

PROJET DE NORME INTERNATIONALE

ISO/DIS 16140-5

ISO/TC 34/SC 9

Secrétariat: AFNOR

Début de vote:
2017-12-15

Vote clos le:
2018-03-10

Microbiologie de la chaîne alimentaire — Validation des méthodes —

Partie 5:

Protocole pour la validation interlaboratoires de méthodes non propriétaires par plan factoriel

Microbiology of the food chain — Method validation —

Part 5: Protocol for factorial interlaboratory validation of non-proprietary methods

ICS: 07.100.30

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/92e180a1-4b71-40cb-9618-94354bb18227/iso-16140-5-2020>

CE DOCUMENT EST UN PROJET DIFFUSÉ POUR OBSERVATIONS ET APPROBATION. IL EST DONC SUSCEPTIBLE DE MODIFICATION ET NE PEUT ÊTRE CITÉ COMME NORME INTERNATIONALE AVANT SA PUBLICATION EN TANT QUE TELLE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

Le présent document est distribué tel qu'il est parvenu du secrétariat du comité.

TRAITEMENT PARALLÈLE ISO/CEN



Numéro de référence
ISO/DIS 16140-5:2017(F)

© ISO 2017

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/92e18ba1-4b71-40cb-9618-94354bb18227/iso-16140-5-2020>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2017

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en oeuvre, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
CP 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application.....	1
2 Références normatives.....	1
3 Termes et définitions	2
4 Principes généraux pour la validation interlaboratoires de méthodes non commerciales par plan factoriel	3
4.1 Généralités	3
4.2 Validation par rapport à une méthode de référence	3
4.3 Validation sans la méthode de référence.....	3
5 Méthodes qualitatives - Protocole technique de validation interlaboratoires par plan factoriel	4
5.1 Étude de validation interne	4
5.2 Étude interlaboratoires.....	4
5.2.1 Considérations générales	4
5.2.2 Protocole de mesure.....	4
5.2.3 Plan d'expérimentation.....	7
5.3 Calculs et résumé des données.....	7
5.4 Interprétation des données	9
5.4.1 Étude de méthodes appariées.....	9
5.4.2 Étude de méthodes non appariées	10
5.4.3 Analyse des effets factoriels	10
6 Méthodes quantitatives - Protocole technique de validation interlaboratoires par plan factoriel	11
6.1 Étude de validation interne	11
6.2 Étude interlaboratoires.....	11
6.2.1 Considérations générales	11
6.2.2 Protocole de mesure.....	11
6.2.3 Plan d'expérimentation.....	13
6.3 Calculs et résumé des données	13
6.4 Étude de fidélité sans valeur de référence	16
Annexe A (normative) Liste des facteurs relatifs au plan d'étude factoriel.....	17
Annexe B (informative) Exemple d'étude interlaboratoires factorielle applicable à une méthode quantitative.....	19
B.1 Plan d'étude	19
B.2 Calculs et résumé des données	22
B.2.1 Résumé des résultats des laboratoires 1 à 5 de l'étude interlaboratoires.....	22
B.2.2 Données de fidélité	23
B.2.3 Profil d'exactitude	25
Annexe C (informative) Exemple d'étude interlaboratoires factorielle applicable à une méthode qualitative.....	30
Bibliographie.....	38

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute autre information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant : www.iso.org/iso/foreword.html.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 9, *Microbiologie* (Groupe de travail GT 3, *Validation des méthodes*).

Une liste de toutes les parties de la série ISO 16140 est disponible sur le site Internet de l'ISO.

Introduction

La série ISO 16140 a été élaborée en réponse à la nécessité de disposer de différentes techniques de validation ou de vérification des méthodes d'essai. Elle succède à l'ISO 16140:2003, *Microbiologie des aliments — Protocole pour la validation des méthodes alternatives*. La série ISO 16140 comprend plusieurs parties ayant le titre général *Microbiologie de la chaîne alimentaire — Validation des méthodes* :

- *Partie 1 : Vocabulaire*
- *Partie 2 : Protocole pour la validation de méthodes alternatives (commerciales) par rapport à une méthode de référence*
- *Partie 3 : Protocole pour la vérification des méthodes de référence et des méthodes alternatives validées appliquées dans un laboratoire*
- *Partie 4 : Protocole pour la validation de méthodes internes dans un laboratoire*
- *Partie 5 : Protocole pour la validation interlaboratoires de méthodes non commerciales par plan factoriel*
- *Partie 6 : Protocole pour la validation de méthodes alternatives (commerciales) pour la confirmation microbiologique et le typage*

L'ISO 17468, *Microbiologie de la chaîne alimentaire — Exigences et recommandations techniques pour le développement ou la révision d'une méthode de référence normalisée*^[2], est une Norme internationale étroitement liée. La présente Norme internationale, qui établit les règles techniques pour le développement et la validation de méthodes normalisées, est destinée au développement de méthodes normalisées par l'ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 9, *Microbiologie* et le CEN/TC 275/GT 6, *Microbiologie de la chaîne alimentaire*.

En général, deux étapes sont nécessaires avant de pouvoir utiliser une méthode en laboratoire.

- La première étape est la validation de la méthode. Celle-ci est effectuée dans plusieurs laboratoires (parties 2 et 5 de l'ISO 16140) ou dans un laboratoire (partie 4 de l'ISO 16140).
- La deuxième étape est la vérification des méthodes, au cours de laquelle un laboratoire prouve qu'il peut effectuer une méthode validée de manière satisfaisante. Celle-ci est décrite dans la partie 3 de l'ISO 16140 (vérification des méthodes). Dans la partie 3, une distinction est faite entre la vérification des éléments (d'aliments) inclus dans l'étude de validation et les produits (alimentaires) qui ne sont pas soumis à essai dans l'étude de validation mais qui font partie du domaine d'application de la validation.

NOTE 1 Les méthodes de référence normalisées (avec et sans données de validation publiées) doivent seulement être vérifiées avant d'être appliquées en laboratoire.

NOTE 2 Dans la présente partie de l'ISO 16140, les termes « catégorie », « type » et « élément » sont parfois associés au terme « aliment » pour mieux comprendre le présent document. Cependant, le terme « aliment » peut être remplacé par « aliment pour animaux » et par les autres secteurs de la chaîne alimentaire tels que mentionnés dans le domaine d'application de l'ISO 16140-5.

ISO/DIS 16140-5:2017(F)

La partie 4 de l'ISO 16140 traite de la validation dans un seul laboratoire. Par conséquent, les résultats sont uniquement valides dans le laboratoire effectuant l'étude. Dans ce cas, aucune vérification (partie 3 de l'ISO 16140) n'est requise.

La partie 5 de l'ISO 16140 décrit les protocoles applicables aux situations dans lesquelles une validation plus rapide est nécessaire ou dans lesquelles la méthode à valider est hautement spécialisée, et le nombre de laboratoires participants requis par l'ISO 16140-2 ne peut pas être atteint.

Le logigramme de la Figure 1 donne un aperçu des relations entre les différentes parties susmentionnées. Il aide également les utilisateurs à choisir la partie appropriée de la série ISO 16140, en tenant compte de l'objectif de l'étude et des remarques énoncées ci-dessus. Pour cela, il est important de faire la distinction entre la « méthode de référence » et la « méthode de référence normalisée ». Une méthode de référence est une méthode reconnue internationalement et largement acceptée (terme 2.59 de l'ISO 16140-1:2016) et une méthode de référence normalisée est une méthode de référence décrite dans une norme (terme 3.5 de l'ISO 17468:2016). Dans la série ISO 16140, la méthode de référence inclut la méthode de référence normalisée. Le logigramme admet que les données de validation publiées peuvent ne pas être disponibles pour certaines méthodes de référence normalisées.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/92e18ba1-4b71-40cb-9618-94354bb18227/iso-16140-5-2020>

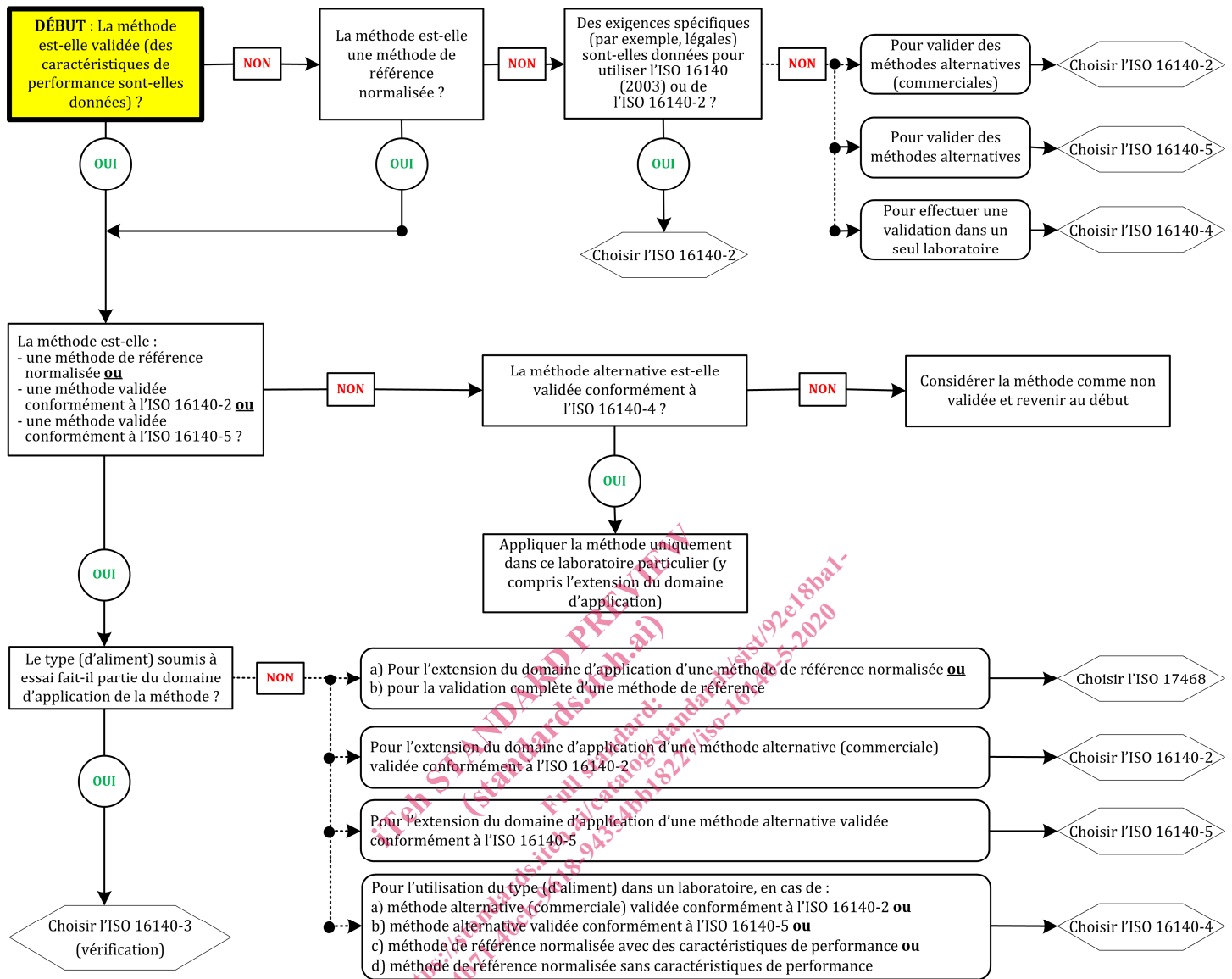


Figure 1 — Logigramme relatif à l'application de différentes parties de la série ISO 16140

La partie 6 de l'ISO 16140 est quelque peu différente des autres parties de la série ISO 16140 car elle concerne une situation très spécifique dans laquelle le mode opératoire de confirmation d'une méthode est validé. Le mode opératoire de confirmation modifie un résultat suspecté (présomptif) en un résultat positif confirmé. Le typage de souches pures (par exemple, sérotypage de *Salmonella*) est inclus dans la partie 6 de l'ISO 16140.

Une étude interlaboratoires, conformément à l'ISO 16140-2 (méthodes commerciales), requiert au moins 8 laboratoires pour les méthodes quantitatives et 10 laboratoires pour les méthodes qualitatives. L'ISO 16140-5 est destinée à être utilisée lors d'études interlaboratoires comprenant 4 à 7 laboratoires pour les méthodes quantitatives et 4 à 9 laboratoires pour les méthodes qualitatives. L'ISO 16140-5 ne peut être utilisée que pour des méthodes non commerciales. Le Tableau 1 donne un aperçu des différents protocoles.

Tableau 1 — Aperçu des différents protocoles de validation décrits dans l'ISO 16140

Nombre de laboratoires	Avec la méthode de référence	Sans la méthode de référence
1	Partie 4 de l'ISO 16140 : factorielle ou conventionnelle	Partie 4 de l'ISO 16140 : factorielle ou conventionnelle
4 à 7 (méthode quantitative)/ 4 à 9 (méthode qualitative)	Partie 5 de l'ISO 16140 : pour les méthodes non commerciales uniquement	Partie 5 de l'ISO 16140 : pour les méthodes non commerciales uniquement
≥ 8 (méthode quantitative)/ ≥ 10 (méthode qualitative)	Partie 2 de l'ISO 16140 (pour la partie de l'étude interlaboratoires)	Non disponible

La présente partie de l'ISO 16140 fournit un protocole applicable au cas particulier dans lequel le nombre de laboratoires (8 pour les méthodes quantitatives et 10 pour les méthodes qualitatives) requis lors d'une validation interlaboratoires d'une méthode selon l'ISO 16140-2 ne peut pas être atteint. Le protocole comprend une validation des méthodes fondée sur seulement 4 laboratoires. Il s'applique, par exemple, dans les cas où il est urgent de disposer d'une méthode validée mais où l'application des protocoles de l'ISO 16140-2 prend trop de temps. La présente partie de l'ISO 16140 concerne également le problème de validation des méthodes hautement spécialisées, pour lesquelles seuls quelques laboratoires peuvent être disponibles pour une étude de validation.

Pour réduire le nombre de laboratoires requis à 4 tout en conservant la possibilité de généraliser la validation à tous les laboratoires, le protocole repose sur un plan d'expérimentation factoriel. Dans le plan factoriel, plusieurs facteurs tels que le technicien ou le milieu de culture sont simultanément modifiés et la méthode est utilisée dans une gamme de configurations de facteurs différentes. Cette approche permet d'analyser plus en détails les paramètres de fidélité de la méthode tout en ayant recours à un nombre moins élevé de laboratoires et d'essais.

Microbiologie de la chaîne alimentaire — Validation des méthodes — Partie 5: Protocole pour la validation interlaboratoires de méthodes non commerciales par plan factoriel

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 16140 décrit le principe général ainsi que le protocole technique (fondé sur des études factorielles orthogonales) de validation de méthodes non commerciales, dans le domaine de la microbiologie de la chaîne alimentaire.

La présente partie de l'ISO 16140 est applicable à la validation de méthodes non commerciales utilisées pendant l'analyse (détection ou quantification) de micro-organismes présents dans :

- les produits destinés à la consommation humaine,
- les produits destinés à l'alimentation animale,
- les échantillons environnementaux dans le domaine de la production et de la manutention de produits alimentaires, et
- les échantillons au stade de la production primaire.

La présente partie de l'ISO 16140 est notamment applicable aux bactéries et aux champignons. Certains articles peuvent être applicables à d'autres (micro)organismes ou à leurs métabolites, qui doivent être déterminés au cas par cas.

La présente partie de l'ISO 16140 s'applique uniquement à la validation de méthodes qui sont intégralement spécifiées par rapport à tous les paramètres pertinents (notamment les tolérances sur les températures et les spécifications sur les milieux de culture) et qui ont déjà été optimisées.

2 Références normatives

Les documents suivants sont référencés dans le texte de telle sorte qu'une partie ou la totalité de leur contenu constitue les exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 7218, *Microbiologie des aliments — Exigences générales et recommandations pour les examens microbiologiques*

ISO 16140-1:2016, *Microbiologie de la chaîne alimentaire — Validation des méthodes — Partie 1 : Vocabulaire*

ISO 16140-2:2016, *Microbiologie de la chaîne alimentaire — Validation des méthodes — Partie 2 : Protocole pour la validation de méthodes alternatives (commerciales) par rapport à une méthode de référence*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 16140-1 ainsi que les suivants s'appliquent. L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes :

- IEC Electropedia : disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online Browsing Platform (OBP) : disponible à l'adresse <http://www.iso.org/obp>

3.1

bloc

groupe de configurations qui doivent être effectuées en parallèle ou dans un court laps de temps, et qui sont utilisées pour les mêmes échantillons

EXEMPLE Bloc = configurations effectuées en parallèle =
Technicien 'a' + milieu de culture 'b' + température 'a' + incubateur 'a'
ET
Technicien 'b' + milieu de culture 'a' + température 'b' + incubateur 'b'

3.2

facteur

paramètre qualitatif ou quantitatif de la méthode, qui peut être modifié à deux niveaux ou plus, dans les limites de la méthode spécifiée

EXEMPLE Technicien.

Note 1 à l'article Dans la présente partie de l'ISO 16140, seuls les facteurs conformes aux exigences de la méthode sont pris en compte.

3.3

niveau de facteur

valeur des facteurs du plan d'expérimentation

EXEMPLE Technicien 'a', technicien 'b', etc.

Note 1 à l'article Dans la présente partie de l'ISO 16140, chaque facteur est modifié à deux niveaux de facteur, 'a' et 'b'.

3.4

configuration

combinaison de niveaux de facteurs

EXEMPLE Technicien 'a' + milieu de culture 'b' + température 'a' + etc.

Note 1 à l'article Ces conditions peuvent être décrites par la combinaison des niveaux de facteurs modifiés lors de l'étude.

4 Principes généraux pour la validation interlaboratoires de méthodes non commerciales par plan factoriel

4.1 Généralités

La présente partie de l'ISO 16140 utilise un protocole reposant sur des études orthogonales factorielles. Une haute certitude des paramètres déterminés de validation des méthodes est obtenue, en ciblant des facteurs appropriés (par exemple, technicien, milieu de culture, préparation des échantillons, température, durée) susceptibles d'influencer le résultat d'essai. Ceci permet de réduire le nombre de laboratoires requis à au moins 4. Les concepts et considérations d'ordre général donnés dans l'ISO 16140-2 doivent être utilisés, sauf s'ils sont explicitement exclus. La validation peut être effectuée par rapport à une méthode de référence ou en utilisant des matériaux de référence appropriés.

Ce protocole de validation peut être utilisé de différentes manières :

- **Pour tous les laboratoires** : si 4 laboratoires peuvent être considérés comme un 'échantillon aléatoire' de laboratoires indépendants provenant de différents organismes, alors la méthode d'essai peut être considérée comme étant validée pour tout laboratoire dans le sens où des mesures exactes et précises doivent être attendues de la part de n'importe quel laboratoire.
- **Pour les laboratoires d'un organisme** : si 4 laboratoires peuvent être considérés comme un 'échantillon aléatoire' de laboratoires indépendants provenant d'un organisme, la méthode d'essai peut être considérée comme étant validée pour cet organisme dans le sens où des mesures exactes et précises doivent être attendues de la part de n'importe quel laboratoire de l'organisme.

4.2 Validation par rapport à une méthode de référence

Le protocole de validation comprend deux étapes :

- une étude de validation interne de la méthode non commerciale par rapport à la méthode de référence effectuée dans le laboratoire organisateur ;
- une étude interlaboratoires de la méthode non commerciale par rapport à la méthode de référence effectuée dans différents laboratoires.

Le protocole technique de réalisation de l'étude de validation interne et de l'étude interlaboratoires est donné dans les Articles 5 et 6, en fonction de la nature qualitative ou quantitative de la méthode d'essai.

Il convient que les facteurs choisis pour l'étude interlaboratoires factorielle soient adaptés à la méthode de référence et à la méthode alternative.

4.3 Validation sans la méthode de référence

Le protocole de validation comprend deux étapes :

- une étude de validation interne de la méthode non commerciale par rapport à la valeur de référence, effectuée dans le laboratoire organisateur ;
- une étude interlaboratoires de la méthode non commerciale par rapport à la valeur de référence, effectuée dans différents laboratoires.

Le protocole technique de réalisation de l'étude de validation interne et de l'étude interlaboratoires pour les méthodes d'essai quantitatives est donné dans l'Article 6.

Les méthodes d'essai qualitatives ne peuvent pas être validées en l'absence d'une méthode de référence selon la présente partie de l'ISO 16140.

5 Méthodes qualitatives - Protocole technique de validation interlaboratoires par plan factoriel

5.1 Étude de validation interne

L'étude de validation interne est la partie du processus de validation qui est effectuée dans le laboratoire organisateur. Elle peut être réalisée conformément à l'approche conventionnelle ou à l'approche factorielle, comme décrit dans la partie 4 de l'ISO 16140.

Une étude de validation interne peut être utilisée afin de démontrer la performance de la méthode pour le laboratoire ayant effectué l'étude. Elle constitue la première étape de la validation générale de méthodes générales et sert à évaluer la performance de la méthode dans un grand nombre de types (d'aliments) et d'échantillons, alors que dans l'étude interlaboratoires, la performance de la méthode est évaluée dans un plus grand nombre de laboratoires.

5.2 Étude interlaboratoires

5.2.1 Considérations générales

L'objectif de l'étude interlaboratoires est de comparer la performance de la méthode de référence avec celle de la méthode alternative en termes de RLOD obtenu par différents laboratoires, en utilisant le même ensemble d'échantillons examinés dans des conditions de reproductibilité, et de comparer ces résultats avec des critères préétablis pour la différence acceptable entre la méthode de référence et la méthode alternative. L'étude interlaboratoires est planifiée par le laboratoire organisateur.

Le laboratoire organisateur prépare les échantillons et une fiche de données pour consigner toutes les données expérimentales et les conditions expérimentales déterminantes utilisées par chaque laboratoire. Il est nécessaire que chaque laboratoire démontre ses compétences en matière d'utilisation de la méthode alternative et de la méthode de référence conformément à l'ISO 7218 avant de participer à l'étude.

Les techniciens, impliqués dans la préparation des échantillons utilisés dans l'étude interlaboratoires, ne doivent pas prendre part aux essais des échantillons de l'étude interlaboratoires.

5.2.2 Protocole de mesure

Quatre laboratoires indépendants ou plus sont requis pour effectuer la série de mesurages. Ces laboratoires doivent être représentatifs de la population de laboratoires et doivent appartenir à au moins 3, de préférence 4, organismes différents, à l'exclusion du laboratoire organisateur.

NOTE 1 Les laboratoires situés à des emplacements différents, mais appartenant à une même société ou à un même institut, sont reconnus comme étant des organismes différents.

NOTE 2 Si les 4 laboratoires sont indépendants et représentatifs de la population de laboratoires au sein d'un même organisme, le résultat de l'étude de validation s'applique uniquement aux laboratoires de cet organisme.

Si possible, il convient que plus de 4 laboratoires participent, afin qu'il reste les résultats d'au moins 8 techniciens, même si, pour une quelconque raison, certaines données ne pouvaient pas être utilisées.