**Traitement statistique des résultats
d'une étude circulaire interlaboratoires,
concernant le dosage de pesticides organochlorés
dans le lait et les produits laitiers**

par

R. VAN RENTERGHEM (*), R. MOERMANS, D. BILLIET, J. BRACK,
H. DE MOOR, A. GUYOT, W. LAUREYS, P. MANNAERT,
H. RODERBOURG, M. VAN BELLEGHEM et W. VAN HAVER

I. INTRODUCTION

Les problèmes soulevés par la présence de pesticides organochlorés dans le lait et les produits laitiers ont retenu l'attention de plusieurs laboratoires d'analyse, aussi bien du secteur privé (industrie) que du secteur public (recherche, contrôle). Alors que la législation impose des exigences précises à propos des quantités maximales de résidus tolérées, il reste plusieurs questions sans réponse à propos de la précision de l'analyse elle-même. La détermination quantitative de ces composés dans le lait et les produits laitiers entraîne en effet une série de problèmes, propres à l'analyse des résidus. Les laboratoires concernés ont dès lors vu la nécessité de se contrôler eux-mêmes, au moyen d'analyses circulaires. Des contacts s'établirent donc entre les laboratoires belges qui effectuent régulièrement le dosage des pesticides organochlorés dans le lait et les produits laitiers, et ceux-ci organisèrent une analyse circulaire, dont la Station Laitière de l'Etat à Melle assura la coordination.

Un des objectifs de départ était également d'apporter une aide aux laboratoires qui commençaient à effectuer ce genre d'analyse.

Comme l'on recherchait aussi une méthode de dosage qui puisse être normalisée, l'on s'efforça également d'obtenir une uniformisation des modes opératoires et du matériel, afin qu'il soit possible de contrôler sa validité en vue de la normalisation.

(*) Rijkszuivelstation, Brusselsesteenweg, 370, 9230 Melle (Belgique).
Dir. : Ir. M. Naudts.

II. MATERIEL ET METHODES

II.1. Laboratoires

Les laboratoires suivants ont apporté leur collaboration : Comelco S.V. (W. Laureys), Corman S.A., (H. Roderbourg), Institut Agricole de la Province de Hainaut à Ath (J. Brack), Institut d'Hygiène et d'Epidémiologie (W. Van Haver), Laboratoire de l'Office National du Lait à Gembloux (P. Mannaert), Laboratoire de l'Office National de Lait à Melle (M. Van Belleghem), Laboratoire de Chimie Alimentaire de l'Université de l'Etat à Gand (H. De Moor), Station Laitière de l'Etat à Gembloux (A. Guyot), Station Laitière de l'Etat à Melle (R. Van Renterghem), Jacky S.V. (D. Billiet).

L'étude ne porte que sur les résultats de sept des dix laboratoires, car les autres laboratoires n'ont pas procédé à l'analyse de tous les échantillons. Les analyses statistiques ont été élaborées par Ir. R. Moermans du Bureau de Biométrie du Centre de Recherches Agonomiques de l'Etat à Gand.

II.2. Echantillons

Cette étude n'a porté que sur des échantillons contaminés par la voie physiologique. Les échantillons ont été choisis généralement sur base d'un degré de contamination suffisant.

Trente et un échantillons ont été analysés au total, à savoir : huit beurres, sept laits, huit laits en poudre et huit fromages.

II.3. Mode opératoire

A côté de différences mineures dans le mode opératoire suivi, tous les laboratoires ont employé une purification (clean-up) sur colonne d'oxyde d'aluminium, suivi d'une identification et d'un dosage par chromatographie en phase gazeuse, avec détecteur à capture d'électrons.

Au début, certains laboratoires ont préféré procéder à une partition liquide-liquide préalablement à la purification sur colonne d'oxyde d'aluminium.

Durant l'analyse circulaire, la tendance a été à l'uniformisation du mode opératoire, si bien que finalement tous les laboratoires employaient la même méthode. Celle-ci a été proposée, en vue de sa normalisation, à l'Institut Belge de Normalisation. La méthode est décrite en détail dans le projet de norme NBN V21-017.

Afin d'éviter les erreurs qui seraient dues à l'emploi de solutions standard différentes, toutes les analyses ont été faites par rapport à la même solution standard, envoyée à tous les laboratoires participants. Les laboratoires devaient réaliser pour chaque échantillon deux analyses indépendantes et séparées dans le temps.

II.4. Analyse statistique

Sept laboratoires ont communiqué des résultats de 31 échantillons. Les calculs sont basés sur la moyenne des deux déterminations. Par pesticide, on a seulement pris en considération les échantillons pour lesquels les sept laboratoires avaient remis au moins un résultat pour ce pesticide déterminé :

— par échantillon (et par pesticide) on a, au moyen du test de Dixon (De Jonge, 1960) recherché les valeurs aberrantes éventuelles, c'est-à-dire les valeurs qui n'ont au point de vue statistique qu'une faible probabilité ($\alpha = 0,01$) d'appartenir à la population des résultats des autres laboratoires pour cet échantillon et ce pesticide. Les valeurs aberrantes mises en évidence ont été attribuées au laboratoire correspondant. La moyenne des résultats de tous les laboratoires, à l'exclusion des valeurs aberrantes trouvées, est considérée comme la teneur réelle, de l'échantillon.

Par contre, pour tous les calculs ultérieurs, il a été tenu compte des valeurs aberrantes, afin de ne pas donner une image faussement optimiste de la méthode ;

— en comparant les moyennes des laboratoires, on peut rechercher les écarts systématiques. Pour ce faire, on a utilisé le test de Friedman ($\alpha = 0,01$) (Connover, 1971). La préférence a été donnée à ce test non paramétrique, parce que les exigences à la base d'une étude de la variance n'étaient pas toujours satisfaites. Dans ce test, la valeur numérique de l'observation est remplacée par un numéro d'ordre ;

— afin de vérifier si un laboratoire n'a pas une plus grande dispersion de ses résultats par rapport aux autres laboratoires, on a comparé les variances intra-laboratoires au moyen du test de Bartlett (Ostle, 1972), ($\alpha = 0,01$). Comme on ne dispose par laboratoire que d'une observation pour l'échantillon, on calcule la variance selon $\sum_i (x_i - m_i)^2 / n$, où x_i est l'observation et m_i la moyenne pour l'échantillon donné. Si l'on ne peut accepter l'hypothèse d'égalité des variances, on recherche si cela est causé par une variance trop élevée.

III. RESULTATS

Les résultats sont rassemblés par pesticide dans les tableaux 1 à 10, où apparaissent, par laboratoire et par produit, la moyenne des résultats et leur écart-type.

On a calculé, pour les moyennes et les écarts-types ainsi obtenus, leur moyenne par produit pour l'ensemble des laboratoires et par laboratoire pour l'ensemble des produits. Les valeurs aberrantes selon le test de Dixon sont renseignées, pour le laboratoire et le produit concerné. Au total, quarante et un résultats furent considérés comme aberrants (environ 2 p. 100 des valeurs communiquées).

TABLEAU 1

Hexachlorobenzène : moyennes des résultats (en mg/kg matière grasse) et écarts-types par laboratoire et par produit

Produit	N° laboratoire							Moyennes (valeurs aberrantes exclues)
	1	2	3	4	5	6	7	
Beurre (sept échantillons)	0,0485 (0,0062)	0,0450 (0,0072)	0,0457 (0,0078)	0,0385 (0,0086)	0,0464 (0,0043)	0,0392 (0,0077)	0,0464 (0,0103)	0,0442 (0,0077)
Lait (sept échantillons)	0,0950 (0,0242)	0,0964 (0,0169)	0,1014 (0,0341)	0,0764 (0,0267)	0,0985 (0,0141)	0,0735 (0,0175)	0,0757 (0,0540)	0,0881 (0,0297)
Lait en poudre (huit échantillons)	0,0606 (0,0072)	0,0712 (0,0189)	0,0537 (0,0116)	0,0518 (0,0087)	0,0625 (0,0096)	0,0500 (0,0096)	0,0556 (0,0082)	0,0579 (0,0112)
Fromage (sept échantillons)	0,0557 (0,0062)	0,0550 (0,0176)	0,0492 (0,0113)	0,0442 (0,0105)	0,0550 (0,0075)	0,0521 (0,0034)	0,0528 (0,0090)	0,0520 (0,0102)
Moyennes	0,0648 (0,0132)	0,0670 (0,0160)	0,0622 (0,0191)	0,0527 (0,0154)	0,0655 (0,0096)	0,0536 (0,0108)	0,0576 (0,0277)	0,0605

* : Nombre de valeurs aberrantes.

italique : Variance trop élevée.

TABLEAU 2

α -hexachlorocyclohexane : moyennes des résultats (en mg/kg matière grasse) et écarts-types par laboratoire et par produit

Produit	N° laboratoire							Moyennes (valeurs aberrantes exclues)
	1	2	3	4	5	6	7	
Beurre (sept échantillons)	0,0378 (0,0035)	0,0407 (0,0054)	0,0428 (0,0123)	0,0378* (0,0056)	0,0350 (0,0061)	0,0400 (0,0055)	0,0357 (0,0086)	0,0385 (0,0072)
Lait (six échantillons)	0,0366 (0,0066)	0,0383 (0,0065)	0,0383* (0,0172)	0,0266 (0,0101)	0,0325 (0,0074)	0,0341 (0,0061)	0,0350 (0,0043)	0,0345 (0,0092)
Lait en poudre (huit échantillons)	0,0481 (0,0085)	0,0675* (0,0508)	0,0475 (0,0101)	0,0400 (0,0110)	0,0425 (0,0092)	0,0425 (0,0079)	0,0350 (0,0120)	0,0462 (0,0213)
Fromage (sept échantillons)	0,0621 (0,0063)	0,0857* (0,0488)	0,0721 (0,0214)	0,0492 (0,0174)	0,0528 (0,0128)	0,0635 (0,0096)	0,0464 (0,0252)	0,0617 (0,0241)
Moyennes	0,0466 (0,0066)	0,0591 (0,0367)	0,0505 (0,0156)	0,0389 (0,0118)	0,0411 (0,0093)	0,0453 (0,0075)	0,0380 (0,0149)	0,0456

* : Nombre de valeurs aberrantes.

italique : Variance trop élevée.

TABLEAU 3

β -hexachlorocyclohexane : moyennes des résultats (en mg/kg matière grasse) et écarts-types par laboratoire et par produit

Produit	N° laboratoire							Moyennes (valeurs aberrantes exclues)
	1	2	3	4	5	6	7	
Beurre (cinq échantillons)	0,0450** (0,0328)	0,0160 (0,0067)	0,0400*** (0,0255)	0,0180 (0,0023)	0,0160 (0,0065)	0,0160 (0,0068)	0,0150 (0,0065)	0,0237 (0,0165)
Lait (quatre échantillons)	0,0525 (0,0288)	0,0350 (0,0279)	0,0600* (0,0466)	0,0212 (0,0114)	0,0200 (0,0120)	0,0225 (0,0142)	0,0137 (0,0183)	0,0321 (0,0256)
Lait en poudre (cinq échantillons)	0,0620 (0,0404)	0,0440 (0,0098)	0,0690 (0,0331)	0,0260 (0,0234)	0,0280 (0,0170)	0,0350 (0,0155)	0,0190 (0,0243)	0,0404 (0,0253)
Fromage (sept échantillons)	0,0950** (0,0571)	0,0650 (0,0177)	0,0907*** (0,0428)	0,0357 (0,0371)	0,0592 (0,0147)	0,0607 (0,0159)	0,0428 (0,0234)	0,0642 (0,0334)
Moyennes	0,0671 (0,0435)	0,0426 (0,0169)	0,0676 (0,0379)	0,0264 (0,0248)	0,0340 (0,0134)	0,0367 (0,0138)	0,0250 (0,0200)	0,0428

* : Nombre de valeurs aberrantes.

italique : Variance trop élevée.

TABLEAU 4

γ-hexachlorocyclohexane : moyennes des résultats (en mg/kg matière grasse) et écarts-types par laboratoire et par produit

Produit	N° laboratoire							Moyennes (valeurs aberrantes exclues)
	1	2	3	4	5	6	7	
Beurre (sept échantillons)	0,0292 (0,0035)	0,0271 (0,0039)	0,0285* (0,0128)	0,0271 (0,0038)	0,0235 (0,0058)	0,0242 (0,0058)	0,0278* (0,0052)	0,0268 (0,0066)
Lait (sept échantillons)	0,0385 (0,0041)	0,0457 (0,0210)	0,0571* (0,0243)	0,0271 (0,0142)	0,0292 (0,0190)	0,0357 (0,0044)	0,0328 (0,0061)	0,0380 (0,0154)
Lait en poudre (huit échantillons)	0,0325 (0,0070)	0,0393* (0,0358)	0,0456* (0,0220)	0,0362 (0,0154)	0,0318 (0,0061)	0,0281 (0,0049)	0,0237 (0,0084)	0,0339 (0,0177)
Fromage (huit échantillons)	0,0287 (0,0038)	0,0268 (0,0062)	0,0275 (0,0084)	0,0268 (0,0052)	0,0250* (0,0045)	0,0275 (0,0041)	0,0243** (0,0070)	0,0267 (0,0058)
Moyennes	0,0321 (0,0049)	0,0346 (0,0214)	0,0395 (0,0180)	0,0294 (0,0110)	0,0274 (0,0104)	0,0288 (0,0048)	0,0269 (0,0069)	0,0313

* : Nombre de valeurs aberrantes.

italique : Variance trop élevée.

TABLEAU 5

Heptachlore-époxyde : moyennes des résultats (en mg/kg matière grasse) et écarts-types par laboratoire et par produit

Produit	N° laboratoire							Moyennes (valeurs aberrantes exclues)
	1	2	3	4	5	6	7	
Beurre (huit échantillons)	0,0881 (0,0125)	0,0906 (0,0139)	0,0887 (0,0187)	0,0756 (0,0101)	0,0812 (0,0095)	0,0850 (0,0094)	0,0812 (0,0157)	0,0843 (0,0132)
Lait (sept échantillons)	0,0764 (0,0121)	0,0750 (0,0074)	0,0928 (0,0329)	0,0614 (0,0313)	0,0685 (0,0106)	0,0671 (0,0114)	0,0671 (0,0107)	0,0726 (0,0194)
Lait en poudre (huit échantillons)	0,1075 (0,0266)	0,1137 (0,0400)	0,1256 (0,0342)	0,0900 (0,0256)	0,0950 (0,0187)	0,0937 (0,0179)	0,0868 (0,0239)	0,1018 (0,0277)
Fromage (huit échantillons)	0,1043** (0,0180)	0,1062 (0,0228)	0,1087* (0,0229)	0,0831 (0,0169)	0,0956 (0,0063)	0,0987 (0,0127)	0,0900 (0,0131)	0,0981 (0,0170)
Moyennes	0,0946 (0,0184)	0,0971 (0,0247)	0,1043 (0,0278)	0,0780 (0,0221)	0,0858 (0,0122)	0,0867 (0,0133)	0,0817 (0,0168)	0,0897

* : Nombre de valeurs aberrantes.

italique : Variance trop élevée.

TABLEAU 6

Dieldrine : moyennes des résultats (en mg/kg matière grasse) et écarts-types par laboratoire et par produit

Produit	N° laboratoire							Moyennes (valeurs aberrantes exclues)
	1	2	3	4	5	6	7	
Beurre (huit échantillons)	0,1406* (0,0240)	0,1268 (0,0146)	0,1212 (0,0241)	0,1150 (0,0131)	0,1081* (0,0164)	0,1212 (0,0128)	0,1243 (0,0169)	0,1225 (0,0180)
Lait (sept échantillons)	0,1228 (0,0200)	0,1228 (0,0170)	0,1221 (0,0330)	0,0885 (0,0546)	0,1050 (0,0222)	0,1050 (0,0210)	0,1207 (0,0099)	0,1124 (0,0288)
Lait en poudre (huit échantillons)	0,1600 (0,0440)	0,1537 (0,0690)	0,1381 (0,0267)	0,1243 (0,0257)	0,1256 (0,0234)	0,1225 (0,0327)	0,1281 (0,0293)	0,1360 (0,0388)
Fromage (sept échantillons)	0,1800* (0,0368)	0,1707 (0,0303)	0,1685 (0,0290)	0,1407 (0,0245)	0,1492 (0,0125)	0,1600 (0,0070)	0,1478 (0,0302)	0,1596 (0,0263)
Moyennes	0,1508 (0,0329)	0,1433 (0,0401)	0,1370 (0,0282)	0,1173 (0,0325)	0,1216 (0,0192)	0,1268 (0,0211)	0,1300 (0,0233)	0,1324

* : Nombre de valeurs aberrantes.

italique : Variance trop élevée.

TABLEAU 7

ppDDT : moyennes des résultats (en mg/kg matière grasse) et écarts-types par laboratoire et par produit

Produit	N° laboratoire							Moyennes (valeurs aberrantes exclues)
	1	2	3	4	5	6	7	
Beurre (huit échantillons)	0,1400 (0,0234)	0,1637 (0,0190)	0,1850 (0,0531)	0,1375 (0,0214)	0,1275 (0,0306)	0,1662* (0,0590)	0,1531 (0,0110)	0,1533 (0,0353)
Lait (sept échantillons)	0,1314 (0,0314)	0,1800 (0,0631)	0,1835 (0,0476)	0,1285 (0,0708)	0,1171 (0,0306)	0,1057 (0,0561)	0,1364 (0,0185)	0,1404 (0,0488)
Lait en poudre (huit échantillons)	0,2075 (0,0564)	0,2143 (0,0497)	0,2287 (0,0329)	0,1731 (0,0328)	0,2000 (0,0291)	0,2037 (0,0352)	0,1800 (0,0314)	0,2010 (0,0394)
Fromage (huit échantillons)	0,1268 (0,0217)	0,1850 (0,0759)	0,1793** (0,0592)	0,1112 (0,0344)	0,1212 (0,0208)	0,1356 (0,0184)	0,1306 (0,0192)	0,1414 (0,0415)
Moyennes	0,1521 (0,0362)	0,1859 (0,0558)	0,1945 (0,0492)	0,1379 (0,0428)	0,1422 (0,0280)	0,1543 (0,0449)	0,1505 (0,0214)	0,1596

*: Nombre de valeurs aberrantes.

italique : Variance trop élevée.

TABLEAU 8

ppDDD : moyennes des résultats (en mg/kg matière grasse) et écarts-types par laboratoire et par produit

Produit	N° laboratoire							Moyennes (valeurs aberrantes exclues)
	1	2	3	4	5	6	7	
Beurre (cinq échantillons)	0,0420 (0,0116)	0,600* (0,0121)	0,0440 (0,0171)	0,0490 (0,0056)	0,0530 (0,0047)	0,0580* (0,0155)	0,0480 (0,0039)	0,0506 (0,0112)
Lait (quatre échantillons)	0,0500 (0,0153)	0,0525 (0,0105)	0,0487 (0,0080)	0,0362 (0,0092)	0,0450 (0,0038)	0,0300 (0,0162)	0,0400 (0,0063)	0,0432 (0,0108)
Lait en poudre (six échantillons)	0,0850 (0,0284)	0,0741 (0,0180)	0,0733 (0,0138)	0,0591 (0,0129)	0,0666 (0,0032)	0,0566 (0,0197)	0,0550 (0,0170)	0,0671 (0,0176)
Fromage (cinq échantillons)	0,0620 (0,0155)	0,1060* (0,0623)	0,0620 (0,0180)	0,0490 (0,0219)	0,0600 (0,0043)	0,0600 (0,0107)	0,0580 (0,0078)	0,0653 (0,0270)
Moyennes	0,0615 (0,0196)	0,0742 (0,0335)	0,0582 (0,0150)	0,0495 (0,0140)	0,0572 (0,0040)	0,0525 (0,0161)	0,0510 (0,0107)	0,0577

* : Nombre de valeurs aberrantes. *italique* : Variance trop élevée.

TABLEAU 10

opDDT : moyenne des résultats (en mg/kg matière grasse) et écarts-types par laboratoire et par produit

Produit	N° laboratoire							Moyennes (valeurs aberrantes exclues)
	1	2	3	4	5	6	7	
Beurre (sept échantillons)	0,0385 (0,0147)	0,0435 (0,0055)	0,0485 (0,0226)	0,0307 (0,0162)	0,0607 (0,0198)	0,0421 (0,0236)	0,0564 (0,0129)	0,0458 (0,0175)
Lait (cinq échantillons)	0,0410 (0,0121)	0,0540 (0,0165)	0,0690 (0,0206)	0,0430 (0,0308)	0,0630 (0,0165)	0,0360 (0,0193)	0,0560 (0,0064)	0,0517 (0,0188)
Lait en poudre (sept échantillons)	0,0564 (0,0150)	0,0771 (0,0222)	0,0814 (0,0283)	0,0378 (0,0282)	0,0742 (0,0153)	0,0514 (0,0200)	0,0600 (0,0155)	0,0626 (0,0213)
Fromage (huit échantillons)	0,0431 (0,0177)	0,0868** (0,0626)	0,0637 (0,0214)	0,0300 (0,0237)	0,0606 (0,0164)	0,0400 (0,0150)	0,0506 (0,0125)	0,0535 (0,0290)
Moyennes	0,0450 (0,0153)	0,0670 (0,0367)	0,0653 (0,0236)	0,0346 (0,0237)	0,0646 (0,0171)	0,0428 (0,0196)	0,0555 (0,0126)	0,0535

*: Nombre de valeurs aberrantes.

italique : Variance trop élevée.

fig. 1

Moyennes des coefficients de variation

Dans les mêmes tableaux, les écarts-types sont portés en italiques pour un laboratoire lorsque ce laboratoire a obtenu une variance excessive selon le test de Bartlett. Six des sept laboratoires ont au moins une fois obtenu une trop haute variance comparée à celle des autres laboratoires. Ces variances excessives sont les plus fréquentes lors de l'analyse de fromages et les moins fréquentes lors de l'analyse des beurres.

D'après le test de Friedman, il y a des écarts systématiques, pour des pesticides du groupe du D.D.T., dans trois laboratoires. Lors de la détermination du ppDDT, le laboratoire 3 a trouvé des valeurs trop élevées dans les laits et les fromages, le laboratoire 5 a trouvé des valeurs trop basses dans les beurres et le laboratoire 4 dans les fromages. Le laboratoire 4 a systématiquement trouvé des valeurs trop basses pour l'opDDT lors de l'analyse de laits en poudre et de fromages.

La figure 1 donne une représentation graphique des coefficients de variation par pesticide et par produit sur l'ensemble des laboratoires. En considérant les coefficients de variation obtenus sur l'ensemble des produits et pour tous les laboratoires, et en les classant par ordre croissant, on observe la séquence : dieldrine - ppDDE - heptachlore-époxyde - HCB - ppDDT - ppDDD - α HCH - γ HCH - opDDT - β HCH.

On trouve les coefficients de variation les plus bas pour le beurre ; les différences entre laits, laits en poudre et fromages sont plutôt faibles. Comme il fallait s'y attendre, l'analyse du beurre est donc plus facile, et l'extraction de la graisse des autres échantillons est une source d'erreurs à ne pas sous-estimer. Le coefficient de variation moyen pour tous les produits, tous les laboratoires et tous les pesticides est de 27,57 avec comme valeurs extrêmes 16,28 pour la dieldrine et 58,71 pour le β HCH. Cependant ce même coefficient moyen, calculé pour les cinq pesticides qui dépassent 0,06 mg/kg en moyenne dans cette étude, n'est que de 19,73 ; pour les cinq autres pesticides, qui en moyenne ne dépassent pas 0,06 mg/kg dans cette étude, ce coefficient devient 35,40. En général, les valeurs aberrantes trouvées sont des valeurs trop élevées (dans 34 des 41 cas), ce qui peut s'expliquer par le fait que la source d'erreurs la plus importante dans ce type d'analyse de résidus est constituée par les interférences lors de l'analyse chromatographique (par exemple par contamination des matériaux employés ou par des réactifs insuffisamment purifiés).

IV. CONCLUSION

Cette analyse circulaire ainsi que le traitement mathématique des résultats étaient en premier lieu destinés à permettre aux laboratoires participants de se contrôler eux-mêmes.

L'analyse statistique a permis la mise en évidence des résultats aberrants, des écarts systématiques et des trop grandes dispersions des résultats pour chaque laboratoire.

En même temps, on a obtenu une idée de la validité de la méthode d'analyse employée. Le coefficient de variation moyen obtenu pour tous les produits, tous les laboratoires et tous les pesticides est de 27,57. Le beurre est plus facile à analyser que les autres produits laitiers. Il faut enfin tenir compte, lors de l'interprétation des résultats, du fait que les circonstances n'ont pas toujours été optimales (étalement des analyses sur plus de 1 an, différences et évolution de la méthode, laboratoires qui débutaient dans ce type d'analyse, etc.).

Il devrait être possible, en y apportant un soin particulier d'obtenir des résultats d'analyse meilleurs. La méthode proposée a été jugée appropriée par les participants, en vue de la proposer pour la normalisation. Cet examen circulaire se continue actuellement.

Résumé

Lors d'une analyse circulaire, sept laboratoires ont dosé les pesticides organochlorés dans trente et un échantillons de produits laitiers (lait, beurre, fromage, lait en poudre).

Les résultats ont été traités statistiquement, en calculant les écarts-types et en recherchant les valeurs anormales, les variances excessives et les écarts systématiques.

Le but poursuivi n'était pas seulement de permettre aux laboratoires participants de contrôler la valeur de leurs propres analyses, mais aussi de recueillir des informations sur la valeur de la méthode employée.

Summary

During a circular research 7 laboratories have dosed the organochlorine pesticides in 31 samples of dairy products (milk, butter, cheese, milk powder).

The results have been statistically processed by calculating the standard deviations and by tracing the abnormal values, the excessive variants and the systematic deviations.

The research aimed at permitting the participating laboratories not only to check the value of their own analyses but also to obtain information on the value of the method applied.

Zusammenfassung

In einer Kreisuntersuchung haben 7 Laboratorien die Organochlor-Pestizide in 31 Mustern von Molkereiprodukten (Milch, Butter, Käse, Milchpulver) dosiert.

Die Ergebnisse wurden durch Errechnung der Standard-Abweichungen sowie durch Auffinden der abnormalen Werte, der überhöhten Varianten und der systematischen Abweichungen statistisch verarbeitet.

Zweck der Untersuchung war, den teilnehmenden Laboratorien zu ermöglichen, nicht nur den Wert der eigenen Analysen zu überprüfen, sondern auch Auskünfte über den Wert des angewandten Verfahrens einzuziehen.

Reçu pour publication en décembre 1978.

Literature

- DE JONGE (M.) (1960). — Inleiding tot de medische statistiek. Verhandeling van het Nederlands Instituut voor preventieve geneeskunde, Leiden.
- OSTLE (B.) (1972). — Statistics in Research. Iowa State University Press Ames Iowa (U.S.A.), 2^e Ed.
- CONNOVER (W. J.) (1971). — Practical non - parametric Statistics. Wiley.
-