN ISO 16140 à la demande du BT. Les limites de détection (LOD) et de quantification (LOQ) ont été déterminées par l'analyse d'une culture pure d'*E. coli* ou de coliforme autre qu'*E. coli* avec la méthode alternative dans les 3 matrices du domaine de validation (eaux de réseau, eaux embouteillées et eaux non embouteillées).

De manière générale, le niveau critique (LC) et la limite de détection (LOD) impliquent 2 types d'erreurs statistiques : α (détecter une différence qui n'existe pas (faux positif) et β (ne pas détecter une différence vraie (faux négatif)).

La puissance $1-\beta$ est la probabilité de détecter une valeur supérieure à LC.

Le niveau critique est $LC \approx 1,65.s_0$ (+ x_0 pour la méthode alternative), pour $\alpha = 5\%$ (et $1-\beta = 50\%$).

La limite de détermination (ou de quantification) est $LOQ = 10.s_0$ (+ x_0 pour la méthode alternative

La limite de détection est $LOD \approx 3,3.s_0$ (+ x_0 pour la méthode alternative), pour $\alpha = 5\%$ et $1-\beta = 95\%$.

La limite de détermination (ou de quantification) est $LOQ = 10.s_0$ (+ x_0 pour la méthode alternative).

Où s_0 = écart-type correspondant des déterminations
et x_0 = biais

Quatre à cinq niveaux d'inoculation ont été testés, avec six réplicats par niveau.

Les résultats détaillés figurent dans l'annexe F et sont synthétisés ci-dessous.

2.4.1 Résultats obtenus dans les eaux traitées

- Eau de réseau

Niveau (germes /100 mL)	Nombre d'échantillons « positifs »	Ecart-type s_0	Biais x_0 (médiane des x_{0i})
0,00	0/6		
0,52	2/6	0,52	0
1,05	4/6	0,75	1
1,83	6/6	1,33	3

A partir des valeurs s_0 et x_0 obtenues pour le premier niveau, la limite critique (LC), la limite de détection (LOD) et la limite de quantification (LOQ) ont été déterminées pour un échantillon de 100 mL:

	Formule	Valeur obtenue UFC/100 mL
LC	$1,65 s_0 + x_0$	2,24
LOD	$3,3 s_0 + x_0$	3,48
LOQ	$10 s_0 + x_0$	8,53

2.4.2 Résultats obtenus dans les eaux non traitées

- Eau de source

Niveau (germes /100 mL)	Nombre d'échantillons « positifs »	Ecart-type s_0	Biais x_0 (médiane des x_{0i})
0,00	0/6		
0,74	2/6	0,52	0
1,48	3/6	0,55	0,5
3,11	4/6	1,72	2
4,50	6/6	0,75	2

A partir des valeurs s_0 et x_0 obtenues pour le premier niveau, la limite critique (LC), la limite de détection (LOD) et la limite de quantification (LOQ) ont été déterminées dans 100 mL :

	Formule	Valeur obtenue UFC/100 mL
LC	$1,65 s_0 + x_0$	1,40
LOD	$3,3 s_0 + x_0$	2,31
LOQ	$10 s_0 + x_0$	5,98

- Eau embouteillée

Niveau (germes /250 mL)	Nombre d'échantillons « positifs »	Ecart-type s_0	Biais x_0 (médiane des x_{0i})
0,00	0/6		
0,72	2/6	0,52	0
1,44	3/6	1,51	1
3,95	6/6	1,63	3

A partir des valeurs s_0 et x_0 obtenues pour le premier niveau, la limite critique (LC), la limite de détection (LOD) et la limite de quantification (LOQ) ont été déterminées pour une prise d'essai de 250 mL, puis ont été rapportées à une prise d'essai de 100 mL :

	Formule	Valeur obtenue UFC/250 mL
LC	$1,65 s_0 + x_0$	3,48
LOD	$3,3 s_0 + x_0$	5,97
LOQ	$10 s_0 + x_0$	16,06

2.4.3 Conclusion

Les limites de détection et de quantification sont du même ordre de grandeur pour les eaux non traitées, (respectivement 2,3 et 6,1 UFC/100 mL). Elles sont plus élevées en présence d'eau traitée : la limite de détection est de l'ordre de 3,5 UFC/100mL et la limite de quantification de l'ordre de 8,5 UFC/100mL.

2.5 Praticabilité

La praticabilité est étudiée en fonction des 13 critères définis par le bureau technique en comparant la méthode de référence à la méthode alternative.

Les critères définis par l'AFNOR sont renseignés ci-dessous :

1. Mode de conditionnement des éléments de la méthode (cf notice)	Milieu pré-coulé prêt à l'emploi : les géloses COMPASS® cc Agar sont conditionnées en coffrets de 20 boîtes de Ø 55 mm.
2. Volume des réactifs (cf notice et emballage des flacons)	
3. Condition de stockage des éléments (cf notice) – Péréemption des produits non ouverts (cf notice)	Les boîtes pré-coulées doivent être conservées entre +2°C et +8°C à l'abri de la lumière. La date de péréemption et le numéro de lot sont mentionnés sur l'étiquette.
4. Modalités d'utilisation après première utilisation (cf notice)	Après ouverture du conditionnement, les géloses peuvent être stockées entre 2-8°C à l'abri de la lumière et utilisées jusqu'à la date d'expiration.
5. Equipements ou locaux spécifiques nécessaires (cf notice)	Configuration normale et matériel courant d'un laboratoire de microbiologie des eaux.
6. Réactifs prêts à l'emploi ou à reconstituer (cf notice)	/
7. Durée de formation de l'opérateur non initié à la méthode	Moins de 1 jour pour un opérateur formé aux techniques classiques de microbiologie des eaux.

8. Temps réel de manipulation – Flexibilité de la méthode par rapport au nombre d'échantillons à analyser

Etapas	Temps moyen pour un échantillon (min)		Temps moyen pour 30 échantillons (min)	
	Norme	Alternative	Norme	Alternative
Préparation, homogénéisation, prélèvement	1,0	1,0	20	20
Filtration	1,0	1,0	30	30
Ensemencement	0,5	0,5	10	10
Lectures et confirmation	1,0	0,5	25	13
Interprétation, et calculs	1,0	0,5	30	12
Total par échantillon	4,5	3,5	3,8	2,8

Ces temps correspondent aussi bien à des échantillons négatifs que positifs par la méthode alternative. L'intérêt de la méthode alternative réside ainsi dans l'absence de confirmation (milieu sélectif chromogène). De plus, les temps de manipulations sont réduits par rapport à la méthode de référence, qui nécessite de confirmer toutes les colonies typiques obtenues (présomption des coliformes et des *E. coli*) ou un nombre représentatif (au moins 10) à partir de la gélose TTC-Tergitol.

9. Délai d'obtention des résultats

Etape	Délai obtenu (Jour) COMPASS® cc Agar	Délai obtenu (Jour) NF EN ISO 9308-1
Préparation de l'échantillon	J0	J0
Filtration	J0	J0
Ensemencement des milieux	J0	J0
Lecture, interprétation et calculs	J1	J1 et J2
Obtention des résultats négatifs (si aucune colonie caractéristique)	J1	J2
Test de l'oxydase	/	J2 à J3
Test de l'indole	/	J2 à J3
Obtention des résultats négatifs (après confirmation négative si nécessaire)	J1	J2 à J3
Obtention des résultats positifs (confirmation des colonies caractéristiques)	J1	J2 à J3

10. Type de qualification de l'opérateur	Personnel formé en microbiologie Niveau identique à celui nécessaire pour la méthode de référence
11. Etapes communes avec la méthode de référence	/
12. Traçabilité des résultats d'analyse	/
13. Maintenance par le laboratoire	/

3 Etude interlaboratoire

3.1 Mise en œuvre

- Nombre de laboratoires participants

15 laboratoires étaient destinataires des échantillons.

- Matrice utilisée

L'étude inter-laboratoire est réalisée avec des échantillons d'eau de source non embouteillée (eau non traitée). Le niveau de la flore associée à la matrice (germes revivifiables à 22°C et à 36°C) a été déterminé.

- Souche utilisée

La souche utilisée pour les contaminations était une souche d'*E. coli*.

- Nombre d'échantillons par laboratoire

Pour chaque laboratoire, le laboratoire organisateur a préparé 8 flacons, représentant 2 aliquotes pour chaque niveau (chaque aliquote étant analysé avec les deux méthodes).

Chaque échantillon de chaque niveau (2 échantillons de 200 ml) a été conditionné en flacon stérile.

3.2 Modalités de préparation et de contamination des échantillons

Tous les échantillons ont été préparés par le laboratoire expert, à raison de 200 mL par flacon, avant d'être contaminés individuellement.

- Préparation des suspensions contaminantes

La préparation de la suspension a été réalisée selon le protocole d'inoculation pour les faibles taux, à partir d'une culture de 18 heures en bouillon TCS.

- Protocole de contamination des échantillons

Les échantillons ont été contaminés avec la suspension contaminante préparée, afin d'obtenir les taux de contamination souhaités.

Quatre niveaux de contamination ont été ciblés:

- | | | |
|--------------|-----------|------------|
| - niveau 0 : | 0 | UFC/100 mL |
| - niveau 1 : | 5 à 10 | UFC/100 mL |
| - niveau 2 : | 30 | UFC/100 mL |
| - niveau 3 : | 100 à 150 | UFC/100 mL |

3.3 Eléments nécessaires à la réalisation des essais par les laboratoires collaborateurs

- Réactifs utilisés

L'ensemble des réactifs nécessaires à la mise en œuvre de la méthode alternative et de la méthode de référence ont été fournis par le fabricant.

- Instructions

Les instructions ont été envoyées aux laboratoires participants avant l'étude et devaient être validées par eux avant le démarrage de l'étude collaborative.

- Conditions de réalisation des analyses

- Tous les échantillons sont réceptionnés le lendemain de l'envoi avant 14 heures.
- La température mesurée à réception doit être comprise entre 0°C et 10°C.

Les laboratoires participants et le laboratoire expert ont réalisé les analyses selon la méthode COMPASS cc et la méthode de référence NF EN ISO 9308-1 : 2000 : « Qualité de l'eau : Recherche et dénombrement des *Escherichia coli* et des bactéries coliformes – Partie 1 : Méthode par filtration sur membrane ».

Aucune confirmation n'est demandée pour la méthode alternative puisqu'il s'agit d'une méthode sans confirmation.

L'ensemble des milieux et réactifs a été conservé par les laboratoires pour des investigations plus poussées si nécessaire.

3.4 Contrôle des paramètres expérimentaux

3.4.1 Taux de contamination et stabilité des échantillons

Avant ensemencement

La matrice « eau de source » a été analysée selon les méthodes NF EN ISO 9308-1 et NF EN ISO 6222.

Aucune des prises d'essai testées ne contenait d'*E. coli*.

La flore naturelle présente dans la matrice était de $4,5 \cdot 10^2$ UFC par mL après une incubation de 68 ± 4 h à $22 \pm 2^\circ\text{C}$ et de $2,6 \cdot 10^1$ UFC par mL pour une incubation de 44 ± 4 h à $36 \pm 2^\circ\text{C}$.

Taux de contamination obtenus

Les taux de contamination obtenus dans la matrice figurent dans le tableau ci-dessous:

Niveau	Taux théorique ciblé (UFC/100 mL d'eau)	Taux réel inoculé (UFC/100 mL d'eau)
Niveau 0 (L0)	0	0
Niveau bas (L1)	5 à 10	8
Niveau intermédiaire (L2)	30	24
Niveau haut (L3)	100	81

3.4.2 Stabilité des échantillons

Le suivi du niveau de contamination en *E. coli* a été réalisé pendant 48 heures après l'envoi des échantillons, sur des échantillons contaminés à différents taux et conservés à 4°C .

Les résultats obtenus sur gélose TTC et COMPASS cc Agar, en UFC/100 mL, au cours du temps figurent dans le tableau suivant.

Niveau	J1		J2	
	TTC	COMPASS cc	TTC	COMPASS cc
Niveau bas (L1)	6	12	9	14
Niveau intermédiaire (L2)	21	26	26	27
Niveau haut (L3)	89	93	87	84

D'après les résultats, le taux de contamination reste sensiblement identique dans le temps. La souche est donc stable dans la matrice pendant les 48h qui suivent l'envoi des échantillons.

3.5 Température réception et délais de réception

3.5.1 Analyse des courbes de suivi de température au cours du transport

Les courbes de températures obtenues suite à l'exploitation des données des thermoboutons confirment que les températures sont restées stables au cours du transport et inférieures à 8°C (comprises entre $0,5^\circ\text{C}$ et $2,0^\circ\text{C}$) jusqu'à la réception des échantillons dans les différents laboratoires.

3.5.2 Températures à réception et délais de réception

Les températures indiquées par les laboratoires et enregistrées par les thermoboutons sont reprises dans le tableau ci-après.

Laboratoire	Températures à réception en °C		Commentaires
	Communiquée par le laboratoire	Indiquée par le thermobouton	
A	4,8	1,5	/
B	3,8	1,4	/
C	3,6	1,0	/
D	3,0	1,5	/
E	3,2	1,4	/
F	8,0	1,4	/
G	2,3	1,0	/
H	3,3	0,5	/
I	3,2	2,0	/
J	5,7	1,4	/
K	6,0	1,5	/
L	3,0	1,5	Réception à J2 - analyses réalisées à J2
M	4,2	1,0	/
N	6,2	1,9	/
O	1,5	0,5	/

14 laboratoires destinataires des échantillons sur 15 les ont reçus le lendemain de l'envoi. 11 laboratoires ont reçu les échantillons avant 12h, et 3 laboratoires (Laboratoires A, O et N) les ont reçus avant 14h.

Le laboratoire L a reçu ses échantillons à J2 dans la matinée (10h30), les analyses ont été effectuées. Les conditions de température au cours du transport et à réception étaient conformes aux exigences pour l'ensemble des laboratoires.

3.5.3 Conclusion

Suite à l'envoi des échantillons aux 15 laboratoires, en considérant les conditions de transport et de réception des échantillons et la stabilité de la souche jusqu'à J2, les résultats sont exploitables pour l'ensemble des laboratoires.

3.6 Résultats des analyses

3.6.1 Dénombrement des germes revivifiables

Un échantillon d'eau était fourni à l'ensemble des laboratoires afin de réaliser le dénombrement des germes revivifiables présents à $22 \pm 2^\circ\text{C}$ et $36 \pm 2^\circ\text{C}$, selon la méthode NF EN ISO 6222.

Les résultats de chacun des laboratoires sont repris dans les tableaux de résultats de l'annexe G.

Les résultats des dénombrements ont varié entre 44 et 243 UFC/mL pour la flore dénombrée à 22°C et 1 et 54 UFC/mL pour la flore dénombrée à 36°C .

3.6.2 Résultats obtenus par le laboratoire expert

Le tableau suivant reprend les résultats obtenus par le laboratoire expert pour chaque taux de contamination. Les résultats bruts figurent en annexe G.

Niveau	Méthode de référence NF EN ISO 9308-1		Méthode alternative COMPASS cc	
	Duplicat 1	Duplicat 2	Duplicat 1	Duplicat 2
Niveau 0	<1	<1	<1	<1
Niveau 1	8	4	11	13
Niveau 2	16	26	25	27
Niveau 3	82	96	100	87

Les résultats obtenus par la méthode NF EN ISO 9308-1 et par la méthode COMPASS cc Agar sont concordants.

3.6.3 Résultats obtenus par les laboratoires collaborateurs

Les résultats détaillés pour les 15 laboratoires figurent en annexe G, ainsi qu'une synthèse des résultats.

Les résultats sont repris dans les tableaux suivants pour le niveau 0, le niveau bas, le niveau intermédiaire et le niveau haut de contamination.

a) Niveau 0 (résultats en *E. coli* UFC/100 mL)

Laboratoire	Méthode de référence NF EN ISO 9308-1		Méthode alternative COMPASS cc	
	Duplicat 1	Duplicat 2	Duplicat 1	Duplicat 2
A	<1	<1	<1	<1
B	<1	<1	<1	<1
C	<1	<1	<1	<1
D	<1	<1	1	<1
E	1	<1	<1	<1
F	<1	<1	<1	<1
G	<1	<1	<1	<1
H	<1	<1	<1	<1
I	<1	<1	<1	<1
J	<1	<1	<1	<1
K	<1	<1	<1	<1
L	<1	<1	<1	<1
M	<1	<1	<1	<1
N	<1	<1	<1	<1
O	<1	<1	<1	<1

b) Niveau 1 (résultats en *E. coli* UFC/100 mL)

Laboratoire	Méthode de référence NF EN ISO 9308-1		Méthode alternative COMPASS cc	
	Duplicat 1	Duplicat 2	Duplicat 1	Duplicat 2
A	14	6	7	8
B	<1	1*	8	7
C	10	5	10	7
D	8	9	8	12
E	11	8	6	2*
F	12	12	5	5
G	7	18	7	15
H	8	9	9	2*
I	10	5	13	14
J	12	10	4	7
K	14	9	5	20
L	5	4	10	11
M	7	14	8	8
N	5	5	13	5
O	9	9	12	5

* Dénombrement inférieur à 4 UFC/100mL

c) Niveau 2 (résultats en *E. coli* UFC/100 mL)

Laboratoire	Méthode de référence NF EN ISO 9308-1		Méthode alternative COMPASS cc	
	Duplicat 1	Duplicat 2	Duplicat 1	Duplicat 2
A	25	26	20	23
B	26	13	29	22
C	26	30	21	26
D	21	17	23	28
E	33	26	36	25
F	24	28	26	29
G	27	31	27	29
H	32	32	36	24
I	29	19	31	23
J	36	26	21	16
K	16	30	30	22
L	25	17	18	26
M	25	37	23	25
N	23	22	17	25
O	23	28	17	29

d) Niveau 3 (résultats en *E. coli* UFC/100 mL)

Laboratoire	Méthode de référence NF EN ISO 9308-1		Méthode alternative COMPASS cc	
	Duplicat 1	Duplicat 2	Duplicat 1	Duplicat 2
A	104	70	96	78
B	20	42	69	58
C	108	70	91	80
D	60	82	73	75
E	88	96	92	80
F	88	91	92	89
G	114	95	79	92
H	90	94	110	109
I	98	86	82	86
J	94	101	102	93
K	86	82	75	73
L	76	69	70	68
M	85	95	>100	60
N	91	91	91	92
O	102	85	75	84

De manière générale, les dénombrements en *E.coli* et coliformes totaux rapportés par les laboratoires sont du même ordre de grandeur.

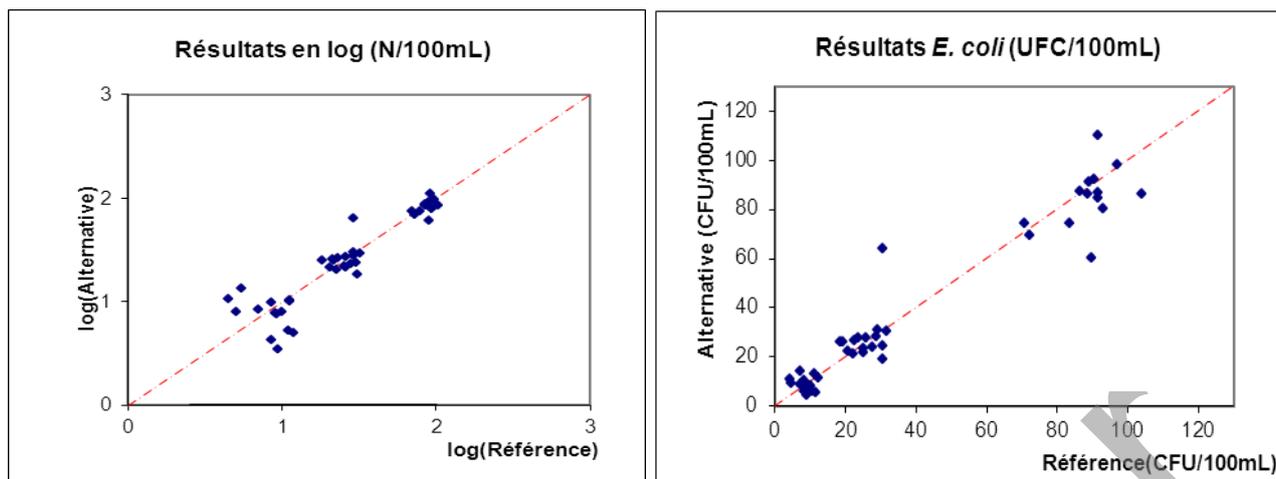
Concernant le taux 0, deux laboratoires (D et E) retrouvent un des 2 réplicats positif, avec une colonie, l'un pour la méthode de référence et l'autre pour la méthode alternative. L'hypothèse d'une inter-contamination peut être retenue.

Au taux faible de contamination, le laboratoire B trouve un résultat très faible pour l'un des 2 réplicats, et l'autre réplicat est négatif.

Par ailleurs, 2 laboratoires rapportent des résultats de dénombrement inférieurs à 4 pour l'un des 2 réplicats avec la méthode alternative COMPASS cc agar. L'interprétation statistique a cependant été réalisée en prenant en compte ces résultats.

Pour le laboratoire M au niveau 3, l'un des 2 réplicats de la méthode alternative est retrouvé supérieur à 100 UFC/100 mL. Les résultats ne sont donc pas pris en compte dans le calcul statistique.

L'ensemble des moyennes des réplicats obtenues par échantillon, exprimées en log (*E. coli* dans 100 mL) et en *E. coli* /100 mL, pour les 15 laboratoires sélectionnés, peut être présenté sous forme de graphes :



N.B. : la droite représentée est la première bissectrice ($y=x$).

Concernant les niveaux de contamination 2 et 3, l'estimation du nombre de bactéries est sensiblement identique pour les deux méthodes.

3.6.4 Conclusion

Les dénombrements indiqués par les laboratoires sont du même ordre que ceux obtenus par le laboratoire expert pour chacun des niveaux de contamination.

3.7 Interprétation statistique

L'exploitation des résultats de l'étude collaborative a été réalisée selon le protocole de validation d'une méthode alternative commerciale par rapport à une méthode de référence (révision 1, adoptée par AFNOR Certification le 10 mai 2010).

Les résultats des 15 laboratoires ont été exploités.

3.7.1 Calcul des valeurs cibles de référence, des critères de fidélité et de justesse

Pour chacun des niveaux, les calculs permettant l'obtention de valeurs statistiques ont été réalisés à partir des résultats de mesurage convertis en log (cf annexe G).

Les valeurs des caractéristiques de justesse et de fidélité de la méthode alternative selon les niveaux (niveau 1 à 3) sont reprises dans le tableau suivant.

Niveau	1	2	3
Concentration ciblée théorique moyenne (en log N)	0,93	1,40	1,91
Concentration retrouvée moyenne (en log N)	0,87	1,39	1,90
Ecart-type de répétabilité	0,17	0,07	0,05
Ecart-type inter-séries	0,22	0,08	0,07
Ecart-type de fidélité	0,28	0,10	0,09
Biais général absolu	-0,06	-0,01	-0,01
Biais relatif	-6%	-1%	-1%

Les valeurs des écarts-types de fidélité sont respectivement de 0,28 log (UFC/100mL), 0,10 log (UFC/100mL), et 0,09 log (UFC/100mL).

Le biais calculé pour chaque niveau permet d'estimer la fidélité de la méthode : il varie de -0,06 à -0,01 log UFC/100 mL.

3.7.2 Calcul de l'intervalle de tolérance

L'intervalle de tolérance ou intervalle de prédiction définit un intervalle dans lequel on s'attend à trouver en moyenne une proportion β de futurs résultats obtenus en appliquant la méthode de routine, c'est-à-dire dans des conditions de fidélité appliquée. L'intervalle de tolérance est symétrique autour de la concentration retrouvée moyenne.

Les limites de tolérance basses et hautes par niveau ont été calculées en fixant des probabilités de tolérance de 80% et 90%. Les valeurs figurent respectivement dans les tableaux suivants.

e) Probabilité de tolérance $\beta = 80\%$

La valeur choisie pour la probabilité de tolérance β utilisée pour le calcul des limites de tolérance est de 80 %. La valeur limite d'acceptabilité est fixée à 0,5 Log.

Niveau	1	2	3
Concentration cible théorique moyenne (en CFU / 100mL)	8,51	25,12	81,28
Concentration cible théorique moyenne (en log N)	0,93	1,40	1,91
Limite de tolérance basse	0,50	1,25	1,78
Limite de tolérance haute	1,25	1,53	2,02
Limite de tolérance basse différentielle	-0,43	-0,15	-0,13
Limite de tolérance haute différentielle	0,32	0,13	0,10

f) Probabilité de tolérance $\beta = 90\%$

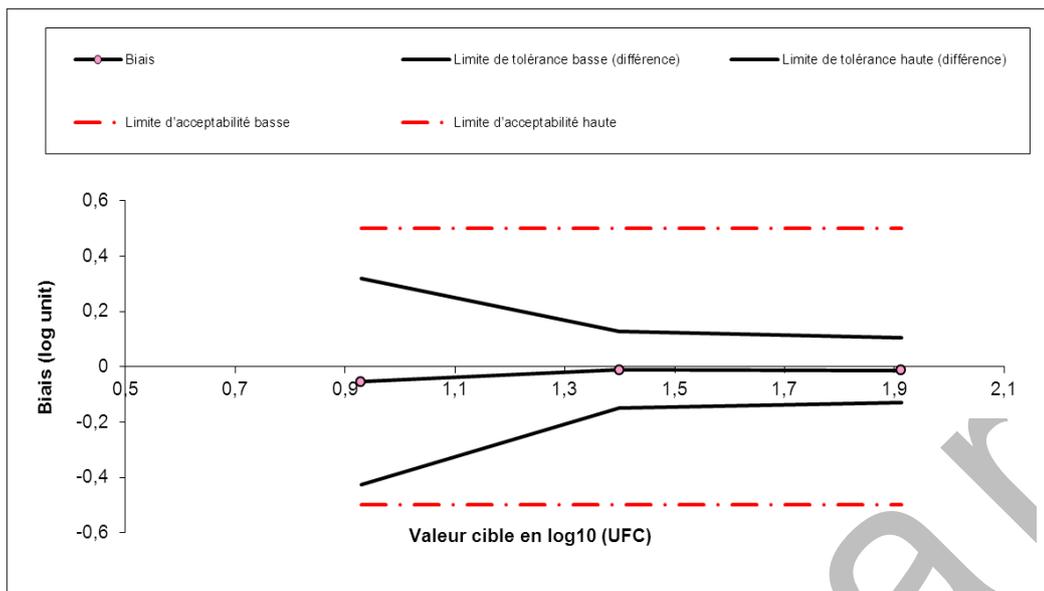
La valeur choisie pour la probabilité de tolérance β utilisée pour le calcul des limites de tolérance est de 90 %. La valeur limite d'acceptabilité est fixée à 0,5 Log.

Niveau	1	2	3
Concentration cible théorique moyenne (en CFU/100mL)	8,51	25,12	81,28
Concentration cible théorique moyenne (en log N)	0,93	1,40	1,91
Limite de tolérance basse	0,39	1,21	1,75
Limite de tolérance haute	1,36	1,57	2,05
Limite de tolérance basse différentielle	-0,54	-0,19	-0,16
Limite de tolérance haute différentielle	0,43	0,17	0,14

3.7.3 Profils d'exactitude

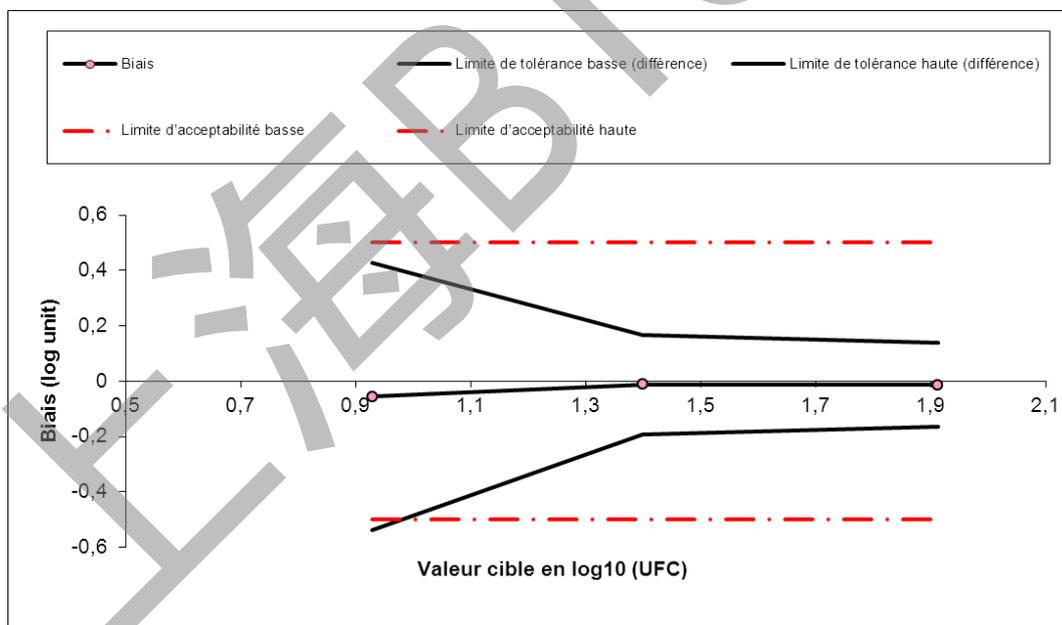
Les profils d'exactitude sont présentés en fonction de la valeur de la probabilité de tolérance β fixée ($\beta=80\%$ et $\beta=90\%$).

a) Profils d'exactitude avec $\beta=80\%$



Dans ces conditions, le profil d'exactitude permet d'observer que les limites de tolérance à 80% sont comprises entre les limites d'acceptabilité fixées à $\pm 0,5$ log (UFC/100mL) quel que soit le niveau de contamination.

b) Profil d'exactitude avec $\beta=90\%$



Dans ces conditions, le profil d'exactitude permet d'observer que les limites de tolérance à 90% sont comprises entre les limites d'acceptabilité fixées à $\pm 0,5$ log (UFC/100mL) à l'exception du niveau de contamination le plus faible, ce qui s'explique par la plus grande dispersion des résultats aux faibles concentrations.

c) Interprétation des résultats - Conclusion

En fixant le critère d'acceptabilité de la méthode à $\pm 0,5$ log (UFC/100mL), le domaine de validité s'étend de 0,93 à 1,91 log (UFC/100mL), soit de 8 à 82 UFC/100mL, si la probabilité de tolérance est fixée à 80%.

4 Conclusion

Les performances de la méthode COMPASS[®] cc Agar ont été comparées à celles à la méthode de référence NF EN ISO 9308-1:2000 par l'analyse d'échantillons d'eaux répartis dans les catégories 1a et 2a, eaux de consommation humaine traitées et non traitées.

Les résultats de l'étude comparative permettent de conclure que, quel que soit le paramètre testé (Coliformes ou *E. coli*) :

- La sélectivité de la méthode est globalement satisfaisante.

Les 21 souches d'*E. coli* testées et 24 souches de coliformes ont été détectées à l'exception d'une souche d'*E. coli* d'origine environnementale, et de deux souches d'*Hafnia alvei*, d'origine alimentaire.

En exclusivité, sur 32 souches testées, trois réactions croisées ont été observées avec une souche de *Salmonella diarizonae* (également détectée par la méthode de référence), une souche de *Shigella sonnei* et une souche d'*Erwinia spp.*.

- La linéarité de la méthode alternative est globalement satisfaisante.

- L'exactitude relative de la méthode alternative par rapport à la méthode de référence est caractérisée par des valeurs de biais comprises entre -0,26 et 0,03 Log (UFC/100mL).

- Les valeurs des écarts types de répétabilité calculés sont du même ordre pour les deux méthodes : ils varient en fonction du type d'eau, de l'ordre de 0,07 à 0,17 Log (UFC/100 mL), quel que soit le paramètre.

- Les limites de détection et de quantification ont été estimées respectivement à 2,3 et 6,1 UFC/100mL pour les eaux non traitées et à 3,5 et 8,5 UFC /100 mL pour les eaux traitées.

Les résultats de l'étude collaborative permettent de conclure que :

- Les biais observés entre la méthode COMPASS cc Agar et la méthode de référence sont de l'ordre de -0,06 log UFC/100 mL à -0,01 log UFC/100 mL selon les niveaux de contamination.

- Les écarts de répétabilité sont du même ordre pour les niveaux de contamination les plus élevés (0,07 Log UFC/100mL), et il est de 0,17 Log UFC/100mL pour le niveau le plus faible de contamination.

- La fidélité de la méthode est satisfaisante : les écarts types sont compris entre 0,09 et 0,28 Log UFC/100mL.

- Les profils d'exactitude obtenus à l'issue de l'étude collaborative sont satisfaisants avec une valeur de tolérance β fixée à 80% et une limite d'acceptabilité à $\pm 0,5$ log (UFC/100mL).

Lille, le 4 février 2013



Méline Maux
Responsable Etudes

ANNEXES

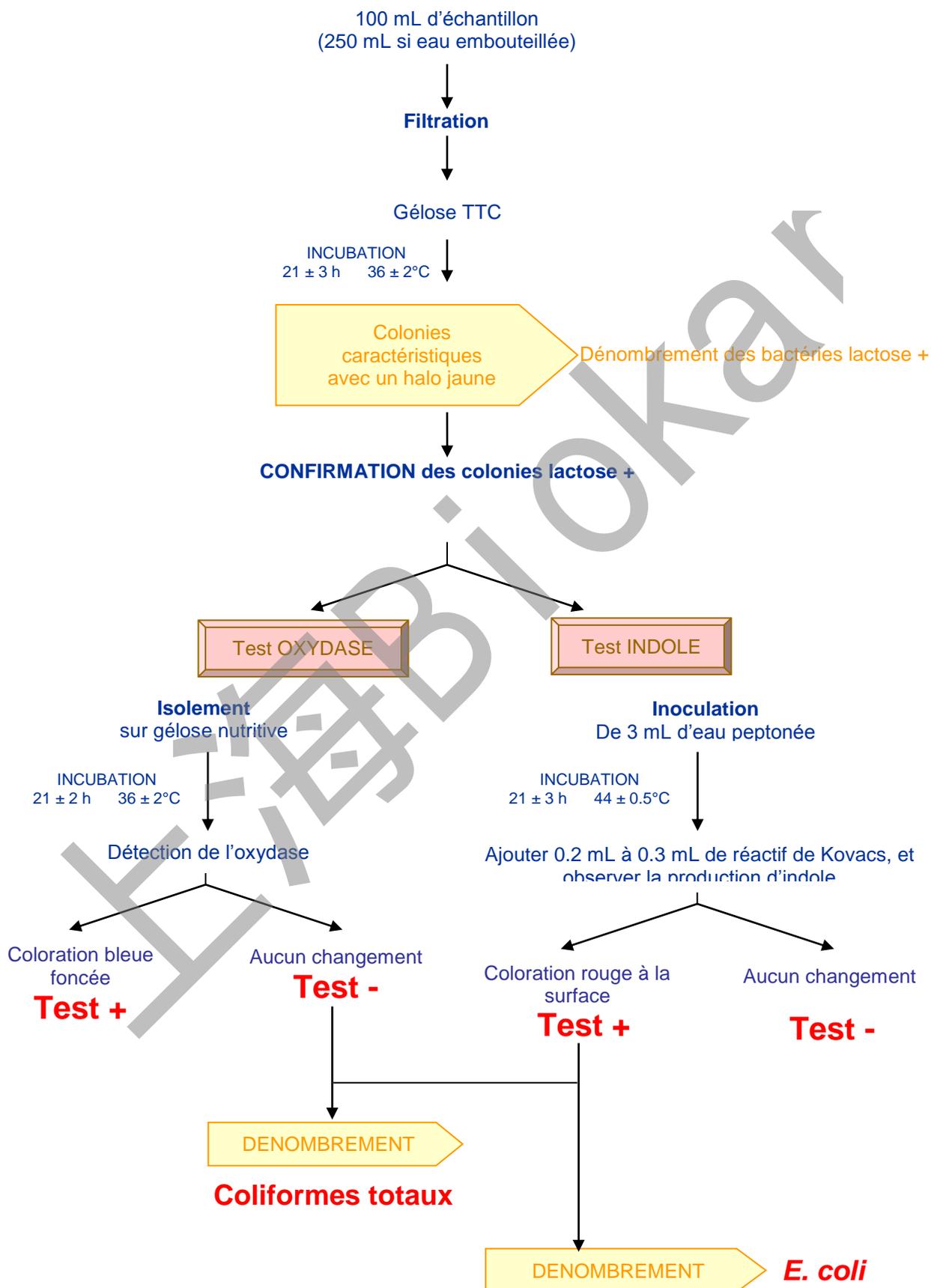
ANNEXE A

PROTOCOLES ANALYTIQUES

上海BioKar

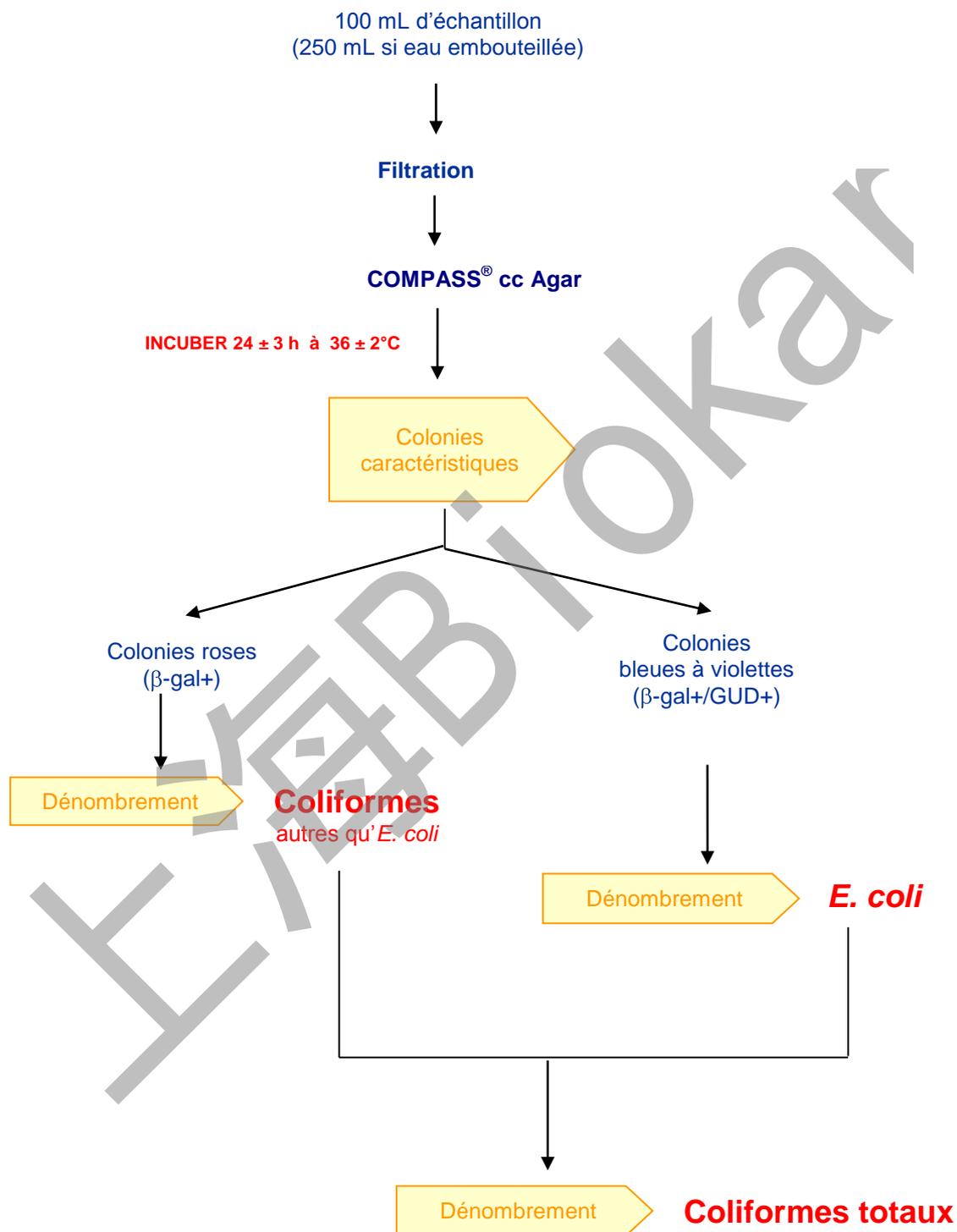
NORME NF EN ISO 9308-1 : 2000

Détection et dénombrement des *E. coli* et des bactéries coliformes Part 1 : Méthode par filtration sur membrane



Méthode alternative : Méthode

Détection et dénombrement des *E. coli* et des bactéries coliformes



β-gal : activité β-galactosidase
GUD : activité β-glucuronidase

ANNEXE B

SELECTIVITE
Inclusivité/Exclusivité

Inclusivité

Référence	Souche	Origine	Taux cible inoculum (UFC/100 mL) Résultat sur gélose		Méthode COMPASS® cc Agar			Commentaire
			PCA	TTC	Croissance et comptage (UFC/100 mL)			
					Aspect caractéristique	Résultat	Détection <i>E. coli</i>	
1	<i>E. coli</i>	CJP 106878	47	49 T	+	49	+	
2	<i>E. coli</i>	Eau douce (puits) - Lille (59)	39		+	40	+	
3	<i>E. coli</i>	Eau de réseau - Bruille St Amand (59)	78		+	91	+	
4	<i>E. coli</i>	Eau de surface - Lac du Héron, Villeneuve d'Ascq (59)	100		+	77	+	
5	<i>E. coli</i>	Eau de surface - Etang du parc Barbieux, Croix (59)	42		+	36	+	
6	<i>E. coli</i>	Eau de surface - Etang Les Parcs, Wingles (62)	72		+	77	+	
7	<i>E. coli</i>	Eau de surface - Etang Parc d'Immercourt, Athies (62)	39		+	40	+	
8	<i>E. coli</i>	Eau de surface - Base de loisirs, Blache- St-Vaast (62)	59		+	49	+	
9	<i>E. coli</i>	Eau de surface - Etang Loispiparc, Aubigny-au-Bac (59)	80		+	83	+	
10	<i>E. coli</i>	Eau de surface - Canal de la Sensée, Arleux (59)	67		+	57	+	
11	<i>E. coli</i>	Eau de surface - Lac de Waziers (59)	91	93T	rose-violet	126	+	Colonie rose sur la membrane et violette au dos de la membrane
12	<i>E. coli</i>	ATCC 8739	222		+	135	+	
13	<i>E. coli</i>	Eau d'alimentation (colonne descendante, traitement javel) - Liencourt	62		+	56	+	
14	<i>E. coli</i>	Eau de source - Bruille St Amand	53	55 NT	+	47	+	Colonie non typique sur TTC
15	<i>E. coli</i>	Eau de source - Bruille St Amand	56	47 T	+	50	+	
16	<i>E. coli</i>	Eau de forage - Noyelle sur Selle	72		+	60	+	
17	<i>E. coli</i>	Eau de forage - Croix Fonsommes	51		+	42	+	
18	<i>E. coli</i>	Eau d'alimentation - Verchocq	50		+	49	+	
19	<i>E. coli</i>	Eaux d'alimentation - Mouvaux	84		+	89	+	
20	<i>E. coli</i>	Eau de source - Bruille St Amand	55	57 T	rose	50	-	Détection coliforme
21	<i>E. coli</i>	Effluent de station - Bierne	71		+	68	+	Colonie typique sur TTC

+ : résultat positif
- : résultat négatif

β-gal : souche ayant (+) ou non (-) une activité β-D-Galactosidase
GUD : souche ayant (+) ou non (-) une activité β-D-Glucuronidase

NT : colonie non typique

T : colonie typique

Inclusivité

Référence	Souche	Origine	Taux cible inoculum (UFC/100 mL) Résultat sur gélose		Méthode COMPASS® cc Agar			Commentaire
			PCA	TTC	Croissance et comptage (UFC/100 mL)			
					Aspect caractéristique	Résultat	Détection E. coli	
1	<i>Citrobacter braakii</i>	Eau de forage (Steenw erck)	140		+	180	+	
2	<i>Citrobacter freundii</i>	ATCC 8090	76		+	56	+	
3	<i>Citrobacter youngae</i>	Eau de cressonnière (Lillers)	180		+	157	+	
4	<i>Citrobacter youngae</i>	Eau de forage (Paillencourt)	73		+	59	+	
5	<i>Enterobacter cloacae</i>	WR3	90		+	95	+	
6	<i>Enterobacter cloacae</i>	Eau de piscine (Roubaix)	21		+	25	+	
7	<i>Enterobacter sakazakii</i>	CIP 5733	90		+	73	+	
8	<i>Escherichia hermannii</i>	Alimentaire	29		+	17	+	
9	<i>Escherichia vulneris</i>	Alimentaire	18		+	11	+	
10	<i>Hafnia alvei</i>	Filet de flétan	16	16 NT	-	8	-	Colonies blanches non caractéristiques : Souche β-gal-/GUC Colonies non caractéristiques sur TTC
11	<i>Hafnia alvei</i>	Persil	91	85 NT	-	51	-	Colonies blanches non caractéristiques : Souche β-gal-/GUC Colonies noires non caractéristiques sur TTC
11	<i>Klebsiella oxytoca</i>	ATCC 49473	37		+	24	+	
12	<i>Klebsiella planticola</i>	ATCC 33531	26		+	19	+	
13	<i>Klebsiella terrigena</i>	ATCC 33257	107		+	49	+	
14	<i>Klebsiella pneumoniae</i>	ATCC 13883	78		+	42	+	
15	<i>Leclercia adecarboxylata</i>	Eau de puits	44	52 T	+	31	+	
16	<i>Moellerella wisconsensis</i>	Andouillette	51		+	37	+	
17	<i>Pantoea spp</i>	Eau de source (Bruille-les-St-Amand)	31		+	22	+	
18	<i>Rahnella aquatilis</i>	Eau de source (Bruille-les-St-Amand)	27	12 T	+	2	+	
19	<i>Serratia fonticola</i>	ATCC 29845	1		+	3	+	
20	<i>Serratia marcescens</i>	ATCC 8100	38		+	46	+	
21	<i>Enterobacter sakazakii</i>	IPL eau	82		+	78	+	
22	<i>Klebsiella pneumoniae</i>	cuve eau récupérée (Le Havre)	78		+	64	+	
23	<i>Serratia marcescens</i>	IPL eau	119		+	116	+	

β-gal : souche ayant (+) ou non (-) une activité β-D-Galactosidase
 GUD : souche ayant (+) ou non (-) une activité β-D-Glucuronidase

+ : résultat positif
 - : résultat négatif

NT: colonie non typique
 T : typique

Exclusivité

Référence	Souche	Origine	Taux cible inoculum (UFC/100 mL) sur PCA	Méthode COMPASS® cc Agar		Commentaires
				Colonies	Détection E.coli/Coliformes	
1	<i>Acinetobacter johnsonii</i>	CIP 64.6T	9,60E+05	NT	-	
2	<i>Aeromonas hydrophila</i>	Eau de forage (Wattrelos)	1,14E+05	Ø	-	
3	<i>Aeromonas sp</i>	A.TCC 7966	6,56E+04	Ø	-	
4	<i>Aeromonas sp</i>	ipi72214	1,17E+04	Ø	-	
5	<i>Bacillus bacillus</i>	Environnement	3,60E+01	Ø	-	
6	<i>Bacillus cereus</i>	CIP 64.52	3,40E+03	Ø	-	
7	<i>Bacillus circulans</i>	Environnement	3,27E+04	Ø	-	
8	<i>Bacillus mycoloides</i>	Environnement (sol)	1,96E+04	Ø	-	
9	<i>Bacillus subtilis</i>	A.TCC.6633	3,40E+04	Ø	-	
10	<i>Corynebacterium propinquum</i>	IPL, eau douce (réseau)	6,32E+04	Ø	-	Colonies non caractéristiques sur TTC : souche GAL+/GLUC- Souche β-gal+/GUD-
11	<i>Erwinia spp</i>	Alimentaire	4,80E+05	colonies roses	+	
12	<i>Proteus mirabilis</i>	Eau de rivière	2,34E+05	NT	-	
13	<i>Proteus vulgaris</i>	Eau de rivière	2,05E+05	NT	-	
14	<i>Providencia stuartii</i>	Eau de rivière	1,74E+05	NT	-	
15	<i>Pseudomonas aeruginosa</i>	A.TCC.9027	1,41E+05	Ø	-	
16	<i>Pseudomonas aeruginosa</i>	Eau de thermes	1,78E+05	Ø	-	
17	<i>Pseudomonas fluorescens</i>	Eau douce (La Chapelle St Hersin)	2,16E+05	NT	-	
18	<i>Pseudomonas fluorescens</i>	Eau minérale	1,23E+04	NT	-	
19	<i>Pseudomonas putida</i>	Collection	1,50E+03	NT	-	
20	<i>Pseudomonas stutzeri</i>	Effluent (Harnes)	2,90E+05	NT	-	Colonies non caractéristiques sur TTC. Souche β-gal+/GUD+
21	<i>Salmonella</i> Illb 16:z10:e,n,x,z15	Boue station dépuraton	5,10E+05	colonies violettes	+	
22	<i>Salmonella</i> Enterica	Eaude forage	1,16E+05	NT	-	
23	<i>Salmonella</i> Enterica	Eau de forage	1,48E+05	NT	-	
24	<i>Salmonella</i> Enteritidis	Collection	2,64E+05	NT	-	
25	<i>Salmonella</i> Typhimurium	A.TCC 14028	1,50E+05	NT	-	
26	<i>Salmonella</i> Urbilo	Eau (flaque)	2,85E+05	NT	-	
27	<i>Shigella flexneri</i>	Alimentaire	2,58E+05	NT	-	Colonies non caractéristiques sur TTC. Souche β-gal+/GUD-
28	<i>Shigella sonnei</i>	Alimentaire	3,65E+05	colonies roses	+	
29	<i>Staphylococcus aureus</i>	A.TCC 9144	5,60E+05	Ø	-	
30	<i>Staphylococcus aureus</i>	ipi809302	2,48E+05	Ø	-	
31	<i>Vibrio fluvialis</i>	Eau de rivière	4,00E+03	NT	-	Colonies beiges non caractéristiques
32	<i>Vibrio parahaemolyticus</i>	Eau de réseau	2,06E+04	Ø	-	

β-gal : souche ayant (+) ou non (-) une activité β-D-Galactosidase
 GUD : souche ayant (+) ou non (-) une activité β-D-Glucuronidase

+ : résultat positif
 - : résultat négatif

NT: colonie non typique
 T : typique

Ø : absence de colonies
 (X) : nombre de colonies

ANNEXE C

LINEARITE

-

RESULTATS BRUTS

Matrice / Souche	Taux visé (UFC/100 mL)*	Taux réel (UFC/100 mL)*	Cat	Volume filtré (mL)	NF EN ISO 9308-1				Méthode COMPASS® cc Agar			
					Colonies typiques		Résultat (UFC /100 mL)		Colonies typiques		Résultat (UFC /100 mL)	
					Réplikat 1	Réplikat 2	Réplikat 1	Réplikat 2	Réplikat 1	Réplikat 2	Réplikat 1	Réplikat 2
Eau de réseau contaminée par <i>Escherichia coli</i> (Ec3e)	5 à 10	6	1a	100	6	8	6,0E+00	8,0E+00	7	6	7,0E+00	6,0E+00
	20 à 50	22	1a	100	31	21	3,1E+01	2,1E+01	23	21	2,3E+01	2,1E+01
	50 à 100	55	1a	100	47	42	4,7E+01	4,2E+01	40	42	4,0E+01	4,2E+01
	100 à 150	110	1a	100	80	74	8,0E+01	7,4E+01	101	93	1,0E+02	9,3E+01
Eau minérale embouteillée contaminée par <i>Escherichia coli</i> (Ec2e)	5 à 10	5	2a	250	5	7	2,0E+00	2,8E+00	10	3	4,0E+00	1,2E+00
	20 à 50	21	2a	250	24	19	9,6E+00	7,6E+00	18	28	7,2E+00	1,1E+01
	50 à 100	51	2a	250	53	64	2,1E+01	2,6E+01	40	43	1,6E+01	1,7E+01
	100 à 150	103	2a	250	101	104	4,0E+01	4,2E+01	119	92	4,8E+01	3,7E+01
Eau de source non embouteillée contaminée par <i>Citrobacter</i> <i>youngae</i> (Cit4e)	5 à 10	9	2a	100	11	8	1,1E+01	8,0E+00	6	2	6,0E+00	2,0E+00
	20 à 50	36	2a	100	32	28	3,2E+01	2,8E+01	26	19	2,6E+01	1,9E+01
	50 à 100	90	2a	100	60	74	6,0E+01	7,4E+01	37	40	3,7E+01	4,0E+01
	100 à 150	180	2a	100	155	152	1,6E+02	1,5E+02	104	78	1,0E+02	7,8E+01
Eau de piscine contaminée par <i>Enterobacter</i> <i>cloacae</i> (Ent 2e)	5 à 10	3	2a	100	3	3	3,0E+00	3,0E+00	3	4	3,0E+00	4,0E+00
	20 à 50	13	2a	100	16	18	1,6E+01	1,8E+01	19	18	1,9E+01	1,8E+01
	50 à 100	31	2a	100	34	33	3,4E+01	3,3E+01	39	23	3,9E+01	2,3E+01
	100 à 150	63	2a	100	77	68	7,7E+01	6,8E+01	68	73	6,8E+01	7,3E+01

* : UFC/250 mL pour une eau minérale embouteillée
Cat. : catégorie de l'eau (selon classification A FNOR)
β-gal : souche ayant (+) ou non (-) une activité β-D-Galactosidase
GUD : souche ayant (+) ou non (-) une activité β-D-Glucuronidase

ANNEXE D

EXACTITUDE RELATIVE
-
RESULTATS BRUTS

Legende

cat : catégorie du domaine d'application
CA : contamination artificielle
o : oui (réalisation d'une CA)
n : non (échantillon naturellement contaminé)
lac+ : fermentation du lactose positive
ox+ : test oxydase positif
indole + : test indole positif
 β -gal+ : β -D-Galactosidase (Gal) positive
GUD+ : β -D-Glucuronidase (Gluc) positive
GUD- : β -D-Glucuronidase (Gluc) négative
CT : coliformes totaux
EC : *E. coli*
INC : incomptable (flore interférente importante)
 Σ C: somme des colonies comptées

Eau minérale ou eau de source (R1 à R36) = Eau embouteillée (analyse de 250 mL)

Eau de source (nom de la localité de prélèvement) = eau non embouteillée (analyse de 100 mL)

Eaux embouteillées

Code	Echantillon d'eau	Cat CA	Quantité filtrée (mL)	NF EN ISO 9308-1										Méthode COMPASS® cc Agar					
				Colonies typiques sur gélose TTC (24 et 48 h 36°C)					Résultat (UFC/100 mL)					Réplicat 1			Réplicat 2		
				Coliformes totaux (lac+, ox-)		E. coli (lac+, ox-, indole+)		Coliformes totaux	E. coli		Coliformes caractéristiques bgath+/ GUD-	Coliformes caractéristiques bgath+/ GUD+	CT (100 mL)	E. coli (100 mL)	Coliformes caractéristiques bgath+/ GUD-	Coliformes caractéristiques bgath+/ GUD+	CT (100 mL)	E. coli (100 mL)	
E6	R1	2a	0	2	0	0	0	8,0E-01	<1	8,0E-01	<1	0	0	<1	<1	0	0	<1	<1
E7	R2	2a	0	1	0	0	0	4,0E-01	<1	4,0E-01	<1	0	0	0,0E+00	0,0E+00	0	0	<1	<1
E8	R3	2a	0	1	0	0	0	4,0E-01	<1	4,0E-01	<1	0	0	0,0E+00	0,0E+00	0	0	4,0E-01	4,0E-01
E9	R4	2a	0	1	1	1	1	4,0E-01	4,0E-01	4,0E-01	4,0E-01	0	0	1,2E+00	1,2E+00	0	1	4,0E-01	4,0E-01
E10	R5	2a	0	3	3	3	3	1,6E+00	1,2E+00	1,6E+00	1,2E+00	0	0	4,0E-01	4,0E-01	0	5	2,0E+00	2,0E+00
E19	R6	2a	0	0	0	0	0	4,0E-01	<1	4,0E-01	<1	0	0	0,0E+00	0,0E+00	0	0	4,0E-01	4,0E-01
E20	R7	2a	0	1	1	1	1	4,0E-01	4,0E-01	4,0E-01	4,0E-01	0	0	4,0E-01	4,0E-01	0	2	8,0E-01	8,0E-01
E22	R8	2a	0	2	2	2	2	8,0E-01	3,6E+00	8,0E-01	3,6E+00	0	0	8,0E-01	8,0E-01	0	2	8,0E-01	8,0E-01
F5	R9	2a	0	2	2	2	2	4,0E-01	8,0E-01	4,0E-01	8,0E-01	0	0	0,0E+00	0,0E+00	0	2	8,0E-01	8,0E-01
F6	R10	2a	0	4	4	4	4	1,6E+00	1,6E+00	1,6E+00	1,6E+00	0	0	8,0E-01	8,0E-01	0	3	1,2E+00	1,2E+00
F7	R11	2a	0	2	2	2	2	8,0E-01	8,0E-01	8,0E-01	8,0E-01	0	0	0,0E+00	0,0E+00	0	1	4,0E-01	4,0E-01
F8	R12	2a	0	2	2	2	2	2,4E+00	2,8E+00	2,4E+00	2,8E+00	0	0	1,2E+00	1,2E+00	0	1	8,0E-01	8,0E-01
J5	R13	2a	0	20	17	17	17	8,0E+00	6,8E+00	8,0E+00	6,8E+00	0	14	5,6E+00	5,6E+00	0	10	4,0E+00	4,0E+00
J6	R14	2a	0	48	47	48	48	1,9E+01	1,9E+01	1,9E+01	1,9E+01	0	50	2,0E+01	2,0E+01	0	38	1,5E+01	1,5E+01
P1	R15	2a	0	60	78	60	60	3,1E+01	2,4E+01	3,1E+01	2,4E+01	0	31	1,2E+01	1,2E+01	0	29	1,2E+01	1,2E+01
P2	R16	2a	0	144	126	144	126	5,0E+01	5,8E+01	5,0E+01	5,8E+01	0	79	3,2E+01	3,2E+01	0	91	3,6E+01	3,6E+01
P3	R17	2a	0	9	17	9	9	3,6E+00	6,8E+00	3,6E+00	6,8E+00	0	11	4,4E+00	4,4E+00	0	8	3,2E+00	3,2E+00
P5	R18	2a	0	33	33	33	33	1,8E+01	1,8E+01	1,8E+01	1,8E+01	4	18	8,8E+00	7,2E+00	1	24	1,0E+01	9,6E+00
P6	R19	2a	0	83	83	83	83	3,8E+01	3,3E+01	3,8E+01	3,3E+01	3	42	1,8E+01	1,7E+01	2	42	1,8E+01	1,7E+01
P7	R20	2a	0	3	4	3	4	1,2E+00	1,6E+00	1,2E+00	1,6E+00	0	1	4,0E-01	4,0E-01	0	4	1,6E+00	1,6E+00
P8	R21	2a	0	8	10	8	10	3,2E+00	4,0E+00	3,2E+00	4,0E+00	0	4	1,6E+00	1,6E+00	1	0	8,0E-01	4,0E-01
O1	R22	2a	0	0	0	0	0	0,0E+00	0,0E+00	0,0E+00	0,0E+00	0	1	4,0E-01	4,0E-01	0	0	0,0E+00	0,0E+00
Q2	R23	2a	0	0	0	0	0	0,0E+00	0,0E+00	0,0E+00	0,0E+00	0	0	0,0E+00	0,0E+00	0	0	0,0E+00	0,0E+00
Q3	R24	2a	0	0	0	0	0	0,0E+00	0,0E+00	0,0E+00	0,0E+00	0	1	4,0E-01	4,0E-01	0	0	0,0E+00	0,0E+00
T3	R25	2a	0	0	0	0	0	0,0E+00	0,0E+00	0,0E+00	0,0E+00	0	0	0,0E+00	0,0E+00	0	0	0,0E+00	0,0E+00
T4	R26	2a	0	30	43	30	43	1,2E+01	1,7E+01	1,2E+01	1,7E+01	0	25	1,0E+01	1,0E+01	0	22	8,8E+00	8,8E+00
T15	R27	2a	0	75	97	75	97	3,9E+01	3,0E+01	3,9E+01	3,0E+01	0	40	1,6E+01	1,6E+01	0	43	1,7E+01	1,7E+01
T16	R28	2a	0	8	2	8	2	3,2E+00	8,0E-01	3,2E+00	8,0E-01	0	2	8,0E-01	8,0E-01	0	4	1,6E+00	1,6E+00
T17	R29	2a	0	7	7	7	7	2,8E+00	2,8E+00	2,8E+00	2,8E+00	0	8	3,2E+00	3,2E+00	0	0	0,0E+00	0,0E+00
U5	R30	2a	0	125	110	125	110	5,4E+01	4,6E+01	5,4E+01	4,6E+01	0	69	3,1E+01	2,8E+01	0	77	3,1E+01	3,1E+01
U6	R31	2a	0	134	115	134	115	6,0E+01	4,6E+01	6,0E+01	4,6E+01	0	90	3,6E+01	3,6E+01	0	122	4,9E+01	4,9E+01
U7	R32	2a	0	151	178	151	178	7,1E+01	7,1E+01	7,1E+01	7,1E+01	0	95	3,8E+01	3,8E+01	0	76	3,0E+01	3,0E+01
U8	R33	2a	0	178	169	178	169	7,1E+01	6,8E+01	7,1E+01	6,8E+01	0	95	3,8E+01	3,8E+01	0	76	3,0E+01	3,0E+01
V5	R34	2a	0	6	2	6	2	2,4E+00	8,0E-01	2,4E+00	8,0E-01	0	7	2,8E+00	2,8E+00	0	5	2,0E+00	2,0E+00
V6	R35	2a	0	6	11	6	11	2,4E+00	4,4E+00	2,4E+00	4,4E+00	0	3	1,2E+00	1,2E+00	0	7	2,8E+00	2,8E+00
V7	R36	2a	0	16	16	16	16	4,4E+00	6,4E+00	4,4E+00	6,4E+00	0	9	3,6E+00	3,6E+00	0	10	4,0E+00	4,0E+00
V8	R37	2a	0	8	8	8	8	4,4E+00	3,2E+00	4,4E+00	3,2E+00	0	7	2,8E+00	2,8E+00	0	11	4,4E+00	4,4E+00
V9	R38	2a	0	13	10	13	10	5,2E+00	4,0E+00	5,2E+00	4,0E+00	0	19	7,6E+00	7,6E+00	0	22	8,8E+00	8,8E+00
V10	R39	2a	0	17	9	17	9	6,8E+00	3,6E+00	6,8E+00	3,6E+00	0	12	4,8E+00	4,8E+00	0	8	3,2E+00	3,2E+00
W7	R40	2a	0	38	18	38	18	1,5E+01	7,2E+00	1,5E+01	7,2E+00	0	17	6,8E+00	6,8E+00	0	20	8,0E+00	8,0E+00
W8	R41	2a	0	56	56	56	56	2,6E+01	2,2E+01	2,6E+01	2,2E+01	0	27	1,1E+01	1,1E+01	0	31	1,2E+01	1,2E+01
W9	R42	2a	0	89	89	89	89	3,6E+01	3,6E+01	3,6E+01	3,6E+01	0	58	2,3E+01	2,3E+01	0	69	2,8E+01	2,8E+01
W10	R43	2a	0	20	20	20	20	8,0E+00	1,0E+01	8,0E+00	1,0E+01	0	12	4,8E+00	4,8E+00	0	10	4,0E+00	4,0E+00
W11	R44	2a	0	46	51	46	51	1,8E+01	2,0E+01	1,8E+01	2,0E+01	0	21	8,4E+00	8,4E+00	0	29	1,2E+01	1,2E+01
W12	R45	2a	0	90	64	90	64	3,6E+01	2,6E+01	3,6E+01	2,6E+01	0	32	1,3E+01	1,3E+01	0	41	1,6E+01	1,6E+01
W13	R46	2a	0	17	17	17	17	7,2E+00	6,8E+00	7,2E+00	6,8E+00	0	7	2,8E+00	2,8E+00	0	3	1,2E+00	1,2E+00
W14	R47	2a	0	22	22	22	22	1,3E+01	8,8E+00	1,3E+01	8,8E+00	0	10	4,0E+00	4,0E+00	0	10	4,0E+00	4,0E+00
W15	R48	2a	0	57	40	57	40	2,3E+01	1,6E+01	2,3E+01	1,6E+01	0	25	1,0E+01	1,0E+01	0	17	6,8E+00	6,8E+00

Eaux de source

Code	Echantillon d'eau	Cat CA	Quantité filtrée (mL)	NFEN ISO 3008-1				Méthode COMPASS® cc Agar							
				Coliformes totaux (fac+, ox-,)		E. coli (fac+, ox-, indole +)		Répliquet 1		Répliquet 2					
				Répliquet 1	Répliquet 2	Répliquet 1	Répliquet 2	Coliformes totaux	E. coli	Coloniae caractéristiques	Résultat (UFC/100 mL)				
B1	Source, Brulle St Amand	2a	100	6	6	0	0	6,0E+00	6,0E+00	6,0E+00	1,0E+00	5	2	7,0E+00	2,0E+00
E11	Forage, Liévin	2a	100	0	0	0	0	<1	<1	<1	<1	0	0	<1	<1
E12	Forage, Avion	2a	100	1	1	1	1	1,0E+00	1,0E+00	1,0E+00	1,0E+00	0	0	<1	<1
E13	Forage, Mons	2a	100	0	0	0	0	<1	<1	<1	<1	0	0	<1	<1
E14	Forage, Oisy	2a	100	0	0	0	0	<1	<1	<1	<1	0	0	<1	<1
E15	Forage, Douai	2a	100	0	0	0	0	<1	<1	<1	<1	0	0	<1	<1
E16	Forage, Boussois	2a	100	0	0	0	0	<1	<1	<1	<1	0	0	<1	<1
E17	Forage, Arras	2a	100	3	3	3	3	3,0E+00	3,0E+00	3,0E+00	0,0E+00	1	0	1,0E+00	1,0E+00
E18	Forage, Lomme	2a	100	2	3	2	3	2,0E+00	3,0E+00	3,0E+00	3,0E+00	0	1	1,0E+00	1,0E+00
E19	Forage, Jénlain	2a	100	0	0	0	0	<1	<1	<1	<1	0	0	<1	<1
F2	Forage, Ferrière	2a	100	2	1	2	1	2,0E+00	1,0E+00	1,0E+00	1,0E+00	3	1	2,0E+00	2,0E+00
F3	Forage, Trélon	2a	100	3	1	3	1	3,0E+00	1,0E+00	1,0E+00	1,0E+00	0	2	2,0E+00	2,0E+00
F4	Forage, Baives	2a	100	inc	inc	inc	inc	>100	>100	>100	>100	inc	inc	inc	inc
H1	Forage, Verchain	2a	100	6	6	6	6	6,0E+00	6,0E+00	6,0E+00	6,0E+00	0	3	3,0E+00	3,0E+00
H2	Forage, Liévin	2a	100	12	15	12	15	1,2E+01	1,5E+01	1,2E+01	1,5E+01	0	42	4,2E+01	4,2E+01
H3	Forage, Solmeiz	2a	100	46	50	46	50	4,6E+01	5,0E+01	4,6E+01	5,0E+01	0	81	8,1E+01	8,1E+01
H4	Forage, Auxil	2a	100	88	89	88	89	8,8E+01	8,9E+01	8,8E+01	8,9E+01	0	6	6,0E+00	6,0E+00
H5	Forage, Mons	2a	100	12	10	12	10	1,2E+01	1,0E+01	1,2E+01	1,0E+01	0	0	<1	<1
H6	Forage, Oisy	2a	100	0	0	0	0	<1	<1	<1	<1	0	0	<1	<1
H7	Forage, Avion	2a	100	47	39	47	38	4,7E+01	4,7E+01	4,7E+01	4,7E+01	0	35	3,5E+01	3,5E+01
H8	Forage, Arras	2a	100	84	80	84	80	8,4E+01	8,0E+01	8,4E+01	8,0E+01	3	84	8,4E+01	7,6E+01
H9	Eau brute, Quiry	2a	100	14	10	14	10	1,4E+01	1,0E+01	1,4E+01	1,0E+01	0	6	6,0E+00	6,0E+00
H10	Eau brute, Auxil	2a	100	26	25	26	25	2,6E+01	2,5E+01	2,6E+01	2,5E+01	0	18	1,8E+01	1,3E+01
H11	Forage, Courrières	2a	100	0	0	0	0	<1	<1	<1	<1	0	0	<1	<1
H12	Forage, Rollancourt	2a	100	0	0	0	0	<1	<1	<1	<1	0	0	<1	<1
H13	Forage, Lamorlles	2a	100	10	7	10	7	1,0E+01	7,0E+00	1,0E+01	7,0E+00	0	5	5,0E+00	2,0E+00
H14	Forage, Le Quesnoy	2a	100	20	13	20	13	2,0E+01	1,3E+01	2,0E+01	1,3E+01	0	4	4,0E+00	4,0E+00
H15	Forage, Marbaix	2a	100	40	36	40	36	4,0E+01	3,6E+01	4,0E+01	3,6E+01	0	41	4,1E+01	3,1E+01
H16	Forage, Saint-Aubin	2a	100	80	69	80	69	8,0E+01	6,9E+01	8,0E+01	6,9E+01	0	101	1,0E+02	7,6E+01
J1	Forage, Peain	2a	100	25	32	25	32	2,5E+01	3,2E+01	2,5E+01	3,2E+01	0	19	1,9E+01	2,2E+01
J2	Forage, Liévin	2a	100	51	46	51	46	5,1E+01	4,6E+01	5,1E+01	4,6E+01	0	50	5,0E+01	4,0E+01
J3	Forage, Arras	2a	100	11	8	11	8	1,1E+01	8,0E+00	1,1E+01	8,0E+00	0	12	1,2E+01	1,1E+01
J4	Forage, Avion	2a	100	17	12	17	12	1,7E+01	1,2E+01	1,7E+01	1,2E+01	0	20	2,0E+01	1,9E+01
M8	Source, Brulle St Amand	2a	100	11	7	11	7	1,1E+01	7,0E+00	1,1E+01	7,0E+00	5	6	6,0E+00	5,0E+00
N2	Forage, Arras	2a	100	13	6	12	6	1,3E+01	6,0E+00	1,3E+01	6,0E+00	23	2	2,3E+01	2,1E+01
N3	Eau brute, Avion	2a	100	14	7	14	7	1,4E+01	7,0E+00	1,4E+01	7,0E+00	27	4	2,7E+01	2,4E+01
N8	Forage, Penin	2a	100	0	20	0	20	<1	<1	<1	<1	6	16	1,6E+01	9,0E+00
N9	Eau brute, Liévin	2a	100	0	0	0	0	<1	<1	<1	<1	0	0	<1	<1
N13	Forage, Maiz	2a	100	0	0	0	0	<1	<1	<1	<1	0	0	<1	<1
N14	Forage, Ecoust	2a	100	0	0	0	0	<1	<1	<1	<1	0	0	<1	<1
N17	Forage, Billy	2a	100	6	9	6	9	6,0E+00	9,0E+00	6,0E+00	9,0E+00	3	8	3,0E+00	8,0E+00
N18	Eau brute, Volaines	2a	100	7	9	7	9	7,0E+00	9,0E+00	7,0E+00	9,0E+00	0	2	2,0E+00	2,0E+00
N24	Eau brute, Preures	2a	100	0	0	0	0	<1	<1	<1	<1	0	0	<1	<1
O2	Eau brute, Planques	2a	100	10	10	10	10	1,0E+01	1,0E+01	1,0E+01	5,0E+00	0	3	3,0E+00	3,0E+00
O5	Eau brute, Flichin	2a	100	15	18	15	18	1,5E+01	1,8E+01	1,5E+01	7,0E+00	0	2	2,0E+00	6,0E+00
O6	Eau brute, Camblain	2a	100	inc	inc	inc	inc	inc	inc	inc	inc	inc	inc	inc	inc
R2	Eau brute, Arras	2a	100	1	4	1	4	1,0E+00	4,0E+00	1,0E+00	4,0E+00	0	0	<1	<1
R3	Forage, Fremcourt	2a	100	3	1	3	1	3,0E+00	1,0E+00	3,0E+00	1,0E+00	4	0	4,0E+00	5,0E+00
R5	Forage, Noyelles	2a	100	3	3	3	3	3,0E+00	3,0E+00	3,0E+00	3,0E+00	0	0	<1	<1
R6	Forage, Agny	2a	100	0	0	0	0	<1	<1	<1	<1	0	0	<1	<1
S2	Forage, Hulloch	2a	100	0	0	0	0	<1	<1	<1	<1	0	0	<1	<1
S3	Forage, Houdain	2a	100	0	0	0	0	<1	<1	<1	<1	0	0	<1	<1
S8	Forage, Vendin	2a	100	13	11	13	11	1,3E+01	1,1E+01	1,3E+01	8,0E+00	19	2	1,9E+01	1,5E+01
S9	Forage, Mercatel	2a	100	19	18	19	16	1,9E+01	1,8E+01	1,9E+01	1,6E+01	17	29	1,7E+01	3,3E+01
S10	Forage, Wangies	2a	100	33	32	33	32	3,3E+01	3,2E+01	3,3E+01	1,6E+01	4	4	2,3E+01	4,0E+00
S11	Forage, Havincourt	2a	100	31	27	31	27	3,1E+01	2,7E+01	3,1E+01	1,6E+01	17	12	2,5E+01	8,0E+00
T2	Forage, Brias	2a	100	0	1	0	1	<1	<1	<1	<1	0	0	<1	<1
T12	Forage, Valenciennes	2a	100	28	20	28	20	2,8E+01	2,0E+01	2,8E+01	2,0E+01	0	10	1,0E+01	1,0E+01
T13	Forage, St Michel	2a	100	20	30	20	30	2,0E+01	3,0E+01	2,0E+01	3,0E+01	0	16	1,6E+01	1,6E+01
U3	Forage, Solesmes	2a	100	11	8	11	8	1,1E+01	8,0E+00	1,1E+01	8,0E+00	23	7	2,3E+01	7,0E+00
U4	Forage, Saultoir	2a	100	28	26	28	26	2,8E+01	2,6E+01	2,8E+01	2,6E+01	28	6	2,8E+01	6,0E+00
U9	Forage, Maude	2a	100	21	16	21	16	2,1E+01	1,6E+01	2,1E+01	1,6E+01	0	10	1,0E+01	1,0E+01
U10	Forage, Balhaut	2a	100	26	23	26	23	2,6E+01	2,3E+01	2,6E+01	2,3E+01	0	6	6,0E+00	6,0E+00
U11	Forage, Escaudain	2a	100	17	21	17	21	1,7E+01	2,1E+01	1,7E+01	2,1E+01	0	15	1,5E+01	1,8E+01
U12	Forage, Wallers	2a	100	35	37	35	37	3,5E+01	3,7E+01	3,5E+01	3,7E+01	0	15	1,5E+01	1,5E+01
V1	Forage, Saint Pol	2a	100	>100	>100	>100	>100	>100	>100	>100	>100	>100	>100	>100	>100
V2	Forage, Douvrin	2a	100	>100	>100	>100	>100	>100	>100	>100	>100	>100	>100	>100	>100
V3	Forage, Rollancourt	2a	100	>100	>100	>100	>100	>100	>100	>100	>100	>100	>100	>100	>100
V4	Forage, Arras	2a	100	>100	>100	>100	>100	>100	>100	>100	>100	>100	>100	>100	>100
W1	Forage, Bucquoy	2a	100	>100	>100	>100	>100	>100	>100	>100	>100	>100	>100	>100	>100
W2	Forage, Teneur	2a	100	>100	>100	>100	>100	>100	>100	>100	>100	>100	>100	>100	>100
X9	Forage, Estrées	2a	100	9	14	9	14	9,0E+00	1,4E+01	9,0E+00	1,4E+01	9	0	9,0E+00	5,0E+00
X10	Forage, Arras	2a	100	18	19	18	19	1,8E+01	1,9E+01	1,8E+01	1,9E+01	8	1	8,0E+00	1,0E+00
X11	Source, Saint Martin d'Abbeis	2a	100	2	1	2	1	2,0E+00	1,0E+00	2,0E+00	1,0E+00	1	0	1,0E+00	<1

ANNEXE E

EXACTITUDE RELATIVE
-
CALCULS STATISTIQUES

Eaux de réseau
Paramètre E. coli

Ech	Rang	Méthode de référence				Méthode alternative			
		Rep.1	Rep.2	Mxi	sxi interne	Rep.1	Rep.2	Myi	syi interne
M4	1	0,70	0,78	0,73856	0,05599	0,48	1,08	0,77815	0,42572
M5	2	1,23	1,18	1,20327	0,03844	0,95	0,90	0,92867	0,03617
M7	3	0,70	0,70	0,69897	0,00000	0,78	0,48	0,62764	0,21286
N1	4	0,60	0,70	0,65051	0,06853	0,00	0,30	0,15051	0,21286
O1	5	0,70	0,78	0,73856	0,05599	0,00	0,78	0,38908	0,55024
S4	6	0,70	1,04	0,87018	0,24213	0,48	0,70	0,58805	0,15687
S5	7	1,38	1,11	1,24708	0,18828	1,00	0,78	0,88908	0,15687
S6	8	1,36	1,30	1,33138	0,04292	1,28	1,15	1,21244	0,09378
S7	9	1,45	1,20	1,32564	0,17185	1,08	1,20	1,14165	0,08835
T1	10	1,23	1,32	1,27633	0,06489	1,28	1,43	1,35506	0,10791
T4	11	0,48	0,30	0,38908	0,12452	0,60	0,30	0,45154	0,21286
U1	12	1,23	1,26	1,24286	0,01755	0,85	1,08	0,96214	0,16552
U2	13	1,38	1,43	1,40579	0,03617	1,28	1,34	1,31059	0,04502
U17	14	1,76	1,93	1,84896	0,12097	1,77	1,74	1,75561	0,02156
U18	15	1,88	1,87	1,87502	0,00819	1,64	1,88	1,75926	0,16377
U19	16	1,40	1,40	1,39794	0,00000	1,67	1,70	1,68553	0,01900
W3	17	1,38	1,04	1,21080	0,23958	1,32	1,28	1,30049	0,03073
W4	18	1,34	1,11	1,22818	0,16156	1,41	1,34	1,37870	0,05130
W5	19	1,26	1,32	1,28875	0,04734	1,15	1,04	1,09376	0,07406
W6	20	1,34	1,38	1,36132	0,02672	1,45	1,61	1,52997	0,11712

Médiane x	1,24497	0,05599
Moyenne x	1,16646	

Médiane y	1,11771	0,11251
Moyenne y	1,06440	

écart-type de répétabilité global	Srx	0,11410
écart-type de répétabilité robuste	Rob Sw x	0,08301

Sry	0,19730
Rob Sw y	0,16681

R	1,72917
Rob.R	2,00954

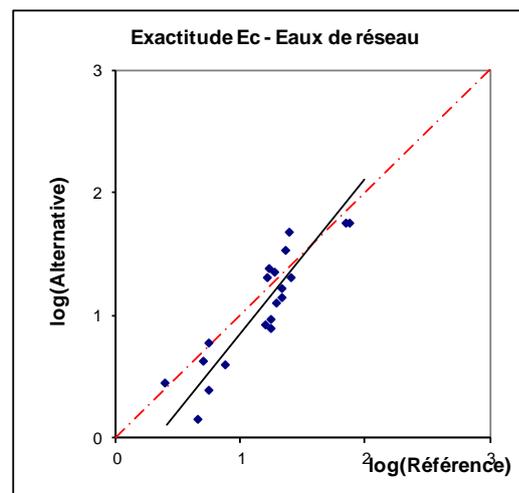
n = 2
q = 20
nq = 40

0,5 < R < 2	GMFR	Calcul sur les moyennes des deux méthodes
R > 2	OLS	
R < 0,5	OLS chgt	

Régression GMFR

Écart-types globaux

Vxi	Vyi	
0,36933	0,34511	
0,00419	0,03815	
0,43709	0,42683	
0,53709	1,71566	
0,36933	1,21487	
0,23419	0,47843	
0,04845	0,08608	
0,05624	0,05263	
0,08021	0,01974	
0,02836	0,18062	
1,22415	0,79648	
0,01198	0,04831	
0,11586	0,12325	
0,94626	0,95601	
1,00419	0,99249	
0,10717	0,77199	
0,06133	0,11242	
0,03372	0,20020	
0,03215	0,00721	
0,07665	0,44724	
Vx	Vy	Vxy
0,14815	0,23112	0,15187
Sx	Sy	
0,38491	0,48075	



Estimation des paramètres

sur les moyennes	
r =	0,90120
b =	1,24901
a =	-0,39252

Ecart-type résiduel par rapport aux points estimés de la régression

Sy:x = 0,304391204

yi estimés	résidus	Smy:x
0,52995	0,24821	0,21524
1,11037	-0,18171	
0,48050	0,14714	
0,41998	-0,26946	
0,52995	-0,14087	
0,69434	-0,10630	
1,16509	-0,27601	
1,27038	-0,05794	
1,26321	-0,12156	
1,20163	0,15343	
0,09344	0,35811	
1,15982	-0,19768	
1,36332	-0,05273	
1,91685	-0,16124	
1,94940	-0,19014	
1,35352	0,33202	
1,11978	0,18071	
1,14149	0,23721	
1,21713	-0,12337	
1,30777	0,22220	

Ecart-types des paramètres

S(a)	0,15719	t(a)	2,49709	p(a=0)	0,02244
S(b)	0,12829	t(b)	1,94101	p(b=1)	0,06808

Répétabilité

= 2,8 Sr

	Méthode de référence	Méthode alternative
Sr	0,11410	0,19730
r	0,31948	0,55244
Rob.Sr	0,08301	0,16681
Rob.r	0,23243	0,46707

Biais

Différences		
	0,03959	
	-0,27460	
	-0,07133	
	-0,50000	
	-0,34949	
	-0,28214	
	-0,35800	
	-0,11894	
	-0,18399	
	0,07872	
	0,06247	
	-0,28072	
	-0,09520	
	-0,09336	
	-0,11577	
	0,28759	
	0,08968	
	0,15051	
	-0,19499	
	0,16865	
D =	-0,10206	moyenne
D =	-0,10548	médiane

Eaux de réseau Paramètre *coliformes*

Ech	Rang	Méthode de référence				Méthode alternative			
		Rep.1	Rep.2	Mxi	sxi interne	Rep.1	Rep.2	Myi	syi interne
M4	1	0,70	0,78	0,73856	0,05599	0,70	1,18	0,93753	0,33738
M5	2	1,26	1,18	1,21568	0,05599	1,08	1,04	1,06029	0,02672
M7	3	0,78	0,70	0,73856	0,05599	0,85	0,60	0,72358	0,17185
N1	4	0,95	1,00	0,97712	0,03236	1,45	1,38	1,41368	0,04734
N4	5	1,76	1,76	1,75965	0,00534	1,58	1,52	1,54915	0,04332
N16	6	0,85	1,00	0,92255	0,10953	0,90	1,00	0,95154	0,06853
O1	7	1,00	1,11	1,05697	0,08057	0,78	1,28	1,02845	0,35398
R1	8	0,30	0,48	0,38908	0,12452	0,00	0,30	0,15051	0,21286
S4	9	0,90	1,08	0,99114	0,12452	1,04	1,18	1,10874	0,09525
S5	10	1,40	1,11	1,25594	0,20082	1,52	1,49	1,50494	0,01920
S6	11	1,46	1,34	1,40241	0,08484	1,62	1,64	1,63335	0,01429
S7	12	1,51	1,30	1,40309	0,14433	1,38	1,56	1,46826	0,12452
T1	13	1,40	1,49	1,44465	0,06606	1,54	1,75	1,64613	0,14433
T4	14	0,48	0,30	0,38908	0,12452	0,60	0,30	0,45154	0,21286
U1	15	1,36	1,34	1,35208	0,01365	1,43	1,49	1,46136	0,04242
U2	16	1,49	1,43	1,46136	0,04242	1,57	1,71	1,63789	0,09855
U17	17	1,76	1,93	1,84896	0,12097	1,77	1,74	1,75561	0,02156
U18	18	1,88	1,87	1,87502	0,00819	1,64	1,88	1,75926	0,16377
X7	19	0,70	0,78	0,73856	0,05599	0,48	0,70	0,58805	0,15687
X8	20	1,00	1,15	1,07306	0,10333	0,70	0,78	0,73856	0,05599

Médiane x	1,14437	0,07331
Moyenne x	1,15168	

Médiane y	1,26121	0,09690
Moyenne y	1,17842	

écart-type de répétabilité global	Srx	0,09452
écart-type de répétabilité robuste	Rob Sw x	0,10870

Sry	0,15513
Rob Sw y	0,14366

R	1,64119
Rob.R	1,32166

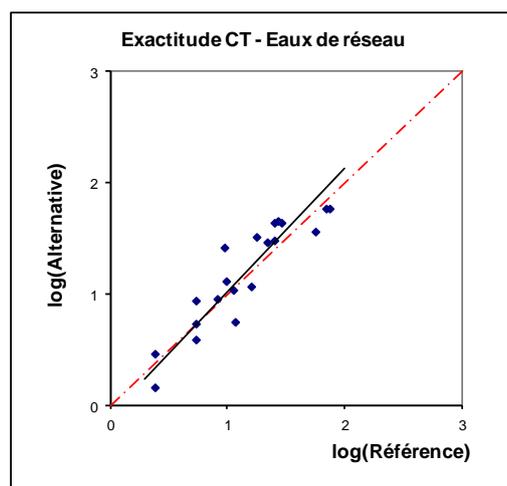
n = 2
q = 20
nq = 40

0,5 < R < 2	GMFR
R > 2	OLS
R < 0,5	OLS chgt

Calcul sur les moyennes des deux méthodes

Régression GMFR Écart-types globaux

Vxi	Vyi	
0,34446	0,22988	
0,01133	0,02863	
0,34446	0,44330	
0,06199	0,11294	
0,73930	0,27675	
0,11700	0,10764	
0,02443	0,17028	
1,17862	2,15849	
0,06705	0,01878	
0,06207	0,21359	
0,13293	0,41413	
0,14725	0,18351	
0,17603	0,45833	
1,17862	1,10201	
0,08051	0,16191	
0,19361	0,43193	
0,98705	0,66675	
1,04653	0,70156	
0,34446	0,72169	
0,02304	0,39009	
Vx	Vy	Vxy
0,18617	0,23057	0,17689
Sx	Sy	
0,43148	0,48018	



Estimation des paramètres

sur les moyennes	
r =	0,91138
b =	1,11287
a =	-0,10324

Ecart-type résiduel par rapport aux points estimés de la régression

Sy:x = 0,291856398

yi estimés	résidus	Smy:x
0,71868	0,21885	0,20637
1,24965	-0,18936	
0,71868	0,00490	
0,98416	0,42952	
1,85502	-0,30587	
0,92343	0,02811	
1,07303	-0,04458	
0,32975	-0,17923	
0,99976	0,10898	
1,29445	0,21048	
1,45745	0,17590	
1,45821	0,01005	
1,50446	0,14167	
0,32975	0,12180	
1,40144	0,05992	
1,52306	0,11483	
1,95441	-0,19880	
1,98341	-0,22415	
0,71868	-0,13063	
1,09094	-0,35238	

Ecart-types des paramètres

S(a)	0,13453	t(a)	0,76739	p(a=0)	0,45280
S(b)	0,10973	t(b)	1,02859	p(b=1)	0,31730

Répétabilité

= 2,8 Sr

	Méthode de référence	Méthode alternative
Sr	0,09452	0,15513
r	0,26467	0,43437
Rob.Sr	0,10870	0,14366
Rob.r	0,30435	0,40225

Biais

Différences		
	0,19897	
	-0,15539	
	-0,01498	
	0,43656	
	-0,21050	
	0,02900	
	-0,02852	
	-0,23856	
	0,11761	
	0,24900	
	0,23094	
	0,06517	
	0,20148	
	0,06247	
	0,10929	
	0,17652	
	-0,09336	
	-0,11577	
	-0,15051	
	-0,33450	
D =	0,02674	moyenne
D =	0,04573	médiane

Eaux embouteillées Paramètre *E. coli*

Ech	Rang	Méthode de référence				Méthode alternative			
		Rep.1	Rep.2	Mxi	sxi interne	Rep.1	Rep.2	Myi	syi interne
E20	1	0,00	0,00	0,00000	0,00000	0,00	0,00	0,00000	0,00000
E22	2	0,00	0,56	0,27815	0,39337	0,00	0,00	0,00000	0,00000
F6	3	0,20	0,20	0,20412	0,00000	0,00	0,08	0,03959	0,05599
F8	4	0,38	0,45	0,41368	0,04734	0,08	0,00	0,03959	0,05599
J5	5	0,90	0,83	0,86780	0,04991	0,75	0,60	0,67512	0,10333
J6	6	1,28	1,27	1,27873	0,00647	1,30	1,18	1,24144	0,08428
P1	7	1,38	1,49	1,43718	0,08057	1,09	1,06	1,07894	0,02048
P2	8	1,76	1,70	1,73143	0,04101	1,50	1,56	1,53039	0,04343
P5	9	1,26	1,12	1,19270	0,10200	0,86	0,98	0,91980	0,08835
P6	10	1,58	1,52	1,54816	0,03822	1,23	1,23	1,22531	0,00000
T16	11	0,51	0,00	0,25257	0,35719	0,00	0,20	0,10206	0,14433
W7	12	1,18	0,86	1,01959	0,22946	0,83	0,90	0,86780	0,04991
W8	13	1,41	1,35	1,38261	0,04577	1,03	1,09	1,06342	0,04242
W9	14	1,56	1,55	1,55388	0,00343	1,37	1,44	1,40320	0,05333
W10	15	0,90	1,00	0,95154	0,06853	0,68	0,60	0,64165	0,05599
W11	16	1,26	1,31	1,28722	0,03169	0,92	1,06	0,99437	0,09912
W12	17	1,56	1,41	1,48227	0,10470	1,11	1,21	1,16103	0,07611
W13	18	0,86	0,83	0,84492	0,01755	0,45	0,08	0,26317	0,26020
W14	19	1,11	0,94	1,02585	0,11507	0,60	0,60	0,60206	0,00000
W15	20	1,36	1,20	1,28103	0,10876	1,00	0,83	0,91625	0,11843

Médiane x	1,10927	0,04862
Moyenne x	1,00167	

Médiane y	0,89203	0,05599
Moyenne y	0,73826	

écart-type de répétabilité global	Srx	0,14212
écart-type de répétabilité robuste	Rob Sw x	0,07209

Sry	0,09017
Rob Sw y	0,08301

R	0,63448
Rob.R	1,15149

n = 2
q = 20
nq = 40

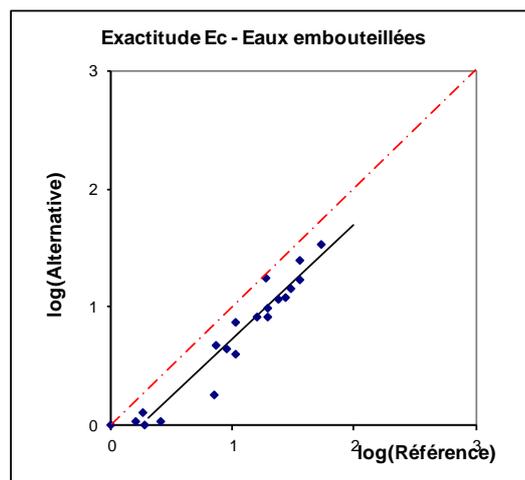
0,5 < R < 2	GMFR
R > 2	OLS
R < 0,5	OLS chgt

Calcul sur les moyennes des deux méthodes

Régression GMFR

Écart-types globaux

Vxi	Vyi	
2,00669	1,09006	
1,20170	1,09006	
1,27218	0,97941	
0,69370	0,97941	
0,03833	0,01865	
0,15356	0,51348	
0,38583	0,23255	
1,06677	1,25684	
0,08338	0,07372	
0,59877	0,47443	
1,24988	0,83033	
0,05330	0,03605	
0,29232	0,21326	
0,60987	0,88713	
0,00972	0,02180	
0,16408	0,14101	
0,47291	0,36326	
0,04945	0,51912	
0,01441	0,03710	
0,16791	0,07739	
Vx	Vy	Vxy
0,27140	0,25218	0,23944
Sx	Sy	
0,52096	0,50218	



Estimation des paramètres

sur les moyennes	
r =	0,96516
b =	0,96394
a =	-0,22729

Ecart-type résiduel par rapport aux points estimés de la régression

Sy:x = 0,192605084

yi estimés	résidus	Smy:x
-0,22729	0,22729	0,13619
0,04083	-0,04083	
-0,03053	0,07012	
0,17148	-0,13189	
0,60922	0,06591	
1,00533	0,23611	
1,15806	-0,07912	
1,44170	0,08870	
0,92239	-0,00259	
1,26504	-0,03973	
0,01618	0,08588	
0,75553	0,11227	
1,10546	-0,04204	
1,27055	0,13265	
0,68994	-0,04829	
1,01351	-0,01914	
1,20153	-0,04050	
0,58716	-0,32399	
0,76156	-0,15950	
1,00754	-0,09129	

Ecart-types des paramètres

S(a)	0,06735	t(a)	3,37457	p(a=0)	0,00338
S(b)	0,05997	t(b)	0,60134	p(b=1)	0,55511

Répétabilité

= 2,8 Sr

	Méthode de référence	Méthode alternative
Sr	0,14212	0,09017
r	0,39792	0,25247
Rob.Sr	0,07209	0,08301
Rob.r	0,20185	0,23243

Biais

Différences	
0,00000	
-0,27815	
-0,16453	
-0,37409	
-0,19268	
-0,03729	
-0,35824	
-0,20103	
-0,27289	
-0,32285	
-0,15051	
-0,15179	
-0,31919	
-0,15068	
-0,30989	
-0,29286	
-0,32124	
-0,58175	
-0,42379	
-0,36477	
D = -0,26341	moyenne
D = -0,28550	médiane

Eaux embouteillées Paramètre *coliformes*

Ech	Rang	Méthode de référence				Méthode alternative			
		Rep.1	Rep.2	Mxi	sxi interne	Rep.1	Rep.2	Myi	syi interne
E20	1	0,00	0,00	0,00000	0,00000	0,00	0,00	0,00000	0,00000
E22	2	0,00	0,56	0,27815	0,39337	0,00	0,00	0,00000	0,00000
F6	3	0,20	0,20	0,20412	0,00000	0,00	0,08	0,03959	0,05599
F8	4	0,38	0,45	0,41368	0,04734	0,08	0,00	0,03959	0,05599
J5	5	0,90	0,83	0,86780	0,04991	0,75	0,60	0,67512	0,10333
J6	6	1,28	1,27	1,27873	0,00647	1,30	1,18	1,24144	0,08428
P1	7	1,38	1,49	1,43718	0,08057	1,09	1,06	1,07894	0,02048
P2	8	1,76	1,70	1,73143	0,04101	1,50	1,56	1,53039	0,04343
P5	9	1,26	1,12	1,19270	0,10200	0,94	0,98	0,96338	0,02672
P6	10	1,58	1,52	1,54816	0,03822	1,26	1,26	1,25527	0,00000
T16	11	0,51	0,00	0,25257	0,35719	0,00	0,20	0,10206	0,14433
W7	12	1,18	0,86	1,01959	0,22946	0,83	0,90	0,86780	0,04991
W8	13	1,41	1,35	1,38261	0,04577	1,03	1,09	1,06342	0,04242
W9	14	1,56	1,55	1,55388	0,00343	1,37	1,44	1,40320	0,05333
W10	15	0,90	1,00	0,95154	0,06853	0,68	0,60	0,64165	0,05599
W11	16	1,26	1,31	1,28722	0,03169	0,92	1,06	0,99437	0,09912
W12	17	1,56	1,41	1,48227	0,10470	1,11	1,21	1,16103	0,07611
W13	18	0,86	0,83	0,84492	0,01755	0,45	0,08	0,26317	0,26020
W14	19	1,11	0,94	1,02585	0,11507	0,60	0,60	0,60206	0,00000
W15	20	1,36	1,20	1,28103	0,10876	1,00	0,83	0,91625	0,11843

Médiane x	1,10927	0,04862
Moyenne x	1,00167	

Médiane y	0,89203	0,05466
Moyenne y	0,74194	

écart-type de répétabilité global	Srx	0,14212
écart-type de répétabilité robuste	Rob Sw x	0,07209

Sry	0,08818
Rob Sw y	0,08104

R	0,62049
Rob.R	1,12415

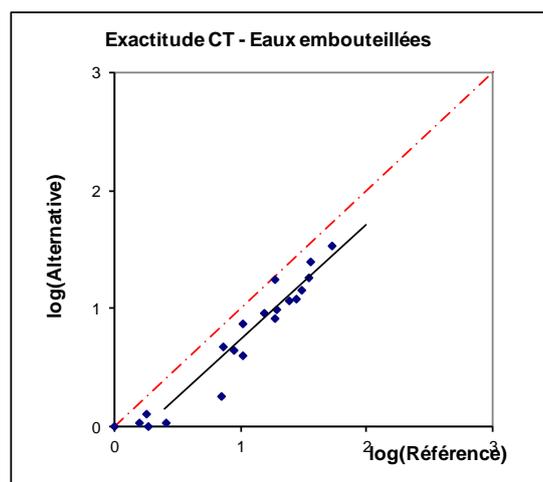
n = 2
q = 20
nq = 40

0,5 < R < 2	GMFR
R > 2	OLS
R < 0,5	OLS chgt

Calcul sur les moyennes des deux méthodes

Régression GMFR Écart-types globaux

Vxi	Vyi	
2,00669	1,10094	
1,20170	1,10094	
1,27218	0,98972	
0,69370	0,98972	
0,03833	0,01960	
0,15356	0,50610	
0,38583	0,22756	
1,06677	1,24522	
0,08338	0,09879	
0,59877	0,52703	
1,24988	0,83972	
0,05330	0,03417	
0,29232	0,20851	
0,60987	0,87738	
0,00972	0,02325	
0,16408	0,13727	
0,47291	0,35707	
0,04945	0,52614	
0,01441	0,03913	
0,16791	0,07480	
Vx	Vy	Vxy
0,27140	0,25444	0,24068
Sx	Sy	
0,52096	0,50442	



Estimation des paramètres

sur les moyennes	
r =	0,96540
b =	0,96824
a =	-0,22792

Ecart-type résiduel par rapport aux points estimés de la régression

Sy:x = 0,192840377

yi estimés	résidus	Smy:x
-0,22792	0,22792	0,13636
0,04140	-0,04140	
-0,03028	0,06987	
0,17263	-0,13304	
0,61232	0,06281	
1,01019	0,23124	
1,16361	-0,08467	
1,44851	0,08188	
0,92689	0,03648	
1,27107	-0,01580	
0,01663	0,08543	
0,75928	0,10852	
1,11078	-0,04735	
1,27660	0,12660	
0,69340	-0,05175	
1,01842	-0,02405	
1,20727	-0,04624	
0,59016	-0,32699	
0,76534	-0,16328	
1,01242	-0,09616	

Ecart-types des paramètres

S(a)	0,06744	t(a)	3,37982	p(a=0)	0,00334
S(b)	0,06005	t(b)	0,52896	p(b=1)	0,60329

Répétabilité

= 2,8 Sr

	Méthode de référence	Méthode alternative
Sr	0,14212	0,08818
r	0,39792	0,24691
Rob.Sr	0,07209	0,08104
Rob.r	0,20185	0,22691

Biais

Différences	
0,00000	
-0,27815	
-0,16453	
-0,37409	
-0,19268	
-0,03729	
-0,35824	
-0,20103	
-0,22932	
-0,29289	
-0,15051	
-0,15179	
-0,31919	
-0,15068	
-0,30989	
-0,29286	
-0,32124	
-0,58175	
-0,42379	
-0,36477	
D = -0,25974	moyenne
D = -0,28550	médiane

Eaux de sources
Paramètre E. col

Rang	Méthode de référence				Méthode alternative			
	Rep.1	Rep.2	Mxi	sxi interne	Rep.1	Rep.2	Myi	syi interne
1	0,30	0,48	0,38908	0,12452	0,00	0,30	0,15051	0,21286
2	0,85	0,70	0,77203	0,10333	0,78	0,70	0,73856	0,05599
3	1,08	0,78	0,92867	0,21286	0,30	0,00	0,15051	0,21286
4	1,08	0,78	0,92867	0,21286	0,60	0,00	0,30103	0,42572
5	0,70	0,70	0,69897	0,00000	0,48	0,48	0,47712	0,00000
6	0,85	0,95	0,89967	0,07718	0,30	0,48	0,38908	0,12452
7	0,85	0,90	0,87409	0,04101	0,30	0,60	0,45154	0,21286
8	1,18	1,20	1,19011	0,01982	1,28	1,18	1,22742	0,07259
9	1,23	1,20	1,21728	0,01862	0,60	1,08	0,84062	0,33738
10	1,20	1,15	1,17512	0,04101	0,90	1,08	0,99114	0,12452
11	1,45	1,30	1,37409	0,10333	1,00	1,28	1,13938	0,19711
12	1,30	1,48	1,38908	0,12452	1,20	1,26	1,22970	0,03617
13	0,90	0,78	0,84062	0,08835	0,85	0,70	0,77203	0,10333
14	1,40	1,38	1,38908	0,01254	0,78	1,30	1,03959	0,36973
15	0,85	0,85	0,84510	0,00000	0,90	1,00	0,95154	0,06853
16	0,90	1,00	0,95154	0,06853	1,20	1,15	1,17512	0,04101
17	1,08	1,08	1,07918	0,00000	1,40	1,15	1,27203	0,17806
18	1,11	1,18	1,14502	0,04395	1,34	1,18	1,25926	0,11761
19	1,08	0,90	0,99114	0,12452	1,08	1,15	1,11265	0,04734
20	1,20	1,04	1,12276	0,11507	1,34	1,41	1,37870	0,05130

Médiane x	0,97134	0,07285
Moyenne x	1,01006	

Médiane y	0,97134	0,12106
Moyenne y	0,85238	

écart-type de répétabilité global	Srx	0,09909
écart-type de répétabilité robuste	Rob Sw x	0,10801

Sry	0,18904
Rob Sw y	0,17949

R	1,90779
Rob.R	1,66181

n = 2
q = 20
nq = 40

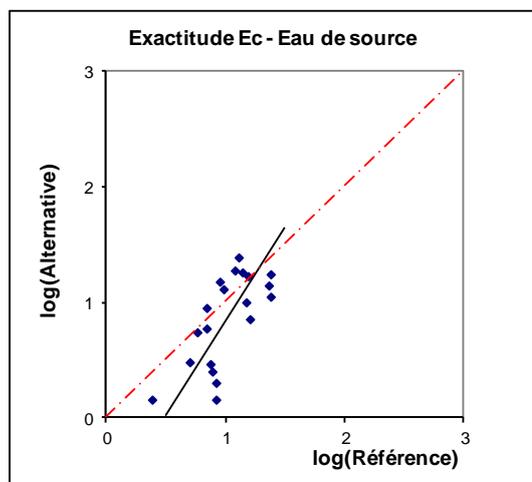
0,5 < R < 2	GMFR
R > 2	OLS
R < 0,5	OLS chgt

Calcul sur les moyennes des deux méthodes

Régression GMFR

Écart-types globaux

Vxi	Vyi	
0,78676	1,03053	
0,12399	0,02904	
0,05856	1,03053	
0,05856	0,78921	
0,19356	0,28163	
0,03033	0,44480	
0,03866	0,36664	
0,06522	0,28659	
0,08623	0,11410	
0,05617	0,05401	
0,27571	0,20359	
0,30280	0,28605	
0,06523	0,02359	
0,28746	0,20680	
0,05443	0,02436	
0,01154	0,21001	
0,00955	0,38393	
0,03836	0,34493	
0,01622	0,13773	
0,03864	0,55666	
Vx	Vy	Vxy
0,06661	0,17448	0,06552
Sx	Sy	
0,25810	0,41771	



Estimation des paramètres

sur les moyennes	
r =	0,68531
b =	1,61841
a =	-0,78232

Ecart-type résiduel par rapport aux points estimés de la régression

Sy:x = 0,465303419

yi estimés	résidus	Smy:x
-0,15263	0,30315	0,32902
0,46715	0,27141	
0,72064	-0,57013	
0,72064	-0,41961	
0,34890	0,12822	
0,67371	-0,28464	
0,63232	-0,18078	
1,14376	0,08367	
1,18774	-0,34712	
1,11951	-0,12838	
1,44153	-0,30215	
1,46577	-0,23608	
0,57815	0,19389	
1,46577	-0,42618	
0,58539	0,36615	
0,75767	0,41745	
0,96424	0,30780	
1,07079	0,18847	
0,82174	0,29091	
1,03476	0,34394	

Ecart-types des paramètres

S(a)	0,30442	t(a)	2,56985	p(a=0)	0,01928
S(b)	0,29245	t(b)	2,11454	p(b=1)	0,04868

Répétabilité

= 2,8 Sr

	Méthode de référence	Méthode alternative
Sr	0,09909	0,18904
r	0,27745	0,52931
Rob.Sr	0,10801	0,17949
Rob.r	0,30243	0,50257

Biais

Différences	
-0,23856	
-0,03347	
-0,77815	
-0,62764	
-0,22185	
-0,51059	
-0,42255	
0,03732	
-0,37666	
-0,18399	
-0,23472	
-0,15938	
-0,06859	
-0,34949	
0,10645	
0,22358	
0,19285	
0,11424	
0,12152	
0,25594	
D = -0,15769	moyenne
D = -0,17168	médiane

Eaux de sources Paramètre *coliformes*

Ech	Niveau	Méthode de référence				Méthode alternative			
		Rep.1	Rep.2	Mxi	sxi interne	Rep.1	Rep.2	Myi	syi interne
E18	1	0,30	0,48	0,38908	0,12452	0,00	0,30	0,15051	0,21286
F2	2	0,30	0,00	0,15051	0,21286	0,60	0,60	0,60206	0,00000
M8	3	1,04	0,85	0,94325	0,13880	1,04	0,95	0,99782	0,06162
N2	4	1,11	0,78	0,94605	0,23744	1,40	1,32	1,36008	0,05354
N3	5	1,15	0,85	0,99561	0,21286	1,49	1,38	1,43579	0,07860
N17	6	0,78	0,95	0,86620	0,12452	0,48	0,90	0,69011	0,30121
N18	7	0,85	0,95	0,89967	0,07718	1,00	0,90	0,95154	0,06853
O2	8	1,00	1,00	1,00000	0,00000	0,48	0,48	0,47712	0,00000
O3	9	1,18	1,26	1,21568	0,05599	0,30	0,48	0,38908	0,12452
R2	10	0,00	0,60	0,30103	0,42572	0,00	0,48	0,23856	0,33738
R3	11	0,48	0,00	0,23856	0,33738	0,60	0,70	0,65051	0,06853
S8	12	1,11	1,04	1,07767	0,05130	1,32	1,28	1,30049	0,03073
S9	13	1,28	1,26	1,26701	0,01660	1,56	1,68	1,61877	0,08835
S10	14	1,52	1,51	1,51183	0,00945	1,36	1,68	1,52148	0,22593
S11	15	1,49	1,43	1,46136	0,04242	1,40	1,46	1,43017	0,04558
T12	16	1,45	1,30	1,37409	0,10333	1,00	1,28	1,13938	0,19711
T13	17	1,30	1,48	1,38908	0,12452	1,20	1,26	1,22970	0,03617
U3	18	1,04	1,04	1,04139	0,00000	1,48	1,23	1,35379	0,17442
U4	19	1,45	1,41	1,43107	0,02276	1,53	1,70	1,61522	0,11843
X9	20	0,95	1,15	1,05019	0,13568	0,95	0,70	0,82661	0,18050
X10	21	1,26	1,28	1,26701	0,01660	0,95	1,00	0,97712	0,03236
X11	22	0,30	0,00	0,15051	0,21286	0,00	0,00	0,00000	0,00000

Médiane x	1,02070	0,11392
Moyenne x	0,95304	

Médiane y	0,98747	0,07356
Moyenne y	0,95254	

écart-type de répétabilité global	Srx	0,16472
écart-type de répétabilité robuste	Rob Sw x	0,16890

Sry	0,14581
Rob Sw y	0,10906

R	0,88518
Rob.R	0,64571

n = 2
q = 22
nq = 44

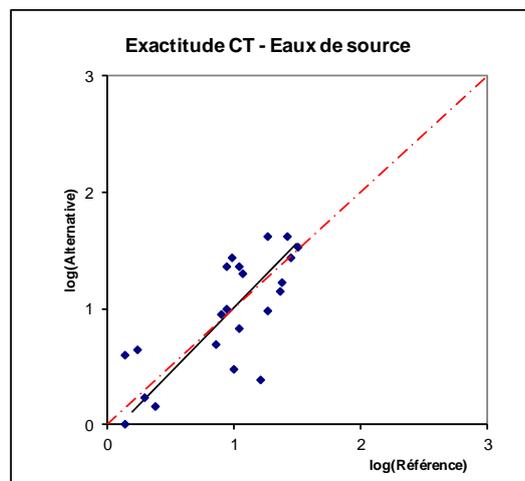
0,5 < R < 2	GMFR
R > 2	OLS
R < 0,5	OLS chgt.

Calculé sur les moyennes des deux méthodes

Régression GMFR

Ecart-types globaux

Vxi	Vyi	
0,65161	1,33180	
1,33340	0,24567	
0,01946	0,00790	
0,05648	0,33504	
0,04893	0,47323	
0,03059	0,22847	
0,01165	0,00470	
0,00441	0,45205	
0,14110	0,65049	
1,03147	1,13336	
1,13478	0,18714	
0,03370	0,24308	
0,19744	0,89553	
0,62459	0,69844	
0,51859	0,45833	
0,36525	0,10867	
0,39576	0,15494	
0,01561	0,35242	
0,45754	0,89233	
0,03728	0,06430	
0,19744	0,00226	
1,33340	1,81467	
Vx	Vy	Vxy
0,20094	0,24965	0,15498
Sx	Sy	
0,44826	0,49965	



Estimation des paramètres

sur les moyennes	
r =	0,75039
b =	1,11462
a =	-0,10974

Ecart-type résiduel par rapport aux points estimés de la régression

Sy:x =	0,502915496
--------	-------------

yi estimés	résidus	Smy:x
0,32393	-0,17342	0,35561
0,05803	0,54403	
0,94163	0,05619	
0,94475	0,41533	
1,00000	0,43579	
0,85575	-0,16564	
0,89306	0,05849	
1,00489	-0,52776	
1,24529	-0,85621	
0,22580	0,01276	
0,15617	0,49435	
1,09146	0,20903	
1,30250	0,31627	
1,57539	-0,05390	
1,51913	-0,08896	
1,42186	-0,28248	
1,43856	-0,20886	
1,05102	0,30276	
1,48536	0,12986	
1,06082	-0,23422	
1,30250	-0,32538	
0,05803	-0,05803	

Ecart-types des paramètres

S(a)	0,18157	t(a)	0,60438	p(a=0)	0,55239
S(b)	0,17312	t(b)	0,66212	p(b=1)	0,51545

Répétabilité

= 2,8 Sr

	Méthode de référence	Méthode alternative
Sr	0,16472	0,14581
r	0,46121	0,40826
Rob.Sr	0,16890	0,10906
Rob.r	0,47292	0,30537

Biais

Différences	
-0,23856	
0,45154	
0,05457	
0,41403	
0,44017	
-0,17609	
0,05187	
-0,52288	
-0,82661	
-0,06247	
0,41195	
0,22282	
0,35176	
0,00965	
-0,03119	
-0,23472	
-0,15938	
0,31239	
0,18416	
-0,22358	
-0,28989	
-0,15051	
D = -0,00050	moyenne
D = -0,01077	médiane

ANNEXE F

DETERMINATION DES LIMITES
DE DETECTION ET DE QUANTIFICATION

**RESULTATS DETAILLES OBTENUS POUR LA DETERMINATION
DES LIMITES DE DETECTION (LOD) ET DE QUANTIFICATION (LOQ)**

Limite de détection Eau de réseau (catégorie 1a)

Souche utilisée : *E. coli* (eau de réseau, Bruille-Saint-Amand, référence : Ec3e)

↷ Résultats de la méthode alternative COMPASS® cc Agar

Niveau d'inoculation (UFC/100 mL)	IC*	4.1 Réplicats (nombre de colonies par gélose COMPASS® cc Agar)						Résultat
		1	2	3	4	5	6	
0,52	0,447-0,613	1	1	Ø	Ø	Ø	Ø	2/4
1,05	0,893-1,123	2	1	1	1	Ø	Ø	4/6
1,83	1,522-2,122	2	3	3	1	3	5	6/6

Limite de détection Eau embouteillée (catégorie 2a)

Souche utilisée : *E. coli* (eau douce (puits), Lille, référence : Ec2e)

↷ Résultats de la méthode alternative COMPASS® cc Agar

Niveau d'inoculation (UFC/250 mL) et / 100 mL	IC*	4.2 Réplicats (nombre de colonies par gélose COMPASS® cc Agar)						Résultat
		1	2	3	4	5	6	
0,72	0,62-0,82	1	Ø	Ø	Ø	Ø	1	2/6
1,44	1,24-1,65	3	2	Ø	3	Ø	Ø	3/6
3,95	3,50-4,40	1	3	3	4	3	6	6/6

* IC : intervalle de confiance selon la loi de Poisson

**RESULTATS DETAILLES OBTENUS POUR LA DETERMINATION
DES LIMITES DE DETECTION (LOD) ET DE QUANTIFICATION (LOQ)**

Limite de détection Eau de source non embouteillée (catégorie 2a)

Souche utilisée : *Citrobacter youngae* (eau de cressonnière, Lillers, référence : Cit3e)

↳ Résultats de la méthode alternative COMPASS® cc Agar

Niveau d'inoculation (UFC/100 mL)	IC*	4.3 Réplicats (nombre de colonies par gélose COMPASS® cc Agar)						Résultat
		1	2	3	4	5	6	
0,74	0,67-0,81	1	∅	∅	∅	1	∅	2/6
1,48	1,35-1,62	∅	∅	∅	1	1	1	3/6
3,11	2,77-3,48	1	3	4	3	∅	∅	4/6
4,50	3,82-5,36	2	1	3	2	2	1	6/6

* IC : intervalle de confiance selon la loi de Poisson

ANNEXE G
ETUDE COLLABORATIVE
RESULTATS
DU LABORATOIRE EXPERT
ET
DES LABORATOIRES PARTICIPANTS

Laboratoire	Niveau 1				Niveau 2				Niveau 3			
	Méthode de référence		Méthode alternative		Méthode de référence		Méthode alternative		Méthode de référence		Méthode alternative	
	Résultat 1	Résultat 2	Résultat 1	Résultat 2	Résultat 1	Résultat 2	Résultat 1	Résultat 2	Résultat 1	Résultat 2	Résultat 1	Résultat 2
A	14	6	7	8	25	26	20	23	104	70	96	78
B	<1	1	8	7	26	13	29	22	20	42	69	58
C	10	5	10	7	26	30	21	26	108	70	91	80
D	8	9	8	12	21	17	23	28	60	82	73	75
E	11	8	6	2	33	26	36	25	88	96	92	80
F	12	12	5	5	24	28	26	29	88	91	92	89
G	7	18	7	15	27	31	27	29	114	95	79	92
H	8	9	9	2	32	32	36	24	90	94	110	109
I	10	5	13	14	29	19	31	23	98	86	82	86
J	12	10	4	7	36	26	21	16	94	101	102	93
K	14	9	5	20	16	30	30	22	86	82	75	73
L	5	4	10	11	25	17	18	26	76	69	70	68
M	7	14	8	8	25	37	23	25	85	95	>100	60
N	5	5	13	5	23	22	17	25	91	91	91	92
O	9	9	12	5	23	28	17	29	102	85	75	84

log

Laboratoire	Niveau 1				Niveau 2				Niveau 3			
	Méthode de référence		Méthode alternative		Méthode de référence		Méthode alternative		Méthode de référence		Méthode alternative	
	Résultat 1	Résultat 2	Résultat 1	Résultat 2	Résultat 1	Résultat 2	Résultat 1	Résultat 2	Résultat 1	Résultat 2	Résultat 1	Résultat 2
A	1,15	0,78	0,85	0,90	1,40	1,41	1,30	1,36	2,02	1,85	1,98	1,89
B		0,00	0,90	0,85	1,41	1,11	1,46	1,34	1,30	1,62	1,84	1,76
C	1,00	0,70	1,00	0,85	1,41	1,48	1,32	1,41	2,03	1,85	1,96	1,90
D	0,90	0,95	0,90	1,08	1,32	1,23	1,36	1,45	1,78	1,91	1,86	1,88
E	1,04	0,90	0,78	0,30	1,52	1,41	1,56	1,40	1,94	1,98	1,96	1,90
F	1,08	1,08	0,70	0,70	1,38	1,45	1,41	1,46	1,94	1,96	1,96	1,95
G	0,85	1,26	0,85	1,18	1,43	1,49	1,43	1,46	2,06	1,98	1,90	1,96
H	0,90	0,95	0,95	0,30	1,51	1,51	1,56	1,38	1,95	1,97	2,04	2,04
I	1,00	0,70	1,11	1,15	1,46	1,28	1,49	1,36	1,99	1,93	1,91	1,93
J	1,08	1,00	0,60	0,85	1,56	1,41	1,32	1,20	1,97	2,00	2,01	1,97
K	1,15	0,95	0,70	1,30	1,20	1,48	1,48	1,34	1,93	1,91	1,88	1,86
L	0,70	0,60	1,00	1,04	1,40	1,23	1,26	1,41	1,88	1,84	1,85	1,83
M	0,85	1,15	0,90	0,90	1,40	1,57	1,36	1,40	1,93	1,98		1,78
N	0,70	0,70	1,11	0,70	1,36	1,34	1,23	1,40	1,96	1,96	1,96	1,96
O	0,95	0,95	1,08	0,70	1,36	1,45	1,23	1,46	2,01	1,93	1,88	1,92