

GUIDE TECHNIQUE D'ACCREDITATION

ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES EN VUE DE LA DETERMINATION DE LA COMPOSITION, DES CRITERES DE QUALITE ET TECHNOLOGIQUES ET DE L'ETIQUETAGE NUTRITIONNEL DANS L'ALIMENTATION HUMAINE ET ANIMALE

LAB GTA 25

Révision 02



Section LABORATOIRES

SOMMAIRE

1	OBJET DU DOCUMENT	3
2	REFERENCES ET DEFINITIONS.....	3
2.1	REFERENCES.....	3
2.2	DEFINITIONS.....	3
2.3	SIGLES ET ABREVIATIONS.....	4
3	DOMAINE D'APPLICATION.....	5
4	MODALITES D'APPLICATION	5
5	SYNTHESE DES MODIFICATIONS	5
6	EXPRESSION DE LA PORTEE D'ACCREDITATION.....	5
7	GUIDE DE LECTURE DES EXIGENCES D'ACCREDITATION ET RECOMMANDATIONS.....	12
7.1	GENERALITES.....	12
7.2	REVUE DE CONTRAT.....	12
7.3	ECHANTILLONS.....	12
7.4	REACTIFS ET CONSOMMABLES.....	13
7.5	METHODES.....	13
7.5.1	<i>Méthodes non reconnues</i>	13
7.5.2	<i>Méthodes reconnues</i>	13
7.5.3	<i>Dosage des acides gras</i>	14
7.6	INSTALLATION ET CONDITIONS AMBIANTES.....	14
7.7	EQUIPEMENTS – TRAÇABILITE DU MESURAGE.....	14
7.8	QUALITE DES RESULTATS.....	15
7.9	RAPPORT D'ANALYSE.....	16
ANNEXE I : FAMILLES/MATRICES	17	
I-1	ALIMENTATION HUMAINE : FAMILLES ET MATRICES REPRESENTATIVES DU DOMAINE LAB GTA 25.....	17
I-2	ALIMENTATION ANIMALE : FAMILLES ET MATRICES REPRESENTATIVES DU DOMAINE LAB GTA 25.....	19
ANNEXE II : PREPARATION ET DOSAGE.....	20	

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI

1 OBJET DU DOCUMENT

En ligne avec l'annexe B à la norme NF EN ISO/CEI 17025, le présent Guide Technique d'Accréditation (GTA) constitue un guide de lecture des exigences de ladite norme appliquées à l'étiquetage nutritionnel, à l'analyse de la composition ainsi qu'à la recherche de critères de qualité et technologiques des denrées alimentaires destinés à l'homme ou aux animaux, tenant compte notamment de l'environnement de travail et de la réglementation spécifiques au domaine.

En complément, il établit des recommandations issues des bonnes pratiques admises dans le domaine et de la normalisation disponible.

Enfin, il contient des informations utiles aux laboratoires dans le cadre de leur démarche d'accréditation, notamment relatives à l'expression de la portée d'accréditation et aux règles particulières d'évaluation des laboratoires par le Cofrac.

Ce guide ne se substitue pas aux exigences et/ou normes applicables au sein du laboratoire. Les recommandations qu'il contient et que le laboratoire est libre d'appliquer sont celles reconnues comme étant les plus appropriées par le Cofrac pour répondre aux exigences de la norme NF EN ISO/CEI 17025 et du document LAB REF 02. Dans tous les cas, il appartient au laboratoire de démontrer que les dispositions qu'il prend permettent de satisfaire pleinement aux exigences de la norme citée supra.

2 REFERENCES ET DEFINITIONS

La liste des documents ci-dessous constitue une base de données non exhaustive. Il appartient au laboratoire d'assurer la veille documentaire (normative et réglementaire).

2.1 Références

Le présent texte fait référence aux documents en vigueur suivants :

- **Norme NF EN ISO/CEI 17025** « Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais ».
- **LAB REF 02** « Exigences pour l'accréditation des laboratoires selon la norme NF EN ISO/CEI 17025 ».
- **LAB REF 05** « Règlement d'accréditation ».
- **LAB REF 08** « Expression et évaluation des portées d'accréditation ».

2.2 Définitions

Accréditation : reconnaissance, par un organisme indépendant faisant autorité, de la compétence d'un organisme à réaliser des activités spécifiées d'évaluation de la conformité (extrait du LAB REF 05).

Portée d'accréditation : énoncé formel et précis des activités pour lesquelles l'organisme est accrédité, tel que défini dans le document LAB REF 08 (extrait du LAB REF 05).

Ligne de portée d'accréditation : Elle est composée *a minima* des champs « Objet », « Caractéristique mesurée ou recherchée », « Principe de la méthode » et « Référence de la méthode ».

Comparaison interlaboratoires : Organisation, exécution et évaluation de mesurages ou d'essais sur la même entité ou sur des entités similaires par deux laboratoires ou plus selon des conditions prédéterminées (extrait du LAB REF 05).

2.3 Sigles et abréviations

- CCM, Chromatographie sur couche mince
- CIPM, Comité International des Poids et Mesures
- Cofrac, Comité Français d'Accréditation, www.cofrac.fr
- DAD, Barrette de diodes
- EA, European Cooperation for Accreditation
- ECD, Détecteur à capture d'électrons
- EIL, Essais inter-laboratoires
- ELISA, Enzyme Linked ImmunoSorbent Assay
- FID, Détecteur à ionisation de flamme
- FLUO, Fluorimétrie
- GC ou CPG, Chromatographie en phase gazeuse
- ICP/AES ou ICP/OES, Spectrométrie d'émission atomique par plasma à couplage inductif (détecteur optique)
- ICP/MS, Spectrométrie d'émission atomique par plasma à couplage inductif (détection par spectrométrie de masse)
- IR, Spectrométrie Infra Rouge
- IRTF, Spectrométrie Infra Rouge à Transformée de Fourier
- ISO, Organisation Internationale de normalisation, www.iso.org
- IVAP, instruments volumétriques à piston
- LC ou HPLC, Chromatographie en phase liquide
- LD, Limite de détection
- LQ, Limite de quantification
- MRC, Matériau de référence certifié
- MRE, Matériau de référence externe
- MRI, Matériau de référence interne
- MS ou SM, Spectrométrie de masse
- MS/MS ou SM/SM, Spectrométrie de masse tandem
- NPD, Détecteur spécifique composés azotés/phosphorés
- PCR, Polymerase chain reaction
- PIR, Proche Infra Rouge
- RMN, Spectrométrie de résonance magnétique nucléaire
- SI, Système International d'unités
- SMRI ou IRMS, Spectrométrie de masse de rapport isotopique
- SPE, Solid phase extraction
- TSD, Détecteur thermoionique
- UV, Ultra-violet

3 DOMAINE D'APPLICATION

Ce document s'applique aux laboratoires accrédités ou candidats à l'accréditation pour la détermination de l'étiquetage nutritionnel, de l'analyse de la composition ainsi qu'à la recherche de critères de qualité et technologiques des denrées alimentaires destinés à l'homme ou aux animaux réalisés selon des principes analytiques décrits dans l'annexe II. De ce fait, il ne s'applique pas à la détection et la quantification des allergènes alimentaires par technique ELISA et PCR et à l'analyse de traces d'origine organique ou minérale pour lesquelles il existe des domaines d'accréditation spécifiques.

Par contre, ce document s'applique aux analyses de vitamines, aux dénombrements des cellules somatiques, aux additifs médicamenteux (uniquement pour les aliments destinés aux animaux) par voie microbiologique et par technique chromatographique.

Ce document s'adresse également aux :

- Évaluateurs du Cofrac, pour lesquels il constitue une base d'harmonisation pour l'évaluation,
- Membres des instances décisionnelles du Cofrac : Comité de Section Laboratoires, Commission d'Accréditation Biologie et Agro-Alimentaire,
- Membres de la structure permanente du Cofrac,
- Clients des laboratoires d'essais accrédités sur ce domaine,
- Instances officielles concernées par ce domaine.

4 MODALITES D'APPLICATION

Ce document est applicable à compter du **15 Juillet 2017**.

5 SYNTHÈSE DES MODIFICATIONS

Ce document annule et remplace la révision 01 de ce guide technique d'accréditation.

Les modifications apportées sont indiquées par une marque de révision en marge gauche du document. Ces modifications concernent la reformulation de l'expression des portées d'accréditation, telles que définies dans le document LAB REF 08 révision 04. Elles touchent uniquement la forme des dénominations des portées d'accréditation et ne modifient pas le champ de compétence revendiqué.

6 EXPRESSION DE LA PORTEE D'ACCREDITATION

La portée d'accréditation est définie, conformément aux principes décrits dans le document LAB REF 08, par le laboratoire à partir des quatre éléments suivants :

1. Objet (famille et matrice),
2. Caractéristique mesurée ou recherchée (paramètre analytique recherché),
3. Principe de mesure (extraction, purification, analyse),
4. Référence de la méthode (méthode reconnue, méthode non reconnue).

Plusieurs exemples de portée d'accréditation pour des demandes de type Fixe, flexible FLEX1, FLEX2 et FLEX3 sont indiqués ci-après.

Pour établir sa portée, le laboratoire se reportera à l'Annexe I qui liste les familles et les matrices.

Exemple d'expression de portée pour une demande de type FIXE

Ce type de portée peut s'appliquer à un laboratoire ne souhaitant pas faire évoluer les versions de ses méthodes reconnues, ou les protocoles techniques de ses méthodes non reconnues, entre deux évaluations Cofrac.

Le laboratoire ne peut pas utiliser sous accréditation les révisions de ses méthodes reconnues ou les modifications techniques apportées à ses méthodes non reconnues. Il doit pour cela demander auparavant une évolution de sa portée, qui est examinée par le Cofrac dans le cadre d'une évaluation d'extension.

AGROALIMENTAIRE / Divers aliments, Produits laitiers, Aliments pour animaux, Boissons (hors eaux de consommation) et produits sucrés et édulcorés, Produits céréaliers / Analyses physico-chimiques <i>(Analyses physico-chimiques en vue de la détermination de la composition, des critères de qualité et technologiques, et de l'étiquetage nutritionnel dans l'alimentation humaine et animale – LAB GTA 25/60-61-81-118-119)</i>			
Objet	Caractéristique mesurée ou recherchée	Principe de la méthode	Référence de la méthode
Aliments pour animaux Produits laitiers	Détermination de la teneur en azote total et en protéines	Dumas : Combustion O2 Détection par catharométrie	Méthode interne (référence à préciser)
Aliments composés Fruits et légumes Produits laitiers Produits sucrés et édulcorés Boissons non alcoolisées Produits céréaliers	Détermination de la teneur en cendre	Minéralisation par voie sèche Gravimétrie	Méthode interne (référence à préciser)

Portée FIXE : Le laboratoire est reconnu compétent pour pratiquer les méthodes décrites en respectant strictement les méthodes mentionnées dans la portée d'accréditation. Les modifications techniques du mode opératoire ne sont pas autorisées.

L'indice de révision des méthodes internes ne figure plus dans les annexes techniques. Néanmoins, la version des méthodes utilisée doit être traçable au sein du laboratoire et un état des révisions depuis la dernière évaluation doit être transmis au Cofrac en préparation des évaluations sur site.

AGROALIMENTAIRE / Divers aliments / Analyses physico-chimiques <i>(Analyses physico-chimiques en vue de la détermination de la composition, des critères de qualité et technologiques, et de l'étiquetage nutritionnel dans l'alimentation humaine et animale – LAB GTA 25/60)</i>			
Objet	Caractéristique mesurée ou recherchée	Principe de la méthode	Référence de la méthode
Aliments diététiques et de régime	Détermination de la teneur en lipides totaux	Hydrolyse acide Extraction à l'hexane Gravimétrie	Arrêté du 08/09/1977
Aliments diététiques et de régime et analyses destinées à l'étiquetage nutritionnel des aliments	Détermination de la teneur en manganèse	Spectrométrie d'absorption atomique	8ème Directive CEE 78/633 (15/6/78, JOCE du 29/7/78) modifiée par Directive CEE 81/680 (30/7/81) et Directive CEE 84/4 (20/12/83)

Portée FIXE : Le laboratoire est reconnu compétent pour pratiquer les méthodes décrites en respectant strictement les méthodes reconnues mentionnées dans la portée d'accréditation.

Exemple d'expression de portée pour une demande de type flexible FLEX1

Ce type de portée FLEX1 est particulièrement adapté pour un laboratoire souhaitant s'approprier les révisions successives d'une méthode reconnue et les pratiquer sous accréditation sans évaluation et décision préalables du Cofrac, tant que le contenu de la méthode reste en adéquation avec la description de la portée. Les révisions des méthodes reconnues figurant dans sa portée d'accréditation ne doivent pas induire de compétences nouvelles pour lesquelles le laboratoire n'a pas été initialement évalué. La définition d'une méthode reconnue étant précisée dans le document LAB REF 08.

Lors de l'évolution des méthodes reconnues citées en référence dans la portée d'accréditation, à la suite de nouvelles éditions ou révisions, le laboratoire mettra en application la nouvelle version selon les modalités qu'il aura définies dans son système de management de la qualité et ce dans un délai de 6 mois à compter de la date de parution de la nouvelle version.

Si la révision de la méthode reconnue implique une nouvelle compétence, le laboratoire doit se soumettre à une évaluation du Cofrac avant de pouvoir revendiquer l'application de la méthode révisée sous accréditation.

AGROALIMENTAIRE/ Divers aliments, Produits laitiers, Produits céréaliers / Analyses Physico-chimiques (Analyses physico-chimiques en vue de la détermination de la composition, des critères de qualité et technologiques, et de l'étiquetage nutritionnel dans l'alimentation humaine et animale – LAB GTA 25/60-61-119)			
Objet	Caractéristique mesurée ou recherchée	Principe de la méthode	Référence de la méthode
Produits dérivés des fruits et légumes	Acidité titrable	Titrimétrie potentiométrique manuelle	NF V 05-101
Céréales et légumineuses	Détermination de la teneur en azote total et calcul de la teneur en protéines	Kjeldahl : Minéralisation Distillation Titrimétrie	NF EN ISO 20483
Produits alimentaires	Fibres alimentaires totales	Préparation : Digestion enzymatique Analyse : Gravimétrie	AOAC 985-29
Lait	Détermination de la teneur en matière grasse	Extraction éthéro-ammoniacale (ROSE GOTTLIEB) Gravimétrie	NF EN ISO 1211

Portée flexible FLEX1 : Le laboratoire est reconnu compétent pour pratiquer les essais en suivant les méthodes référencées et leurs révisions ultérieures.

Exemple d'expression de portée pour une demande de type flexible FLEX2

Ce type de flexibilité est particulièrement adapté pour les laboratoires qui souhaitent avoir en plus la possibilité, entre deux visites d'évaluation du Cofrac, d'utiliser sous accréditation des méthodes reconnues reposant sur des compétences techniques qu'ils ont précédemment démontrées.

Par exemple, un laboratoire utilisant en routine des normes pourra aussi étendre son activité accréditée à de nouvelles méthodes reconnues après obtention de son accréditation et restant en adéquation avec sa portée d'accréditation, sans évaluation et décision préalables du Cofrac

Portée générale

AGROALIMENTAIRE/ Divers aliments / Analyses Physico-chimiques <i>(Analyses physico-chimiques en vue de la détermination de la composition, des critères de qualité et technologiques, et de l'étiquetage nutritionnel dans l'alimentation humaine et animale – LAB GTA 25/60</i>		
Objet	Caractéristique mesurée ou recherchée	Principe de mesure
Produits alimentaires	Vitamines	Préparation : Saponification Hydrolyse acide et enzymatique Extraction liquide/liquide Analyse : HPLC-UV, HPLC-FLUO

Portée flexible FLEX2 : Le laboratoire est reconnu compétent pour adopter toute méthode reconnue dans le domaine couvert par la portée générale.

Portée détaillée *

AGROALIMENTAIRE/ Divers aliments / Analyses Physico-chimiques <i>(Analyses physico-chimiques en vue de la détermination de la composition, des critères de qualité et technologiques, et de l'étiquetage nutritionnel dans l'alimentation humaine et animale – LAB GTA 25/60</i>			
Objet	Caractéristique mesurée ou recherchée	Principe de la méthode	Référence de la méthode
Produits alimentaires	Détermination de la vitamine A : Partie 1 (dosage du tout-trans-rétinol et du 13-cisrétinol)	Préparation : Saponification Extraction liquide/liquide Analyse : HPLC-UV	NF EN 12823-1
Produits alimentaires	Détermination de la vitamine B1	Préparation : Hydrolyse acide et enzymatique Analyse : HPLC-FLUO	NF EN 14122

* La liste exhaustive des analyses proposées sous accréditation est tenue à jour par le laboratoire.

Exemple d'expression de portée pour une demande de type flexible FLEX3

Ce type de portée est adapté pour un laboratoire qui demande l'accréditation pour un champ de compétences défini sans spécifier la référence des méthodes. Il peut utiliser sous accréditation sans évaluation préalable du Cofrac tout type de méthodes correspondant au descriptif fait dans sa portée d'accréditation, pourvu qu'il ait apporté la preuve qu'elles sont validées et maîtrisées.

Ce profil de flexibilité de portée inclut les possibilités offertes dans le type FLEX2, mais aussi la possibilité de concevoir des méthodes, d'adapter des méthodes existantes ou d'adopter des méthodes non reconnues et de les utiliser sous accréditation sans évaluation préalable du Cofrac.

En fonction de la portée détaillée revendiquée par le laboratoire, la portée générale et le commentaire associé seront adaptés pour correspondre aux besoins du laboratoire et aux compétences démontrées.

Portée générale

AGROALIMENTAIRE/ Divers aliments, Produits laitiers, Aliments pour animaux, Boissons (hors eaux de consommation), Produits céréaliers / Analyses Physico-chimiques <i>(Analyses physico-chimiques en vue de la détermination de la composition, des critères de qualité et technologiques, et de l'étiquetage nutritionnel dans l'alimentation humaine et animale – LAB GTA 25/60-61-81-118-119)</i>		
Objet	Caractéristique mesurée ou recherchée	Principe de mesure
Aliments diététiques et de régime Alimentation animale : aliments composés complets Produits laitiers Boissons non alcoolisées Produits céréaliers	Vitamines	Préparation : Saponification Hydrolyse acide Extraction liquide/liquide Purification : Chromatographie semi-préparative Analyse : HPLC-UV, HPLC-FLUO

Portée flexible FLEX3 : Le laboratoire est reconnu compétent, dans le domaine couvert par la portée générale, pour adopter toute méthode reconnue et pour développer ou mettre en œuvre toute autre méthode dont il aura assuré la validation.

Portée détaillée*

AGROALIMENTAIRE/ Divers aliments, Produits laitiers, Aliments pour animaux, Boissons (hors eaux de consommation), Produits céréaliers / Analyses Physico-chimiques <i>(Analyses physico-chimiques en vue de la détermination de la composition, des critères de qualité et technologiques, et de l'étiquetage nutritionnel dans l'alimentation humaine et animale – LAB GTA 25/60-61-81-118-119)</i>			
Objet	Caractéristique mesurée ou recherchée	Principe de la méthode	Référence de la méthode
Produits laitiers : poudre de lait Boissons non alcoolisées Produits céréaliers : biscuit	Détermination de la vitamine B3	Préparation : Hydrolyse acide Analyse : Analyse HPLC-FLUO	Méthode interne (référence à préciser)
Aliments diététiques Aliments de régime Produits laitiers : lait liquide Alimentation animale : Aliments composés complets	Détermination de la vitamine D	Préparation : Saponification Extraction liquide/liquide Purification : Chromatographie semi-préparative en phase normale Analyse : HPLC-UV	Méthode interne (référence à préciser)

AGROALIMENTAIRE/ Divers aliments, Produits laitiers, Aliments pour animaux, Boissons (hors eaux de consommation), Produits céréaliers / Analyses Physico-chimiques <i>(Analyses physico-chimiques en vue de la détermination de la composition, des critères de qualité et technologiques, et de l'étiquetage nutritionnel dans l'alimentation humaine et animale – LAB GTA 25/60-61-81-118-119)</i>			
Objet	Caractéristique mesurée ou recherchée	Principe de la méthode	Référence de la méthode
Produits alimentaires	Dosage de la vitamine B6	Préparation : Hydrolyse acide et enzymatique Analyse : HPLC-FLUO	NF EN 14164
Produits laitiers Produits céréaliers	Détermination de la vitamine B1	Préparation : Hydrolyse acide et enzymatique Analyse : HPLC-FLUO	Méthode interne (référence à préciser)

* La liste exhaustive des analyses proposées sous accréditation est tenue à jour par le laboratoire.

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI

Cas particulier : exemple d'expression de portée spécifique aux acides gras

Pour le dosage [qualitatif en relatif (%) et/ou quantitatif en absolu (mg/100g)] des acides gras dans les matrices agro-alimentaires nécessitant une étape d'extraction préalable à l'analyse, la portée d'accréditation sera exprimée ainsi :

AGROALIMENTAIRE/ Divers aliments, Produits laitiers, Produits carnés, Produits de la mer, Corps gras, Produits céréaliers / Analyses Physico-chimiques (Analyses physico-chimiques en vue de la détermination de la composition, des critères de qualité et technologiques, et de l'étiquetage nutritionnel dans l'alimentation humaine et animale – LAB GTA 25/60-61-80-82-119)			
Objet	Caractéristique mesurée ou recherchée	Principe de la méthode	Référence de la méthode
Aliments diététiques Aliments de régime Alimentation particulière Produits carnés Produits de la pêche Produits céréaliers	Extraction de la matière grasse	Extraction par solvant	Méthode interne (référence à préciser)

Portée FIXE : Le laboratoire est reconnu compétent pour pratiquer les méthodes décrites en respectant strictement les méthodes mentionnées dans la portée d'accréditation. Les modifications techniques du mode opératoire ne sont pas autorisées.

AGROALIMENTAIRE/ Corps gras / Analyses Physico-chimiques (Analyses physico-chimiques en vue de la détermination de la composition, des critères de qualité et technologiques, et de l'étiquetage nutritionnel dans l'alimentation humaine et animale – LAB GTA 25/82)			
Objet	Caractéristique mesurée ou recherchée	Principe de la méthode	Référence de la méthode
Corps gras	Esters méthyliques d'acide gras	Préparation : Méthylation	NF EN ISO 12966-2
		Analyse : GC-FID	NF EN ISO 12966-4

Portée flexible FLEX1 : Le laboratoire est reconnu compétent pour pratiquer les essais en suivant les méthodes référencées et leurs révisions ultérieures.

7 GUIDE DE LECTURE DES EXIGENCES D'ACCREDITATION ET RECOMMANDATIONS

7.1 Généralités

L'aptitude d'un laboratoire à être accrédité par le Cofrac est examinée au regard du respect :

- des exigences de la norme NF EN ISO/CEI 17025,
- des exigences générales du Cofrac, principalement celles définies dans le document LAB REF 02,
- des explicitations de ces exigences pour le domaine technique en objet, approuvées par la Commission Technique d'accréditation Biologie et Agro-alimentaire et déclinées ci-après.

7.2 Revue de contrat

NF EN ISO/CEI 17025 § 4.4

Dans le cadre des analyses destinées à l'étiquetage nutritionnel (Cf. liste ci-dessous non exhaustive), les modalités des calculs doivent être précisées avec le client lors de la revue de contrat :

- Valeur nutritionnelle (formule de calcul utilisée),
- Teneur en protéines (préciser le coefficient de conversion),
- Teneur en acides gras (% relatif ou teneur en g/100g de produit),
- Expression du résultat sur produit brut et/ou sur matière sèche*. (*Le laboratoire doit être accrédité sur le paramètre « détermination de la teneur en eau » de la matrice considérée).

Les calculs sont évalués comme étant une compétence à exploiter des résultats au même titre que des avis et interprétations (Cf. § 9.4 LAB REF 02). Ils sont rendus sous couvert de l'accréditation si toutes les déterminations intermédiaires entrant dans ce calcul sont couverts par l'accréditation (Exemples : Valeur calorique, rapport Collagènes/Protéines, ...)

7.3 Echantillons

NF EN ISO/CEI 17025 § 5.8

Réception et stockage des échantillons :

Le laboratoire définira des critères d'acceptabilité des échantillons à réception et des critères relatifs aux conditions de stockage (avant et après analyse) dans la mesure où ces dispositions ne sont pas définies dans les textes de référence (normes, règlements, code des usages de la charcuterie et de la salaison, ...).

Les échantillons doivent parvenir au laboratoire dans des conditions préservant leurs propriétés chimiques intrinsèques et dans les quantités nécessaires aux analyses et représentatives de l'échantillon.

Préparation des échantillons :

Le laboratoire définira un protocole interne de préparation et de conservation des échantillons pour essai et analyse (broyage, homogénéisation et division) dans la mesure où ces dispositions ne sont pas définies dans les textes de référence (normes, règlements, code des usages de la charcuterie et de la salaison, ...).

Ce protocole interne devra être validé pour s'assurer de l'homogénéité du broyat à partir d'un marqueur pertinent. A titre d'exemple, le paramètre «Azote selon la méthode Dumas» dans un sandwich broyé peut être utilisé comme indicateur d'homogénéité.

7.4 Réactifs et consommables

NF EN ISO/CEI 17025 § 4.6

La procédure pour la sélection, l'achat, la réception et le stockage des produits consommables qui ont des incidences sur la qualité des résultats inclura entre autres les kits enzymatiques, les étalons de vitamines, de sucres, d'acides gras, etc.

7.5 Méthodes

NF EN ISO/CEI 17025 § 5.4

7.5.1 Méthodes non reconnues

Pour toute méthode reconnue ayant fait l'objet d'une adaptation, toute méthode développée en interne, ainsi que pour toute méthode issue de kits fournisseurs (par exemple méthodes ELISA, enzymatique, colorimétrique), le laboratoire présentera un dossier de **validation** conformément aux exigences de la norme NF EN ISO/CEI 17025 et du LAB REF 02. La validation doit permettre de couvrir l'ensemble du domaine d'application de la méthode.

Il convient que la validation soit effectuée *a minima* sur trois matrices, associées à une famille, représentatives du domaine d'application du laboratoire (Cf. Annexe 1). Dans tous les cas, il appartiendra au laboratoire de s'interroger sur un éventuel effet matrice pour déterminer le nombre de matrices à tester (cas des produits laitiers, des produits carnés, des aliments composés, ...). Dans le cas où le champ d'application d'une méthode ne porterait que sur une ou deux matrices, la validation n'est réalisée que sur ces dernières.

Pour toutes les matrices, il conviendra de s'assurer de l'homogénéité du broyat (Cf. chapitre 7.3).

Le dossier de **validation** comportera au minimum les éléments suivants :

- L'étendue de mesure (domaine de validité des mesures),
- La linéarité, si applicable,
- La limite de détection (LD), si applicable,
- La limite de quantification (LQ), si applicable,
- Les données de fidélité (répétabilité et reproductibilité),
- Les données de justesse (EIL, MRC, MRE, dopage, essais croisés avec un laboratoire accrédité),

Remarque : dans le cas où une méthode reconnue existe, une comparaison de la méthode alternative à cette méthode peut être envisagée.

- La spécificité, si nécessaire.

7.5.2 Méthodes reconnues

Afin de s'assurer de la maîtrise des performances décrites dans la méthode, le laboratoire établira un dossier de **caractérisation** qui comporte *a minima*, pour une méthode donnée, la vérification des éléments suivants :

- La linéarité, si applicable,
- Les limites de détection (LD) et de quantification (LQ), si applicable,
- Les données de fidélité (répétabilité et reproductibilité) et le suivi de la fiabilité des résultats par l'analyse de matériaux de référence (EIL, MRC, MRE, MRI) dans le domaine de validité des mesures.

L'étape de caractérisation doit tenir compte du domaine d'application (étendue de mesure et matrices) de la méthode en adéquation avec celui défini par le laboratoire.

7.5.3 Dosage des acides gras

Au préalable, le laboratoire choisira la technique d'extraction de la matière grasse la plus adaptée en fonction des matrices traitées (biscuits, produits laitiers, produits de la pêche) et du type d'analyse à réaliser (% relatif et/ou teneur en g/100g de produits).

La quantification des acides gras (g/100g des acides gras ou mg/100g de produits) peut être réalisée préférentiellement par étalonnage interne en utilisant un ou plusieurs étalons d'acides gras (C5, C13, C21, C23, ...) choisis en fonction du type de matière grasse constituant la matrice à analyser ou par calcul à partir de la teneur en matières grasses totales du produit et du pourcentage relatif des différents acides gras de la matière grasse extraite déterminée par chromatographie en phase gazeuse.

La méthode retenue par le laboratoire pour déterminer les teneurs en acides gras (étalonnage interne ou calcul) devra être précisée avec le client lors de la revue de la demande et indiquée sur le rapport d'essai.

Il est rappelé au laboratoire que la validation de la méthode employée en cas d'utilisation d'un protocole interne (extraction et/ou analyse) doit être effectuée.

7.6 Installation et conditions ambiantes

NF EN ISO/CEI 17025 § 5.3

Le laboratoire devra se référer aux exigences décrites dans les textes de référence (normes, règlements, code des usages de la charcuterie et de la salaison, ...).

7.7 Equipements – Traçabilité du mesurage

NF EN ISO/CEI 17025 § 5.6

Les équipements de mesure critiques (balance, étuve, four à moufle, sonde de température, ...) doivent faire l'objet d'un raccordement métrologique conformément aux dispositions décrites dans la norme NF EN ISO/CEI 17025 et le document Cofrac LAB REF 02.

La vérification des appareils listés ci-dessous (liste non exhaustive) peut se faire par l'utilisation de matériaux de référence (MRC, MRE ou MRI) :

- Alvéographe,
- Analyseur élémentaire (Dumas),
- Aw mètre,
- Consistographe,
- Equipements de chromatographie (liquide ou gazeuse),
- Etuve sous pression réduite,
- Falling number,
- Farinographe,
- Flux continu,
- Gluten index,
- Hygromètres,
- Spectrométrie d'absorption atomique,
- Spectrométrie d'émission atomique (ICP),
- Spectrométrie de masse de rapport isotopique (SMRI),
- Spectrométrie de résonance magnétique nucléaire (RMN),
- Spectrométrie Infra Rouge (IR, IRTF),
- Spectrophotomètre UV/Visible (dans le cadre de mesure relative, le raccordement par des filtres certifiés n'est pas exigé. Par contre, les méthodes reposant sur des mesures absolues d'absorbance nécessitent l'étalonnage du spectrophotomètre en longueur d'onde et en absorbance par des matériaux raccordés),

- Système de minéralisation de type micro-ondes.

Par ailleurs, le laboratoire suivra certaines préconisations pour :

- Les unités de minéralisation multiposte : elles seront vérifiées en chaque point lors de la mise en service puis le suivi de la fiabilité du système analytique peut se vérifier par rapport à des matériaux de référence (MRC, MRE ou MRI) en alternant la position du témoin de façon à tester l'ensemble des postes sur une période donnée.
- Les aréomètres : un étalonnage par un laboratoire accrédité par le Cofrac étalonnage (ou tout autre organisme signataire des accords de reconnaissance multilatéraux d'EA Etalonnage), à posteriori de leur achat n'est pas nécessaire, dans le cas d'aréomètres achetés raccordés. Il faut cependant vérifier le bon fonctionnement de l'aréomètre par la mesure d'une solution de masse volumique connue.
- Les instruments volumétriques à piston (micropipettes) : un certificat d'étalonnage avec la marque Cofrac (ou de tout autre organisme signataire de l'accord multilatéral de reconnaissance d'équivalence étalonnage d'EA ou d'ILAC) ou un certificat d'étalonnage réalisé par un laboratoire national de métrologie du domaine et signataire de l'arrangement de reconnaissance mutuelle du CIPM permet d'assurer un raccordement au SI. Toutefois, un raccordement interne au SI par pesée suivant une procédure détaillée est recevable. Dans tous les cas, une vérification intermédiaire régulière de ce matériel peut s'avérer nécessaire (niveau de risque à évaluer par le laboratoire en fonction de son utilisation).
- La verrerie jaugée de classe A (fioles, pipettes) : un contrôle métrologique n'est pas nécessaire mais peut être envisagé en cas de dérive analytique.
- Les tubes de minéralisation en polypropylène (ou autre matériel équivalent) : s'ils sont utilisés à la place de fioles jaugées, le volume de ces tubes doit être vérifié périodiquement par le laboratoire. Si cette vérification n'est pas réalisée à chaque lot, le laboratoire doit pouvoir justifier de la fiabilité des produits utilisés (par exemple, vérification initiale sur au moins 10 lots et contrôle au moins une fois par an).
- Les enceintes thermostatiques : la température des enceintes thermostatées de stockage des échantillons, des étalons, des consommables est à contrôler. Chaque laboratoire définit la criticité des produits contenus dans ses enceintes et adapte les contrôles à mettre en place pour assurer la qualité des résultats. Le suivi de la température est à réaliser *a minima* avec un thermomètre mini/maxi. Par ailleurs, lorsque des réactifs sont à conserver à une température évitant de les altérer, alors la cartographie de l'enceinte concernée est à réaliser.

7.8 Qualité des résultats

NF EN ISO/CEI 17025 § 5.9

Le laboratoire disposera d'une procédure de maîtrise de la qualité pour surveiller régulièrement la validité des essais réalisés (autocontrôle) conformément aux exigences de la norme EN ISO/CEI 17025 et à celles du LAB REF 02 dans le cas où cela ne serait pas définie au niveau de la méthode.

Les analyses en double (à partir de deux prises d'essai différentes sur le même échantillon) ne sont pas exigées, sauf si cela est explicitement prévu dans le texte de référence des méthodes utilisées. En l'absence de spécification dans le texte de référence, si le laboratoire effectue des analyses en simple, il doit avoir prévu et appliquer une procédure de suivi régulier de la répétabilité des résultats d'essais (MRI, EIL, etc).

Le laboratoire a l'obligation de participer à des essais interlaboratoires (EIL) pour les paramètres et les matrices objets de l'accréditation quand de tels circuits existent. Il appartient au laboratoire de s'adresser à des organismes compétents pour cette activité (Cf. § 9.5 LAB REF 02).

L'exploitation de ces résultats doit être réalisée conformément aux exigences du LAB REF 02.

7.9 Rapport d'analyse

NF EN ISO/CEI 17025 § 5.10

L'incertitude de mesure doit obligatoirement être évaluée par le laboratoire pour chaque essai de sa portée d'accréditation. L'utilisation de l'incertitude de mesure dans le rapport d'analyse est fonction à la fois des exigences exprimées par le client et de celles contenues dans les référentiels. Cette incertitude peut être reportée sur le rapport d'essai sous la forme $y \pm U$ (U =incertitude élargie avec un facteur d'élargissement $k=2$) conformément aux dispositions établies dans le LAB REF 02.

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI

Annexe I : FAMILLES/MATRICES

I-1 ALIMENTATION HUMAINE : familles et matrices représentatives du domaine LAB GTA 25

Familles	Matrices*
Produits céréaliers (60, 119)	Céréales (blé, maïs, ...) Produits de mouture (farine, semoule) Pain Biscuits Barres céréales Pâtisserie Viennoiserie (et autres à définir)
Produits gras (82)	Graines oléagineuses Fruits à coques Huiles et graisses Margarine Matières grasses allégées Mayonnaise Vinaigrette (et autres à définir)
Ovoproduits (60, 82)	Oufs et dérivés (et autres à définir)
Produits laitiers (61)	Lait liquide Poudre de lait Beurre et crème Lait fermenté et yaourt Fromages et fromages fondus Lactosérum et caséines (et autres à définir)
Produits carnés (80)	Viandes Volailles Charcuterie et salaisons (et autres à définir)
Produits de la pêche (80)	Poissons Crustacés Mollusques (et autres à définir)
Fruits et légumes (60, 118)	Fruits séchés Fruits frais Légumes secs Légumes frais Produits dérivés des fruits et des légumes (compote, soupe, purée, ...) (et autres à définir)
Produits sucrés et édulcorés (118)	Sucre Edulcorant Confiserie Confitures et gelées Chocolat Miel Mélasse Vinsasse (et autres à définir)
Café, Thé, Infusion (118)	Café Thé Infusion (et autres à définir)

Familles	Matrices*
<p align="center">Boissons non alcoolisées (118)</p>	<p align="center">Jus de fruits Jus de légumes Sirops et concentrés Sodas (et autres à définir)</p>
<p align="center">Epices et condiments (60)</p>	<p align="center">Poivre Sel Piment Safran Moutarde (et autres à définir)</p>
<p align="center">Aliments diététiques Aliments de régime Alimentation particulière (60)</p>	<p align="center">Substituts de repas Poudre hyperprotéinés Compléments alimentaires (et autres à définir)</p>
<p align="center">Aliments composés (60)</p>	<p align="center">Plats cuisinés Sandwich Pizza (et autres à définir)</p>

* Liste non exhaustive

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI

**I-2 ALIMENTATION ANIMALE : familles et matrices représentatives du domaine
LAB GTA 25**

Familles	Matrices*
<p align="center">Matières premières (81)</p>	<p align="center">Produits céréaliers Produits oléagineux (graines et tourteaux) Produits oléoprotéagineux Tubercules Fourrage Ensilage Corps gras Farines animales Mélasses (et autres à définir)</p>
<p align="center">Prémélanges (81)</p>	<p align="center">Support minéral (minéraux, vitamines, médicaments, ...) Support végétal (minéraux, vitamines, médicaments, ...) (et autres à définir)</p>
<p align="center">Aliments composés complets ou complémentaires (81)</p>	<p align="center">Aliments bovins Aliments ovins Aliments porc Aliments d'allaitements Aliments volailles Aliments poissons Aliments animaux de compagnie (et autres à définir)</p>

* Liste non exhaustive

LA VERSION ELECTRONIQUE EST EN COURS DE VALIDATION

Annexe II : Préparation et Dosage

Techniques *	Spécificités*
Alvéographe	
Chromatographie en phase gazeuse (GC)	Détection FID, ECD, TSD, NPD, MS, MS/MS, SMRI, ...
Chromatographie en phase liquide (LC ou HPLC)	Détection UV, DAD, fluorimétrie, réfractométrie, ampérométrie, conductimétrie, MS, MS/MS, SMRI, ...
Chromatographie sur couche mince et papier (CCM)	
Colorimétrie	
Conductimétrie	
Cryoscopie	
Densimétrie	Aréométrie Pycnométrie Densimètre de PAAR
Dessiccation	T°C à préciser Sous pression réduite (T°C à préciser)
Distillation – Entraînement à la vapeur	
DUMAS	Combustion O ₂ , Détection par catharométrie ou autres à définir
Electrophorèse	Capillaire
Enzymo-immunologique (ELISA)	Détection UV-Visible, fluorimétrie
Extraction par solvant	Dénomination de la méthode (ROSE GOTTlieb, ...), le cas échéant Nature du solvant (à préciser) Type d'extracteur (à préciser) Type d'extraction (Liquide/Liquide, acido-butylométrie, ...)
Extraction/Purification	Solide/liquide Liquide/liquide Liquide/solide (SPE) Immunoaffinité
Farinographe	
Flux continu	Colorimétrie
Gravimétrie	
Hydrolyse	Enzymatique Acide Alcaline

Techniques *	Spécificités*
Hygromètre	
ICP	AES/OES/MS
Incinération	
Indice de chute de Hagberg	
KJELDAHL	Minéralisation, distillation, titrimétrie
Microscopie	Optique Electronique
Minéralisation	Voie sèche Voie humide
pH-métrie	
Réaction enzymatique	Détection spectrophotométrique
Réfractométrie	
RMN	Pulsée Ondes continues
Spectrométrie d'absorption atomique	Flamme
Spectrométrie Infra Rouge	Proche Infra Rouge (PIR) IRTF
Spectrophotométrie	UV, Visible
Titrimétrie	Indicateur coloré Potentiométrie
Turbidimétrie	
Autre technique (à préciser)	

* Liste non exhaustive