

NORME INTERNATIONALE

ISO 16140-4

Première édition
2020-07

Microbiologie de la chaîne alimentaire — Validation des méthodes —

Partie 4: Protocole pour la validation de méthodes dans un seul laboratoire

*Microbiology of the food chain — Method validation —
Part 4: Protocol for method validation in a single laboratory*

ISO 16140-4:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/eb7e6697-0604-414d-82e4-e67d75df8683/iso-16140-4-2020>



Numéro de référence
ISO 16140-4:2020(F)

© ISO 2020

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 16140-4:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/eb7e6697-0604-414d-82e4-e67d75df8683/iso-16140-4-2020>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	v
Introduction	vi
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	2
3 Termes et définitions	2
4 Principes généraux de la validation dans un seul laboratoire de méthodes de détection et de quantification	4
4.1 Généralités	4
4.2 Principes de l'approche factorielle	5
4.3 Principes de l'approche conventionnelle	6
5 Protocole technique de validation — Approche factorielle	8
5.1 Méthodes qualitatives	8
5.1.1 Étude de validation de méthodes dans un seul laboratoire par rapport à une méthode de référence	8
5.1.2 Étude de validation de méthodes dans un seul laboratoire sans méthode de référence	15
5.2 Méthodes quantitatives	18
5.2.1 Étude de validation de méthodes dans un seul laboratoire par rapport à une méthode de référence	18
5.2.2 Étude de validation de méthodes dans un seul laboratoire sans méthode de référence	21
6 Protocole technique de validation — Approche conventionnelle	22
6.1 Méthodes qualitatives	22
6.1.1 Étude de validation de méthodes dans un seul laboratoire par rapport à une méthode de référence	22
6.1.2 Étude de validation de méthodes dans un seul laboratoire sans méthode de référence	23
6.2 Méthodes quantitatives	24
6.2.1 Étude de validation de méthodes dans un seul laboratoire par rapport à une méthode de référence	24
6.2.2 Étude de validation de méthodes dans un seul laboratoire sans méthode de référence	26
7 Résumé des limites d'acceptabilité	28
Annexe A (informative) Liste des facteurs et niveaux de facteurs relatifs à la validation de la méthode factorielle	30
Annexe B (informative) Calcul de la reproductibilité interne applicable aux méthodes qualitatives d'après l'étude LOD₅₀ décrite en 6.1.2.3	32
Annexe C (informative) Exemple d'étude factorielle de validation de méthodes dans un seul laboratoire pour une méthode quantitative par rapport à une méthode de référence	33
Annexe D (informative) Exemple d'étude factorielle de validation de méthodes dans un seul laboratoire pour une méthode qualitative par rapport à une méthode de référence	39
Annexe E (informative) Exemple d'étude factorielle de validation de méthodes dans un seul laboratoire pour la variabilité du LOD₅₀ d'une méthode qualitative sans méthode de référence	43
Annexe F (informative) Détermination de la fidélité en cas d'échantillons artificiellement contaminés instables	46
Annexe G (informative) Protocole pour la validation dans un seul laboratoire de méthodes alternatives pour la confirmation microbiologique et le typage	48

iTeh Standards
(<https://standards.itih.ai>)
Document Preview

[ISO 16140-4:2020](https://standards.itih.ai/catalog/standards/iso/eb7e6697-0604-414d-82e4-e67d75df8683/iso-16140-4-2020)

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/iso/eb7e6697-0604-414d-82e4-e67d75df8683/iso-16140-4-2020>

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 attirée 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 nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute 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 www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 9, *Microbiologie*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 463, *Microbiologie de la chaîne alimentaire*, du Comité européen de normalisation (CEN) conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Une liste de toutes les parties de la série ISO 16140 se trouve sur le site web de l'ISO.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

0.1 Série ISO 16140

La série ISO 16140 a été étendue en réponse à la nécessité de disposer de différents protocoles pour la validation ou la vérification des méthodes d'essai. Elle succède à l'ISO 16140:2003. La série ISO 16140 comprend six 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 de méthodes de référence et de méthodes alternatives validées dans un seul laboratoire;*
- *Partie 4: Protocole pour la validation de méthodes dans un seul 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 est une Norme internationale étroitement liée, qui établit les règles techniques pour le développement et la validation de méthodes normalisées.

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 à l'aide d'une étude dans un seul laboratoire suivie d'une étude interlaboratoires (voir l'ISO 16140-2, l'ISO 16140-5 et l'ISO 16140-6). Dans le cas où une méthode est validée dans un seul laboratoire (comme décrit dans le présent document), aucune étude interlaboratoires n'est effectuée.
- 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 l'ISO 16140-3. La vérification est uniquement applicable aux méthodes qui ont été validées à l'aide d'une étude interlaboratoires.

On distingue en général deux types de méthodes: les méthodes de référence et les méthodes alternatives.

Une méthode de référence est définie dans l'ISO 16140-1:2016, 2.59, comme étant une «méthode reconnue internationalement et largement acceptée». La note à l'article clarifie que «ces normes sont des normes ISO et des normes publiées conjointement par l'ISO et le CEN ou d'autres normes régionales/nationales de niveau équivalent».

Dans la série ISO 16140, les méthodes de référence comprennent les méthodes de référence normalisées (ISO et CEN) telles que définies dans l'ISO 17468:2016, 3.5, en tant que «méthode de référence décrite dans une norme».

Une méthode alternative (méthode soumise à validation) est définie dans l'ISO 16140-1:2016, 2.4, en tant que «méthode d'analyse permettant de détecter ou de quantifier, pour une catégorie de produits donnée, le même analyte que celui détecté ou quantifié avec la méthode de référence correspondante». La note à l'article clarifie que: «La méthode peut être commerciale. L'adjectif 'alternatif' se réfère à la totalité du «mode opératoire d'analyse et du système réactionnel». Ce terme recouvre tous les éléments nécessaires à la mise en œuvre de la méthode, qu'ils soient matériels ou autres.»

Le présent document, l'ISO 16140-4, traite de la validation dans un seul laboratoire. Par conséquent, les résultats sont uniquement valides pour le laboratoire effectuant l'étude. Dans ce cas, aucune vérification (comme décrit dans l'ISO 16140-3) n'est applicable. L'ISO 16140-5 décrit les protocoles applicables aux

méthodes non commerciales 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 présent document et l'ISO 16140-5 peuvent être utilisés pour la validation avec méthode de référence. Le présent document (pour les méthodes qualitatives et quantitatives) et l'ISO 16140-5 (pour les méthodes quantitatives uniquement) peuvent également être utilisés pour la validation sans méthode de référence.

Le logigramme de la [Figure 1](#) donne une vue d'ensemble des relations entre les différentes parties susmentionnées. Il aide également l'utilisateur 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.

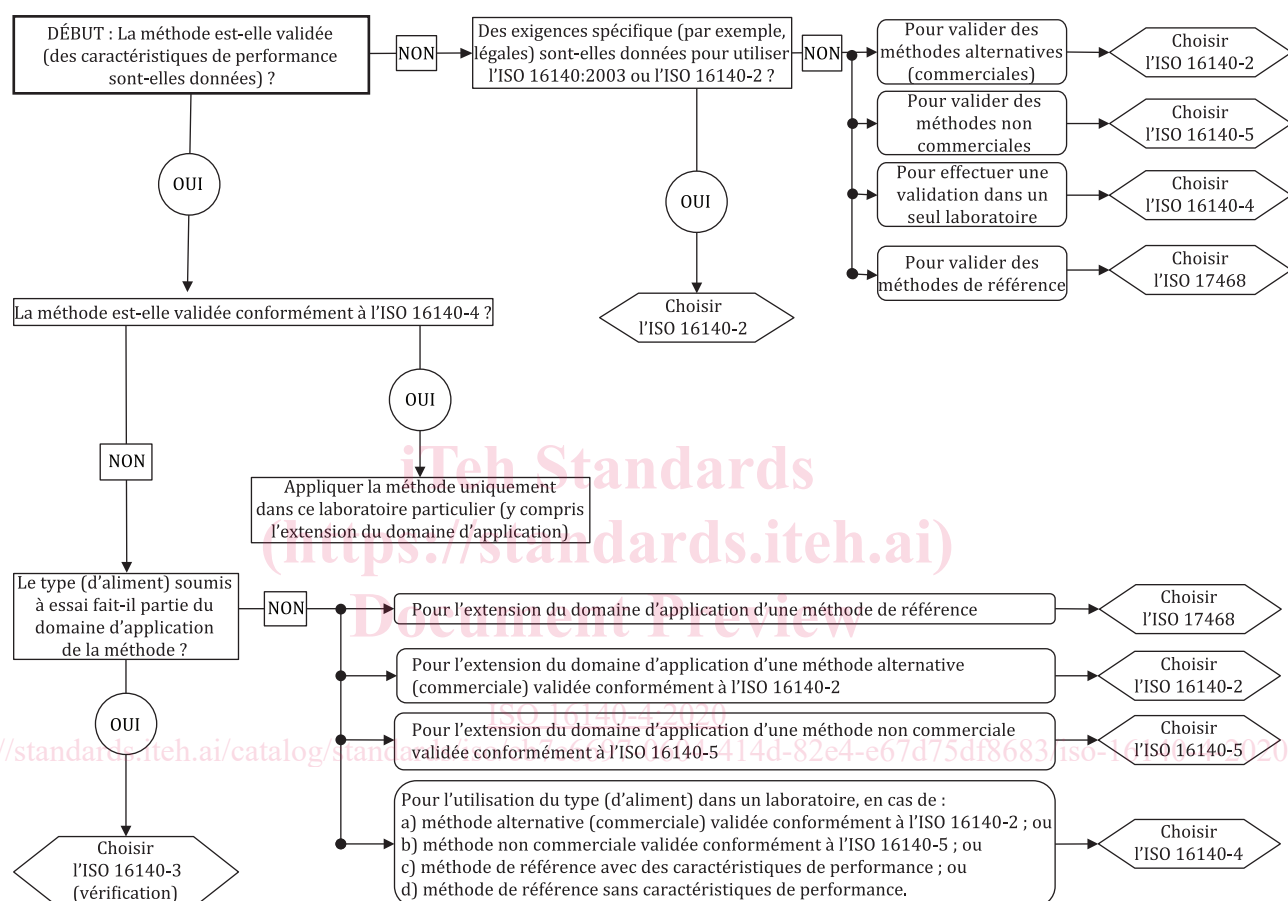


Figure 1 — Logigramme relatif à l'application de la série ISO 16140

NOTE Dans le présent document, les termes «catégorie», «type» et/ou «élément» sont parfois associés au terme «(aliment)» pour une meilleure compréhension. Cependant, le terme «(aliment)» peut être remplacé par «(aliment pour animaux)» et par les autres secteurs de la chaîne alimentaire tels que mentionnés à l'[Article 1](#).

L'ISO 16140-6 est quelque peu différente des autres parties de la série ISO 16140 car elle concerne une situation très spécifique dans laquelle seul le mode opératoire de confirmation d'une méthode doit être validé [par exemple, la confirmation biochimique des *Enterobacteriaceae* (voir l'ISO 21528-2)]. Le mode opératoire de confirmation modifie un résultat suspecté (présomptif) en un résultat positif confirmé. La validation des méthodes alternatives de typage (par exemple, sérotypage de *Salmonella*) est également couverte par l'ISO 16140-6. L'étude de validation de l'ISO 16140-6 définit clairement la ou les gélose(s) sélective(s) à partir de laquelle/desquelles les souches peuvent être confirmées en utilisant la méthode alternative de confirmation. Lorsque la méthode alternative de confirmation est validée, elle ne peut être appliquée que si les souches sont cultivées sur une gélose utilisée et jugée acceptable lors de l'étude de validation. La [Figure 2](#) illustre les situations dans lesquelles une méthode alternative de confirmation validée conformément à l'ISO 16140-6 peut être appliquée (voir le texte dans les cases).