

Les Petits Déjeuners du



WEBINAR
Réunion n°20 du
Club des Laboratoires Accrédités

*Partage d'expériences, évolutions dans le domaine de
l'accréditation, audits croisés*

**Validation des méthodes et gestion de la portée
d'accréditation**

I. Validation des méthodes et gestion de la portée d'accréditation

II. Questions / réponses

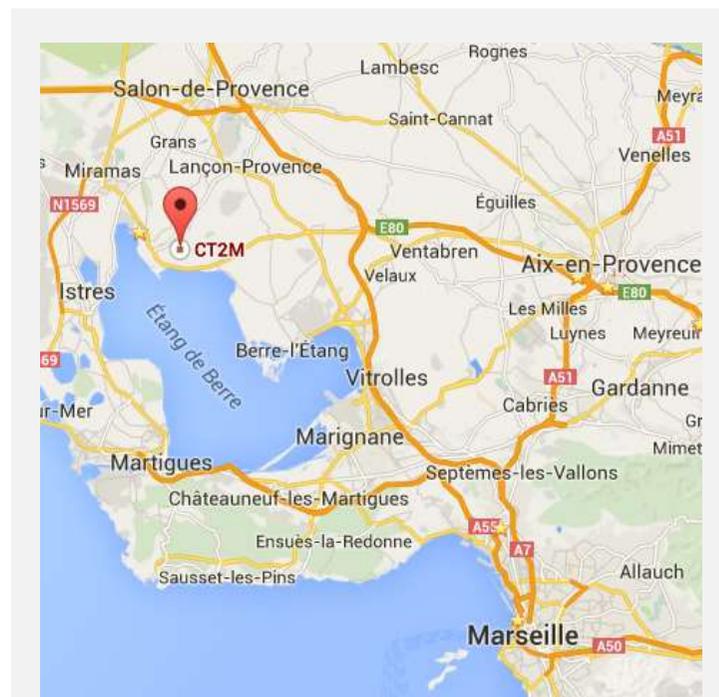
III. Audits croisés

Le CT2M :

- ✓ Créé en 1993
- ✓ Laboratoire d'étalonnage de masses accrédité COFRAC selon l'ISO 17025 depuis 1994 (N° accréditation 2-1292, Portée disponible sur www.cofrac.fr)
- ✓ Statut SCOP depuis le 1^{er} avril 2016

Une équipe de 7 formateurs / consultants :

David BENHAMOU.....	dbenhamou@ct2m.fr
Laure DOMENECH.....	ldomenech@ct2m.fr
Boris GEYNET.....	bgeynet@ct2m.fr
Nathalie SUGLIANO.....	nsugliano@ct2m.fr
Lise HEGRON.....	lhegron@ct2m.fr
Caroline QUIEVRYN.....	cquievrin@ct2m.fr
Mélanie VIDAL.....	mvidal@ct2m.fr



✉ Centre des Creusets
Route de Lançon
13250 SAINT CHAMAS

📞 04 90 50 90 14

💻 www.ct2m.fr



Formation / Conseil / Audit @

*« Accompagner les laboratoires dans leurs projets
Qualité et Métrologie »*

Contact : David BENHAMOU

dbenhamou@ct2m.fr

06.78.00.10.26



« Actions de formation »

Organisation de comparaisons interlaboratoires

*« Organiser, planifier et traiter des résultats conformément à
l'ISO 17043 et à l'ISO 13528 »*

Contact : Boris GEYNET

bgeynet@ct2m.fr

06.83.94.60.87

Étalonnage de masses et réalisation de vos étalonnages en interne

*« Étalonner et vérifier des masses de 1 mg à 5 tonnes
sous accréditation COFRAC »*

Contact : Laure DOMENECH

ldomenech@ct2m.fr

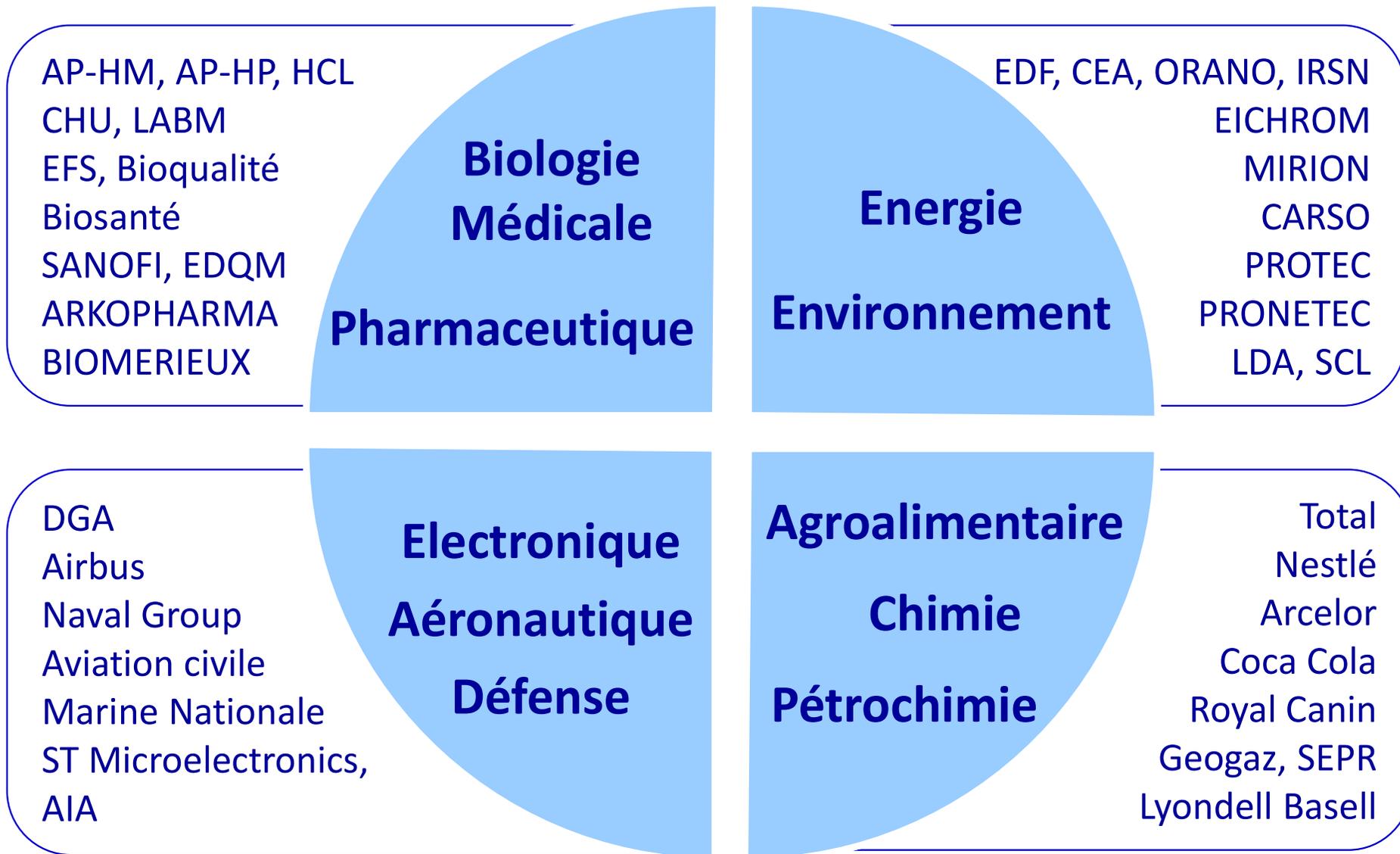
04.90.50.90.14



N° accréditation 2-1292

Portée disponible sur www.cofrac.fr

Ils nous font confiance...





LE PARTENAIRE À VOTRE MESURE

Validation des méthodes et gestion de la portée d'accréditation

- 1. Rappels et définitions**
2. Les différentes portées d'accréditation
3. Méthodologie de vérification / validation

1. Rappels et définitions

Portée d'accréditation : énoncé formel et précis des activités pour lesquelles le laboratoire est accrédité (ou demande l'accréditation).

Pour tout laboratoire accrédité, portée d'accréditation disponible à tous sur le site du COFRAC : www.cofrac.fr

Le choix et l'expression de la portée d'accréditation d'un laboratoire :

- détermine les possibilités offertes quant à l'utilisation de l'accréditation,
- valorise les compétences du laboratoire dans un domaine technique,
- conditionne les modalités d'instruction, d'évaluation et de suivi de l'accréditation du laboratoire par le COFRAC.

1. Rappels et définitions

Documents COFRAC de référence :

- LAB REF 08 (section Laboratoires)
- SH REF 08 (section Santé Humaine)
- LAB CIL REF 08 (section Comparaisons Inter-laboratoires)
-

Documents applicables aux entités accrédités ou candidates à l'accréditation décrivant : :

- le mode **d'expression** des portées d'accréditation
- les exigences associée et le mode **d'évaluation** des portées d'accréditation

Méthode reconnue :

toute méthode publiée présentant les moyens nécessaires à sa mise en œuvre et issue des sources ci-dessous.

Les « moyens nécessaires à sa mise en œuvre » sont : domaine d'application, principe de mesure, réactifs, équipements, description de la procédure (mode opératoire) et expression des résultats.

Est considérée comme une méthode publiée :

- une méthode publiée dans des **normes**
- une méthode publiée dans une **publication scientifique** si le formalisme de rédaction inclut les données de validation, et si elle a fait l'objet d'un consensus scientifique (comité de lecture de la publication).
- une méthode décrite par un **fabricant de kit d'analyse** si elle a fait l'objet d'une reconnaissance tierce partie
- une méthode rendue **d'application obligatoire**, si elle est décrite, ou référencée dans un texte réglementaire,
- une **méthode imposée**, si elle est référencée dans un référentiel de certification

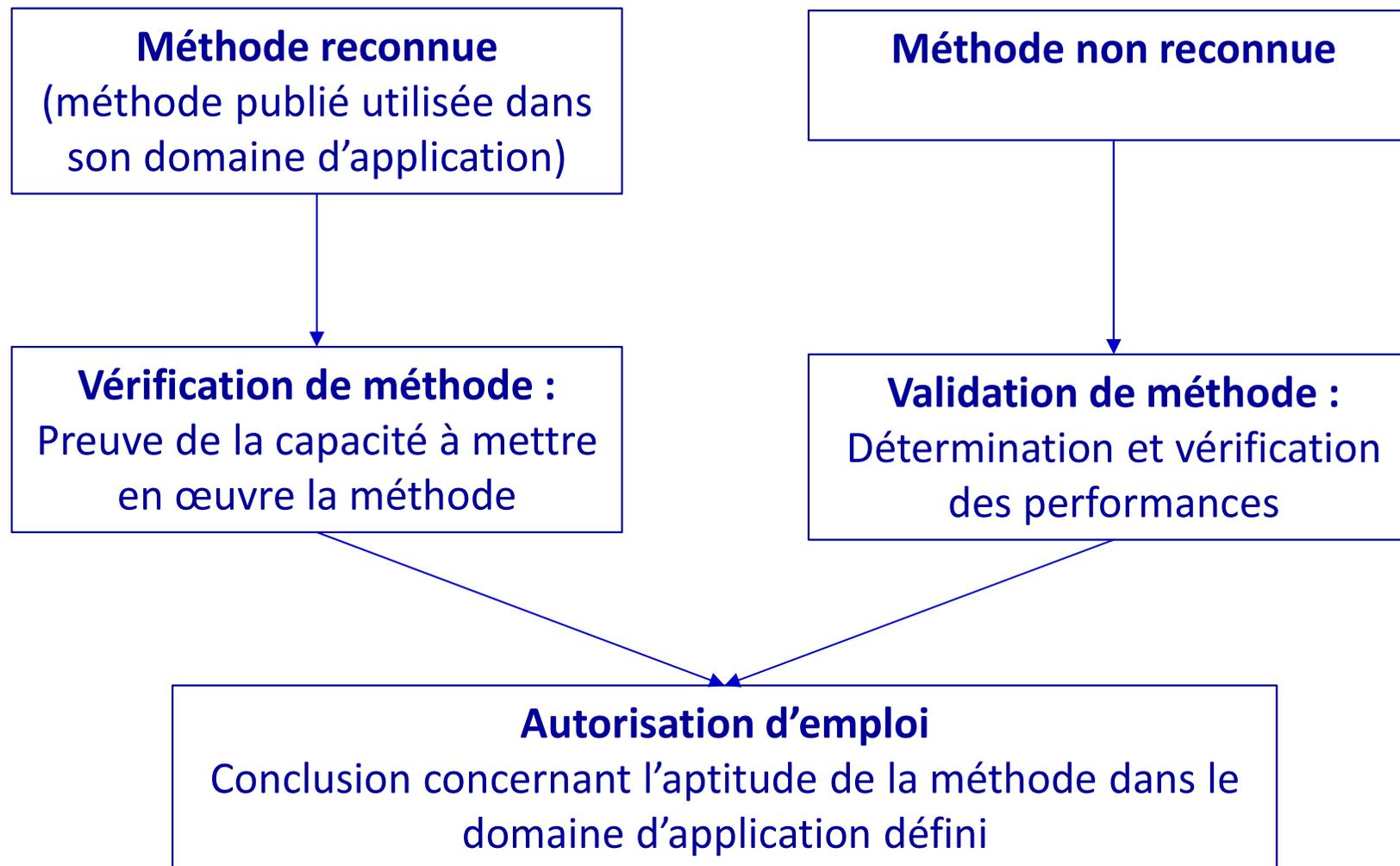
Méthode interne :

méthode présentant les moyens nécessaire à sa mise en œuvre, mais non publiée ou ne répondant pas aux exigences d'une méthode reconnue.

Est considérée comme méthode interne :

- Une méthode issue d'un référentiel **ne décrivant pas suffisamment les moyens nécessaires à sa mise en œuvre**
- Une méthode reconnue **adaptée** pour l'ajuster aux besoins du laboratoire ou du client
- Une méthode reconnue utilisée **en dehors de son domaine d'application**
- Une méthode **développée**

Mise en œuvre des différentes méthodes :



1. Rappels et définitions
- 2. Les différentes portées d'accréditation**
3. Méthodologie de vérification / validation

2. Les différentes portées d'accréditation

Pour la section laboratoires, les types de portées possible sont les suivantes :

- Portée FIXE
- Portée FLEX1
- Portée FLEX2
- Portée FLEX3

2. Les différentes portées d'accréditation

Portée FIXE :

Profil adapté :

- aux laboratoires ne souhaitant pas faire évoluer les versions de ses **méthodes reconnues**
- aux laboratoires mettant en œuvre des **méthodes non reconnues**

Les méthodes pour lesquelles le laboratoire est accrédité sont **figés**.

2. Les différentes portées d'accréditation

Portée FIXE :

Portée exprimée sous la forme d'une liste finie de méthodes précisant leur domaine d'application :

Objet	Caractéristique mesurée ou recherchée	Principe de mesure	Référence de la méthode
Eaux douces et eaux résiduaires	Benzopyrène (a)	Extraction liquide/liquide Analyse par HPLC /spectrofluorescence	NF T 90-115 Septembre 1988
Masse / poids	Masse conventionnelle	2 comparaisons EMME	LAB-IN-T-002

Domaine d'application

Référentiel / protocole figé

- Réf. norme et date d'édition
- Réf. mode opératoire et indice de révision
- Réf. règlement et date de publication...

2. Les différentes portées d'accréditation

Portée FIXE :

Règles principales liées à la portée :

Cas des méthodes reconnues : Le laboratoire ne peut pas utiliser sous accréditation les révisions de ses méthodes reconnues ou les modifications techniques apportées à ses méthodes non reconnues.

Cas des méthodes non reconnues : Le laboratoire ne peut pas effectuer de modification technique de sa méthode citée en référence. Il doit assurer une traçabilité correcte des indices de révision.

Toute modification (changement de version de la norme ou évolution du principe de mesure) devra faire l'objet :

- au préalable, d'une demande de modification de portée auprès du COFRAC
- d'une évaluation par le COFRAC afin de modifier la portée d'accréditation

2. Les différentes portées d'accréditation

Portée FIXE :

Exigences / Evaluation par le COFRAC :

- Capacité du laboratoire à mettre en œuvre les méthodes listées dans la portée d'accréditation demandée,
- Clarté des informations transmises au client, notamment lors de l'offre (Dans le cas d'une méthode interne, elle doit préciser à minima le principe de mesure)
- Dossier de validation (devra être transmis 4 mois avant la date de l'évaluation)
- Evolutions des documents internes tracées et n'affectent pas le contenu technique du mode opératoire.

2. Les différentes portées d'accréditation

Portée FLEX1 :

Profil adapté aux laboratoires souhaitant faire évoluer les versions de ses méthodes reconnues.

Portée exprimée sous la forme d'une liste finie de **méthodes reconnues sans précision des indices / date de révision** :

Objet	Caractéristique mesurée ou recherchée	Principe de mesure	Référence de la méthode
Eaux douces et eaux résiduaires	Benzopyrène (a)	Extraction liquide/liquide Analyse par HPLC /spectrofluorescence	NF T 90-115

2. Les différentes portées d'accréditation

Portée FLEX1 :

Règles principales liées à la portée :

Le laboratoire accrédité n'a **pas besoin d'être préalablement évalué et autorisé pour utiliser sous accréditation les révisions des méthodes reconnues** figurant dans sa portée d'accréditation, dès lors que la mise en œuvre de celles-ci n'induit pas de compétences nouvelles.

Portée FLEX1 :

Exigences / Prérequis / Evaluation par le COFRAC :

- Procédure définissant les responsabilités de la réalisation de chaque étape :
 - veille documentaire,
 - étude d'impact
 - vérification de la méthode
 - autorisation d'emploi de la méthode
- Enregistrements associés disponibles (études d'impact, confirmation d'une méthode révisée,...)
- Processus de gestion de la flexibilité de la portée abordé lors des audits internes et de la revue de direction
- Clarté des informations transmises au client quant à l'offre des services accrédités.

2. Les différentes portées d'accréditation

Portée FLEX2 :

Profil est adapté aux laboratoires souhaitant faire évoluer les versions de ses méthodes reconnues reposant sur des compétences techniques démontrées.

Portée FLEX3 :

Profil est adapté aux laboratoires souhaitant utiliser de nouvelles méthodes non reconnues reposant sur des compétences techniques démontrées.

2. Les différentes portées d'accréditation

Portées FLEX2 / FLEX3 :

Portée exprimée sous la forme d'une liste de compétences (**portée générale**), complétée par une liste exhaustive (**portée détaillée**)

Portée générale :

Objet soumis	Caractéristique	Principe de mesure
Eaux douces et résiduaires	Benzopyrène(a)	Extraction liquide/liquide Analyse par HPLC /spectrofluorescence

Portée détaillée (liste tenue à jour par le laboratoire ou gérée via l'application FLEXI +)

Objet soumis	Caractéristique	Référentiel
Eaux douces et résiduaires	Benzopyrène(a)	NF T 90-115
Eaux douces et résiduaires	Benzopyrène(a)	NF EN ISO 17993

2. Les différentes portées d'accréditation

Portée FLEX2 / FLEX3 :

Règles principales liées à la portée :

Le laboratoire peut utiliser sous accréditation **sans évaluation préalable du Cofrac** :

- tout type de méthodes reconnues (FLEX2),
- tout type de méthodes (reconnues ou pas) (FLEX3),

... correspondant au descriptif fait dans sa portée d'accréditation,

2. Les différentes portées d'accréditation

Portées FLEX2 / FLEX3 :

Exigences / Prérequis / Evaluation par le COFRAC :

- Apporter la preuve que les méthodes, avant leur mise en service sous accréditation :
 - sont vérifiées et maîtrisées (FLEX2).
 - sont validées et maîtrisées (FLEX3).
- Mettre à jour sa portée détaillée
- Informer en temps réel le Cofrac de l'adoption de toute méthode introduite dans la portée détaillée entre deux visites du cycle d'accréditation

2. Les différentes portées d'accréditation

Portées FLEX2 / FLEX3 :

Exigences / Prérequis / Evaluation par le COFRAC (suite) :

- Le laboratoire doit avoir des procédures et définir les responsabilités concernant :
 - la réalisation d'une veille documentaire et la vérification de la révision d'une méthode reconnue déjà dans la portée,
 - L'ajout de méthode reconnue dans sa portée (identification du besoin, vérification et autorisation emploi),
 - la conception et la validation des méthodes (identification du besoin, validation et autorisation emploi) (Uniquement pour la portée FLEX3)
- L'audit interne et la revue de direction couvrent les processus de gestion de la portée flexible
- La clarté des informations transmises au client, quant à l'offre des services accrédités

1. Rappels et définitions
2. Les différentes portées d'accréditation
- 3. Méthodologie de vérification / validation**

Rappel des exigences de l'ISO 17025 :

§ 7.2.1.5. Le laboratoire doit vérifier qu'il peut correctement appliquer des méthodes avant de les mettre en œuvre en s'assurant qu'il peut atteindre la performance requise.

Les enregistrements de la vérification doivent être conservés.

Si la méthode est révisée par l'organisme éditeur, il faut procéder à une nouvelle vérification aussi étendue que nécessaire.

→ Concerne toutes les méthodes

Rappel des exigences de l'ISO 17025 :

§7.7.2.1. Le laboratoire doit valider :

- les **méthodes non normalisées**,
- les **méthodes conçues/développées** par le laboratoire,
- les méthodes normalisées employées en **dehors de leur domaine** d'application prévu,
- les **amplifications ou modifications** de méthodes normalisées.

La validation doit être aussi étendue que l'impose la réponse aux besoins pour l'application ou le domaine d'application donné.

→ Concerne les méthodes « non reconnues » (au sens du LAB REF 08)

3. Méthodologie de vérification / validation

Par conséquent :

	Méthodes reconnues	Méthodes non reconnues	
		Méthodes non normalisées	Méthodes reconnues ou adaptées utilisées en dehors de leur domaine
Portées possibles	FIXE, FLEX1, FLEX2, FLEX3		FIXE FLEX3
Confirmation initiale	Dossier de vérification de méthode	Dossier de validation complet	Dossier de validation portant sur les adaptations
Performances à évaluer	<p>Celles décrites dans la méthode.</p> <p>Par exemple :</p> <ul style="list-style-type: none"> - Fonction d'étalonnage - Exactitude à la LQ - Incertitude de mesure <p>(source NF T 90-210)</p>	<p>Ensemble des performances de la méthode</p> <p>Par exemple :</p> <ul style="list-style-type: none"> - Fonction d'étalonnage - Exactitude sur le domaine de mesure - Rendements - Interférence - Incertitude de mesure <p>(source NF T 90-210)</p>	<p>Performances pouvant être impactées par les adaptations / modifications</p> <p>Par exemple :</p> <ul style="list-style-type: none"> - Interférences - Effet matrice - Exactitude sur le domaine de mesure - Incertitude de mesure <p>(Dépend des adaptations de la méthode : matrice, plage de mesure, modification de la préparation, ...)</p>

Référentiels de validation / vérification de méthode :

- **NF T 90-210** : Méthodes d'analyses physico-chimiques appliquées au domaine de l'eau
- **NF V 03-110** : Méthodes d'analyses quantitatives, en particulier dans le domaine agroalimentaire
- Guides dans différents domaines (OIV dans le domaine de l'œnologie, SH GTA 04 en biologie médicale, ...)

Principes communs :

- Définir l'objectif de la validation / vérification :
 - Documenter la méthode
 - Décrire le contexte (méthode reconnue, méthode adaptée, méthode développée, ...)
 - Définir le type de vérification / validation à réaliser
 - Lister les facteurs d'influence (peut aider à définir les performances à évaluer)

- Définir les essais à réaliser et les performances souhaitées

- Réaliser les essais

- Exploiter les données

- Conclure sur l'aptitude de la méthode

Exemple d'essais :

- Fonction d'étalonnage (si applicable)
 - Vérification de l'adéquation du modèle

- Exactitude de la méthode :
 - **Fidélité** : évaluation de la répétabilité et de la fidélité intermédiaire de la méthode
 - Plusieurs répétitions par série
 - Plusieurs séries en faisant varier les facteurs jours / opérateurs /
 - détermination des écarts-types de répétabilité et fidélité intermédiaire et comparaison

 - **Justesse** : passage d'étalons / matériaux de référence
 - Détermination du biais de la méthode

Exemple d'essais :

- Effet matrice :

- Le changement de matrice ou la modification de la phase de préparation de l'échantillon pour induire un biais
 - Peut être évalué, par exemple, par ajout de l'analyte dans la matrice
- Comparaison entre la quantité ajoutée et la quantité retrouvée

- Interférences :

- L'impact de substances interférentes pour impacter la performance de la méthode
 - Peut être évalué par ajout de l'interférent par exemple
- Comparaison des résultats d'un même échantillon avec / sans la substance interférente

- Effet « opérateur » :

- Pour les techniques manuelles et/ou nécessitant une forte technicité, l'effet opérateur peut être évalué

Exemple d'essais :

- Effet « opérateur » :

- Pour les techniques manuelles et/ou nécessitant une forte technicité, l'effet opérateur peut être évalué
- Réalisation de séries par différentes personnes

→ vérification que les résultats sont cohérents entre les personnes

Exploitation des données

- **Nécessité de mettre en œuvre des techniques statistiques :**
 - Analyse de variance (ISO 5725-2)
 - Calcul de l'écart normalisé (ISO 13 528)
 - Détermination de la limite de répétabilité (ISO 5725-6)
 - Tests statistiques (Cochran, Grubbs, Fisher, ...)

- Ne pas oublier le bon sens !
- Réaliser une représentation graphique des résultats et observer les résultats.

Conclure sur l'aptitude de la méthode :

- Rédaction d'un dossier de validation / vérification de méthode synthétisant l'ensemble des points.
- Conservation de l'ensemble des enregistrements associés (données brutes, fichiers de calculs)

NB : A noter que cette méthodologie peut être appliquée aussi bien pour des essais que des étalonnages réalisés par le laboratoire.

I. Validation des méthodes et gestion de la portée d'accréditation

II. Questions / réponses

III. Audits croisés



LE PARTENAIRE À VOTRE MESURE

Merci pour votre attention

Nos formations :

- ✓ MG3 - Validation des méthodes quantitatives
- ✓ MG3B - Validation des méthodes qualitatives
- ✓ MG3D - Exigences du GEN REF 10 et validation des méthodes d'étalonnages
- ✓ LBM3 - Validation / Vérification de méthodes

Inscription : ct2m@ct2m.fr