
**Cosmétiques — Méthodes analytiques
— Développement d'une approche
globale pour la validation des
méthodes analytiques quantitatives**

*Cosmetics — Analytical methods — Development of a global
approach for validation of quantitative analytical methods*

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

[ISO/TS 22176:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/4c611fe0-7882-4bc4-9989-680ed2f3cc08/iso-ts-22176-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/4c611fe0-7882-4bc4-9989-680ed2f3cc08/iso-ts-22176-2020>



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

[ISO/TS 22176:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/4c611fe0-7882-4bc4-9989-680ed2f3cc08/iso-ts-22176-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/4c611fe0-7882-4bc4-9989-680ed2f3cc08/iso-ts-22176-2020>



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
Fax: +41 22 749 09 47
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	1
3 Termes, définitions et symboles	1
3.1 Termes et définitions	1
3.2 Symboles	5
4 Principes généraux	6
4.1 Rappel	6
4.2 Conditions diverses pour l'estimation de la fidélité	6
4.3 Profil d'exactitude	7
5 Mode opératoire	9
5.1 Définition de la grandeur mesurée	9
5.2 Définition des objectifs	9
5.2.1 Choix du domaine de validation	9
5.2.2 Choix des limites d'acceptation	9
5.3 Sélection des échantillons de validation	10
5.3.1 Choix du type de matrice ou des types de matrices	10
5.3.2 Méthodes d'établissement des valeurs de référence	10
5.4 Plan de caractérisation de la validation	10
5.4.1 Organisation	10
5.4.2 Choix du nombre de séries, de répétitions et de concentrations pour le plan de caractérisation de la validation	11
5.5 Plan d'étalonnage pour les méthodes indirectes	12
5.5.1 Organisation	12
5.5.2 Choix du nombre de séries, de répétitions et de concentrations pour le plan d'étalonnage	12
5.6 Essais	13
5.7 Calcul de concentrations inverses prédites pour les méthodes indirectes	14
5.7.1 Généralités	14
5.7.2 Calcul des modèles d'étalonnage	14
5.7.3 Rétro-calcul des concentrations retrouvées par prédiction inverse	16
5.8 Calcul des critères de validation par niveau de concentration	16
5.8.1 Généralités	16
5.8.2 Critères de justesse par série	16
5.8.3 Critères de justesse et de fidélité par concentration	17
5.8.4 Calcul des intervalles de tolérance	18
5.9 Construction du profil d'exactitude	19
5.10 Interprétation du profil d'exactitude pour la validation	21
5.10.1 Généralités	21
5.10.2 Règles de décision	21
5.10.3 Définition du domaine de validité	23
5.10.4 Choix d'un mode opératoire d'étalonnage pour les analyses courantes	23
5.10.5 Influence et importance du pourcentage β	23
5.10.6 Identification des valeurs aberrantes	24
6 Maîtrise des résultats en routine	24
Annexe A (normative) Calcul des écarts-types de répétabilité, de fidélité intermédiaire et de reproductibilité	25
Annexe B (normative) Contenu du fichier de validation	28
Annexe C (informative) Paramétrage d'un dosage visant à déterminer le profil d'exactitude dans le cas de la NDELA dans des échantillons cosmétiques	30

Annexe D (informative) Influence de la valeur de β sur l'intervalle de tolérance ($R = 3$ et $s_{IP} = 1$)	40
Annexe E (informative) Contribution au calcul de l'incertitude	41
Bibliographie	42

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

[ISO/TS 22176:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/4c611fe0-7882-4bc4-9989-680ed2f3cc08/iso-ts-22176-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/4c611fe0-7882-4bc4-9989-680ed2f3cc08/iso-ts-22176-2020>

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 le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 217, *Cosmétiques*.

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

Le présent document vise à proposer un protocole de caractérisation pour la validation d'une méthode analytique quantitative dans le domaine de la cosmétique et à satisfaire ainsi aux exigences de l'ISO/IEC 17025, c'est-à-dire en se fondant sur les objectifs de performance. Les principes théoriques de cette approche peuvent être consultés dans la Référence [1]. Le présent document est fondé sur la Norme Française NF V 03-110[2].

Les méthodes analytiques destinées à l'analyse de cosmétiques nécessitent d'être validées. La validation a été pendant longtemps envisagée comme un processus consistant à vérifier individuellement plusieurs critères différents, à savoir la sélectivité, la répétabilité, la linéarité, la justesse, etc. L'approche globale, proposée en 2003[1], est fondée sur le concept d'erreur totale et le terme «global» signifie qu'il convient de ne vérifier qu'un seul critère pour valider une méthode: l'accord entre un futur résultat expérimental et la valeur vraie. Cette approche a déjà été appliquée dans les domaines de la pharmacie[1],[9], de l'agrochimie[2], et est conforme aux lignes directrices d'assurance de la qualité telles que les bonnes pratiques de laboratoire ou l'ISO/IEC 17025. Ce processus de validation s'applique généralement aux méthodes déjà mises au point et intègre les évaluations des critères suivants: spécificité/sélectivité, fidélité, justesse, domaine de linéarité, limite de détection/limite de quantification (LD/LQ), stabilité, robustesse.

Le grand nombre de produits cosmétiques et la diversité des matrices représentent un défi pour un laboratoire d'analyses car cela exige d'adapter les méthodes normalisées à chaque type d'échantillons. Des difficultés supplémentaires sont liées aux très faibles concentrations à quantifier, en général de l'ordre du mg/kg (ppm, partie par million) ou du µg/kg (ppb, partie par milliard). Dans ce contexte, des critères tels que l'exactitude et l'incertitude de mesure des résultats analytiques sont de la plus haute importance.

Lorsque la concentration d'une substance est déterminée par un laboratoire d'analyses, il est important d'évaluer l'écart entre la valeur mesurée et la valeur vraie connue. Cette différence représente la justesse de l'analyse. Si des échantillons cosmétiques sont analysés plusieurs fois sous des conditions différentes (laboratoire, appareillage, opérateur), les résultats individuels présenteront une dispersion autour de la valeur moyenne, laquelle représente la fidélité de la mesure. Tout comme pour la mesure individuelle, elle représente une erreur par rapport à la valeur moyenne et une inexactitude par rapport à la valeur de référence (c'est-à-dire la valeur vraie).

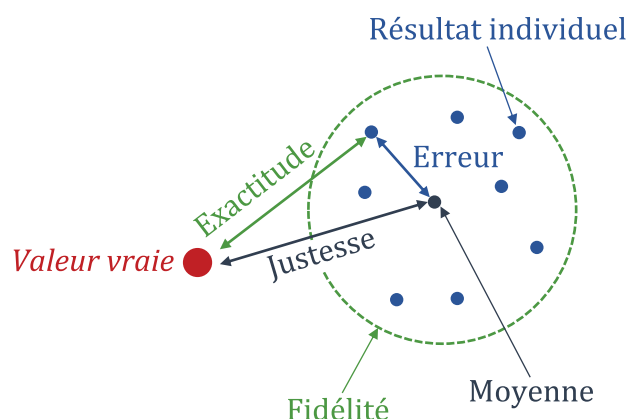


Figure 1 — Représentation des concepts d'exactitude, de fidélité et de justesse

Lorsqu'un laboratoire mesure la concentration d'une substance donnée dans un échantillon de produit cosmétique, la valeur qui est obtenue est donc caractérisée par une exactitude donnée laquelle englobe en même temps la notion de justesse et de fidélité (voir Figure 1). Elle peut également être envisagée comme l'erreur totale. La garantie que l'exactitude d'un résultat est en dessous des limites d'acceptation est donc l'une des manières de démontrer la validité d'une mesure.

Le profil d'exactitude (tracé de l'exactitude en fonction de la concentration), tel qu'il a été développé dans de nombreux domaines[3] à [9], est donc la façon de connaître l'exactitude d'un résultat obtenu avec une méthode donnée appliquée à un type d'échantillon dans l'environnement d'un laboratoire donné.

Pour atteindre ce profil d'exactitude, il est nécessaire de réaliser un dosage spécifique permettant de démontrer la validité de la méthode analytique, ainsi que l'exactitude de la mesure pour une substance donnée. Dans le cadre de cette approche, il est nécessaire de déterminer un intervalle de tolérance[10] dans lequel s'inscrit une proportion donnée (β) de futures valeurs mesurées (en moyenne). Si cet intervalle de tolérance est situé à l'intérieur d'une limite d'acceptation définie a priori, en prenant en compte plusieurs paramètres tels que le type et la concentration d'analyte, le type de matrice, le type d'analyse et les conditions des expériences, dans ce cas, la méthode sera jugée valide, et s'il ne respecte pas cette limite d'acceptation, la méthode sera jugée non valide (voir Figure 2).

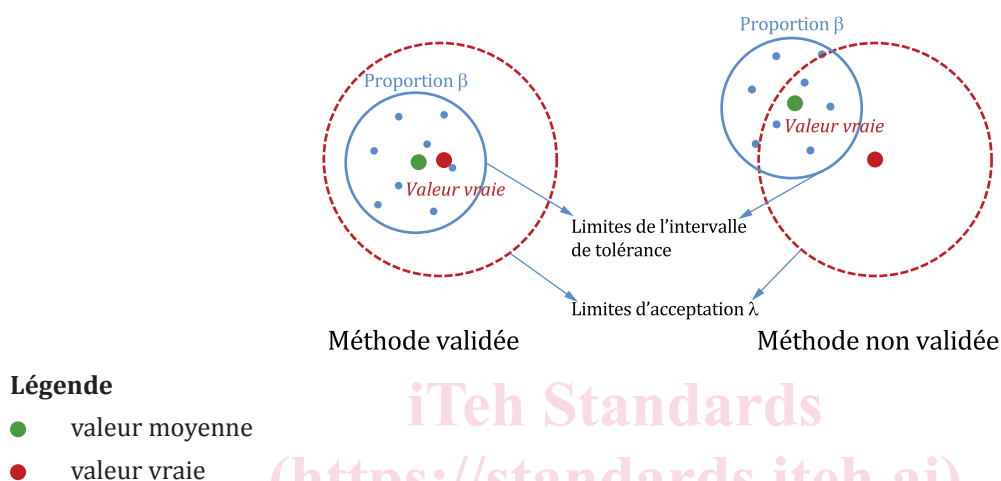


Figure 2 — Représentation du principe de validation

ISO/TS 22176:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/4c611fe0-7882-4bc4-9989-680ed2f3cc08/iso-ts-22176-2020>