

GUIDE TECHNIQUE D'ACCREDITATION

ANALYSES D'ELEMENTS TRACES METALLIQUES ET MINERAUX ET LEURS ESPECES CHIMIQUES DANS LES DENREES ALIMENTAIRES DESTINEES A L'HOMME OU AUX ANIMAUX

LAB GTA 45

Révision 00

cofrac



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. NOMENCLATURE DES ESSAIS ET EXPRESSIONS DES PORTEES D'ACCREDITATION	5
7. GUIDE DE LECTURE DES EXIGENCES D'ACCREDITATION ET RECOMMANDATIONS	11
7.1 PERSONNEL.....	11
7.2 REVUE DES DEMANDES ET DE CONTRAT	11
7.3 ECHANTILLONS SOUMIS A ESSAIS	11
7.4 REACTIFS ET CONSOMMABLES	12
7.5 METHODES.....	12
7.6 INSTALLATIONS ET CONDITIONS AMBIANTES.....	13
7.7 EQUIPEMENTS – TRAÇABILITE DU MESURAGE	14
7.8 QUALITE DES RESULTATS	15
7.9 RAPPORT D'ANALYSE	15
8. BIBLIOGRAPHIE.....	16
Annexe I : FAMILLES / MATRICES	17
Annexe II : PRINCIPES DES METHODES.....	20

LA VERSION ELECTRONIQUE PAT FOI

1. OBJET DU DOCUMENT

La norme NF EN ISO/CEI 17025 définit les exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages, d'essais et d'analyses.

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 aux analyses d'éléments traces métalliques (ETM) et minéraux et leurs formes chimiques (spéciation mercure, spéciation arsenic, ...) dans les denrées alimentaires destinées 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 des référentiels mentionnés ci-dessus.

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 :

- **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 ».
- **LAB REF 16** « Politique relative à la participation des Laboratoires de Référence au système d'accréditation dans le champ d'application du Règlement 882/2004 ».
- **ISO/Guide 31** « matériaux de référence – contenu des certificats, des étiquettes et de la documentation d'accompagnement »

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*).

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*).

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 ».

Matériaux de référence (MR) : matériau suffisamment homogène et stable quant à une ou plusieurs propriétés spécifiées, qui a été préparé pour être adapté à son utilisation prévue dans un processus de mesurage (*extrait de l'ISO/Guide 31*).

Matériaux de référence certifié (MRC) : matériau de référence caractérisé par une procédure métrologiquement valide applicable à une ou plusieurs propriétés spécifiées et accompagné d'un certificat de MR qui donne la valeur de la propriété spécifiée, son incertitude associée, et une expression de la traçabilité métrologique (*extrait de l'ISO/Guide 31*)

Matériaux de référence externes (MRE) : matériau de référence dont les valeurs de consensus ont été déterminées à la suite d'études interlaboratoires, comme les essais d'inter-comparaisons organisés pour évaluer les performances des laboratoires.

Exemple : Échantillons issus de circuits de comparaisons interlaboratoires dont les valeurs de référence ont été estimées. Les durées et les conditions de stockage sont garanties par le fournisseur de l'échantillon.

Matériaux de référence internes (MRI) : matériau de référence dont les valeurs de référence sont attribuées par l'utilisateur par comparaison aux valeurs certifiées d'un matériau de référence, ou par ajout d'une quantité connue de l'analyte à la matrice exempte de cet analyte.

Exemple : Échantillon issu de circuits de comparaisons interlaboratoires ou ajout dosé dont la stabilité est garantie par le laboratoire.

Portée d'accréditation : Énoncé formel et précis des activités pour lesquelles le laboratoire est accrédité ou demande l'accréditation, tel que défini dans le document LAB REF 08. Elle se compose de lignes de portée d'accréditation (*extrait du LAB REF 05*).

2.3 Sigles et abréviations

- Anses, Agence nationale de sécurité sanitaire de l'alimentation, de l'environnement et du travail
- CIPM, Comité International des Poids et Mesures
- Cofrac, Comité français d'accréditation, www.cofrac.fr
- EA, European Cooperation for Accreditation
- EIL, Essais Inter-Laboratoires
- ETM, Eléments Traces Métalliques et Minéraux
- 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 de Masse par Plasma à Couplage Inductif
- ILAC, International Laboratory Accreditation Cooperation
- ISO, Organisation Internationale de normalisation, www.iso.org
- LC ou HPLC, Chromatographie en Phase Liquide
- LD, Limite de Détection
- LMR, Limite Maximale de Résidus
- LQ, Limite de Quantification
- MRC, Matériau de Référence Certifié
- MRE, Matériau de Référence Externe
- MRI, Matériau de Référence Interne
- SAA, Spectrométrie d'Absorption Atomique
- SI, Système International d'unités

3. DOMAINE D'APPLICATION

Ce document s'applique aux laboratoires accrédités ou candidats à l'accréditation pour des analyses d'éléments traces métalliques (ETM) et minéraux et leurs formes chimiques (spéciation mercure, spéciation arsenic, ...) dans les denrées alimentaires destinées à l'homme ou aux animaux réalisées selon des principes analytiques décrits dans l'annexe II. Ce guide peut également s'appliquer aux analyses sur les végétaux et les cosmétiques et produits d'hygiène. Mais, il exclut les analyses de l'étiquetage nutritionnel (LAB GTA 25) et de l'environnement (eau de consommation humaine – LAB GTA 05).

Ce document s'adresse également aux :

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

L'accréditation est délivrée pour une portée définie par le laboratoire correspondant à ses besoins et suivant les différentes options décrites dans le document LAB REF 08 (Expression et évaluation des portées d'accréditation).

Ce guide s'applique aux laboratoires œuvrant dans le cadre des contrôles officiels et aux laboratoires intervenant hors contrôle officiel. Pour les premiers, les exigences du document LAB REF 16 complètent celles du LAB REF 08.

4. MODALITES D'APPLICATION

Ce document entre en vigueur à compter du 1^{er} septembre 2017.

5. SYNTHESE DES MODIFICATIONS

Ce document annule et remplace le programme d'accréditation n°99-3. Il s'agit de la version initiale du document, il porte l'indice de révision n° 00 et aucune marque de modification n'est indiquée.

6. NOMENCLATURE DES ESSAIS ET EXPRESSIONS DES PORTEES 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 la méthode,
4. Référence de la méthode (méthode reconnue, méthode non reconnue).

Plusieurs exemples d'expression de portée d'accréditation en portée Fixe ou flexible de type FLEX1, FLEX2 ou FLEX3 sont indiqués ci-après.

Pour établir sa portée, le laboratoire se reportera aux annexes I et II qui listent les matrices et les principes de méthode.

Exemple d'expression de portée 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 / Analyses physico-chimiques <i>(Analyses d'éléments traces métalliques et minéraux et leurs espèces chimiques dans les denrées alimentaires destinées à l'homme ou aux animaux – LAB GTA 45)</i>			
Objet	Caractéristique mesurée ou recherchée	Principe de la méthode	Référence de la méthode
Produits céréaliers Légumes	Détermination de la teneur en Cadmium, Plomb	Préparation : Voie humide par micro-ondes sous pression Détection et quantification : SAA - Four graphite	Méthode interne (référence à préciser)
Produits de la pêche	Détermination de la teneur en Mercure	Préparation : Voie humide par système ouvert Détection et quantification : SAA - Vapeurs froides	Méthode interne (référence à préciser)
Produits laitiers Produits gras : Huiles Graines oléagineuses	Détermination de la teneur en Cadmium, Calcium, Magnésium, Plomb	Préparation : Voie humide par système ouvert Détection et quantification : ICP-AES	Méthode interne (référence à préciser)
Produits carnés Produits laitiers Fruits et légumes : compotes	Détermination de la teneur en Arsenic, Chrome, Cuivre, Molybdène	Préparation : Voie humide par micro-ondes sous pression Détection et quantification : ICP-MS	Méthode interne (référence à préciser)
Végétaux : arbres, herbes, légumes, grains, tiges, feuilles, aiguilles	Détermination de la teneur en Aluminium, Calcium, Cuivre, Fer, Magnésium, Manganèse, Phosphore, Potassium, Zinc	Préparation : Voie sèche Voie humide par micro-ondes sous pression Détection et quantification : ICP-AES	Méthode interne (référence à préciser)

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

Cas particulier : exemple d'expression de portée fixe pour les produits cosmétiques et produits d'hygiène

Produits chimiques et biologiques / Produits cosmétiques et produits d'hygiène / Analyses physico-chimiques			
Objet	Caractéristique mesurée ou recherchée	Principe de la méthode	Référence de la méthode
Produits cosmétiques, produits d'hygiène : poudres, poudres compactes, crèmes	Détermination de la teneur en, Cadmium, Chrome, Nickel, Plomb	Préparation : Voie humide par micro-ondes sous pression Détection et quantification : ICP-AES	Méthode interne (référence à préciser)

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

Exemple d'expression de portée flexible FLEX1

Ce type de portée est particulièrement adapté pour un laboratoire souhaitant s'approprier les révisions successives d'une méthode reconnue (exemple : texte normatif, méthode validée par le LNR) 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 et dans le document LAB REF 16 lorsque l'accréditation intervient dans un contexte réglementaire.

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.

Agroalimentaire / Divers aliments / Analyses physico-chimiques			
<i>(Analyses d'éléments traces métalliques et minéraux et leurs espèces chimiques dans les denrées alimentaires destinées à l'homme ou aux animaux – LAB GTA 45)</i>			
Objet	Caractéristique mesurée ou recherchée	Principe de la méthode	Référence de la méthode
Produits carnés Produits de la pêche Produits laitiers	Détermination de la teneur en Arsenic	Préparation : Voie sèche Détection et quantification : SAA - Hydrures	Méthode Anses Maisons-Alfort CIME 04
Aliments des animaux	Détermination de la teneur en Cadmium, Plomb	Préparation : Voie humide par micro-ondes sous pression Détection et quantification : SAA - Four graphite	NF EN 15550
Produits alimentaires	Détermination de la teneur en Iode	Préparation : Solide / liquide à froid Détection et quantification : ICP-MS	NF EN 15111

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

Exemple d'expression de portée flexible FLEX2

Ce type de flexibilité est particulièrement adapté pour un laboratoire qui souhaite demander l'accréditation pour un champ de compétences défini qu'il entend réaliser au moyen de méthodes reconnues, mais sans spécifier la liste détaillée de ces méthodes (adopter par exemple des normes de différentes origines).

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 (Analyses d'éléments traces métalliques et minéraux et leurs espèces chimiques dans les denrées alimentaires destinées à l'homme ou aux animaux – LAB GTA 45)		
Objet	Caractéristique mesurée ou recherchée	Principe de mesure
Produits alimentaires	Eléments traces métalliques et minéraux	Préparation : Voie humide par système ouvert Voie humide par micro-ondes sous pression Détection et quantification : SAA - Vapeurs froides ICP-MS

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 (Analyses d'éléments traces métalliques et minéraux et leurs espèces chimiques dans les denrées alimentaires destinées à l'homme ou aux animaux – LAB GTA 45)			
Objet	Caractéristique mesurée ou recherchée	Principe de la méthode	Référence de la méthode
Produits de la pêche	Détermination de la teneur en Mercure	Préparation : Voie humide par système ouvert Détection et quantification : SAA - Vapeurs froides	Méthode Anses/LSAliments/LS A-INS-0082
Produits alimentaires	Détermination de la teneur en Arsenic, Cadmium, Mercure Plomb	Préparation : Voie humide par micro-ondes sous pression Détection et quantification : ICP-MS	NF EN 13805 NF EN 15763
Produits carnés Produits laitiers	Détermination de la teneur en Arsenic, Cadmium, Mercure, Plomb	Préparation : Voie humide par micro-ondes sous pression Détection et quantification : ICP-MS	Méthode Anses/LSAliments/LS A-INS-0084

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

Exemple d'expression de portée 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 / Analyses physico-chimiques (Analyses d'éléments traces métalliques et minéraux et leurs espèces chimiques dans les denrées alimentaires destinées à l'homme ou aux animaux – LAB GTA 45)		
Objet	Caractéristique mesurée ou recherchée	Principe de mesure
Alimentation humaine Alimentation animale	Eléments traces métalliques et minéraux et leurs espèces chimiques	Préparation : Voie humide par micro-ondes sous pression Voie humide par système ouvert Détection et quantification : ICP-MS ICP-AES LC-ICP/MS

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

Portée détaillée*

Agroalimentaire / Divers aliments / Analyses physico-chimiques (Analyses d'éléments traces métalliques et minéraux et leurs espèces chimiques dans les denrées alimentaires destinées à l'homme ou aux animaux – LAB GTA 45)			
Objet	Caractéristique mesurée ou recherchée	Principe de la méthode	Référence de la méthode
Boissons alcoolisées	Détermination de la teneur en Argent, Aluminium, Arsenic, Bore, Calcium, Cadmium, Cobalt, Chrome, Cuivre, Fer, Potassium, Magnesium, Manganese, Phosphore, Plomb, Sodium, Zinc	Préparation : Voie humide par micro-ondes sous pression Voie humide par système ouvert Détection et quantification : ICP-AES	Méthode interne (référence à préciser)
Fruits et légumes Produits carnés Produits de la pêche Produits laitiers Produit céréaliers Produits gras Alimentation infantile	Détermination de la teneur en Arsenic, Cadmium, Mercure, Sélénium, Plomb	Préparation : Voie humide par micro-ondes sous pression Détection et quantification : ICP-MS	Méthode Anses ET2M LSA-INS-0086

Agroalimentaire / Divers aliments / Analyses physico-chimiques (Analyses d'éléments traces métalliques et minéraux et leurs espèces chimiques dans les denrées alimentaires destinées à l'homme ou aux animaux – LAB GTA 45)			
Objet	Caractéristique mesurée ou recherchée	Principe de la méthode	Référence de la méthode
Aliments des animaux	Détermination de la teneur en Cadmium, Plomb	Préparation : Voie humide par micro-ondes sous pression Détection et quantification : SAA - Four graphite	NF EN 15550
Produits céréaliers : céréales Fruits et légumes Produits de la pêche	Détermination de la teneur en Arsenic III, Arsenic V, monométhyl Arsenic, diméthyl Arsenic, Arsenocholine AsC, Arsenobetaine AsB	Préparation : Voie humide par système ouvert Extraction solide / liquide à froid Détection et quantification : LC-ICP/MS	Méthode interne (référence à préciser)
Produits de la pêche Fruits et légumes Aliments diététiques, aliments de régime, alimentation particulière : compléments alimentaires Alimentation animale	Détermination de la teneur en Mercure II, Méthylmercure	Préparation : Voie humide par système ouvert Extraction solide / liquide à froid Détection et quantification : LC-ICP/MS	Méthode interne (référence à préciser)

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

7. GUIDE DE LECTURE DES EXIGENCES D'ACCREDITATION ET RECOMMANDATIONS

7.1 Personnel

NF EN ISO/CEI 17025 § 5.2
LAB REF 02 § 9.1

Il revient au laboratoire de définir des critères objectifs pour la qualification, l'habilitation du personnel et le maintien des compétences en tenant compte des différentes techniques analytiques utilisées et leurs spécificités (analyse mono et multi-élémentaires, analyse de spéciation, gestion des interférences, ...).

Ce processus est également défini et décrit pour les personnels qui interviennent dans le retraitement des données et tient compte du niveau de flexibilité revendiqué par le laboratoire.

Il n'est pas imposé d'habiliter une personne pour l'ensemble d'une méthode, l'habilitation peut être prononcé pour une ou certaines étapes d'une méthode (exemple : étape d'extraction, minéralisation, analyse, retraitement des données, ...).

7.2 Revue des demandes et de contrat

NF EN ISO/CEI 17025 § 4.4

Les modalités des calculs liées à l'expression des résultats sont précisées avec le client lors de la revue de contrat.

Si les teneurs en matière sèche entrent dans le calcul des résultats analytiques et que leur protocole de détermination n'est pas inclus dans la méthode, ces paramètres devront être réalisés sous accréditation pour que le résultat final soit couvert par l'accréditation.

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 couvertes par l'accréditation (Exemples : chlorure de sodium, oxyde de zinc, ...).

7.3 Echantillons soumis à essais

NF EN ISO/CEI 17025 § 5.8

Dans le cas des contrôles officiels, le laboratoire prendra en considération les éventuelles dispositions réglementaires relatives à la taille et la préparation de l'échantillon.

Réception et stockage des échantillons :

Les conditions de transport et de conservation doivent maintenir l'intégrité de l'échantillon et ne pas porter préjudice aux résultats.

Le laboratoire définit des critères d'acceptabilité des échantillons à réception et en particulier la masse d'échantillon, les sources de contamination. Le contrôle de la conformité de l'échantillon à réception vis-à-vis des critères définis par le laboratoire sera tracé.

Préparation des échantillons :

Il convient de prendre toute disposition pour que les échantillons ne soient pas contaminés pendant leur préparation.

Il convient de veiller à ce que les contaminants à doser ne soient pas adsorbés sur la vaisselle utilisée (vaisselle dédiée) et de s'assurer de l'absence de **contamination croisée**.

La totalité de l'échantillon reçu par le laboratoire est utilisée pour la préparation de l'échantillon dans la mesure du possible (masse critique à définir par le laboratoire). Seuls des échantillons bien homogénéisés permettent d'obtenir des résultats reproductibles.

A cet effet, il convient que le laboratoire définisse les points suivants :

- Modalités de sous-échantillonnage et quantité d'échantillon traité, lorsque ce n'est pas la totalité,
- Technique de broyage et d'homogénéisation retenue,
- Type d'équipement utilisé,
- Procédure de nettoyage des équipements.

Pour l'évaluation de la conformité d'un échantillon aux limites maximales réglementaires, le laboratoire doit suivre les dispositions prévues dans la réglementation quand celles-ci existent.

7.4 Réactifs et consommables

NF EN ISO/CEI 17025 § 4.6

Les solutions de standards analytiques sont contrôlées selon une procédure définie.

Le laboratoire veillera à réaliser un blanc de minéralisation ou d'extraction à chaque série analytique avec un niveau de contamination aussi bas que possible.

7.5 Méthodes

NF EN ISO/CEI 17025 § 5.4

Pour toute méthode reconnue, les éléments constitutifs du dossier de **caractérisation** sont définis dans le tableau 1 ci-dessous.

Pour toute méthode ayant fait l'objet d'une adaptation d'une méthode reconnue et toute méthode développée en interne, le laboratoire doit être à même de présenter à l'appui un dossier de validation conformément aux exigences de la norme NF EN ISO/CEI 17025 et du LAB REF 02. Les éléments constitutifs du dossier de **validation** sont définis dans le tableau 1 ci-dessous.

Tableau 1 : Eléments constitutifs des dossiers de caractérisation / validation

	Méthode reconnue (caractérisation)	Méthode non reconnue (validation)
Linéarité	X*	X
Spécificité (maîtrise des interférences et/ou des effets matrices)		X
LD et LQ à vérifier	X	
LQ à valider		X
Justesse (MRC > MRE > MRI)	X	X
Répétabilité / Fidélité intermédiaire	X	X
Incertitude de mesure	X	X

*Excepté si le domaine d'étalonnage est précisé dans la méthode reconnue.

Afin de limiter les travaux de validation / caractérisation, les principaux objets soumis à analyse ont été regroupés en fonction de leurs spécificités analytiques. Une liste des groupes de matrices retenus est donnée en Annexe I.

Dans le dossier de caractérisation / validation, le laboratoire **justifiera** ces choix de matrices représentatives de son domaine d'application selon le principe défini ci-dessous.

Pour caractériser / valider une méthode, le bon fonctionnement du processus analytique est démontré sur *a minima* 3 matrices d'une même famille si une seule famille est couverte.

Si plusieurs familles sont couvertes, le processus analytique sera démontré sur *a minima* 5 matrices de familles différentes pour couvrir le domaine d'application.

Par ailleurs, les autres familles ou matrices non couvertes par la caractérisation / validation de la méthode feront l'objet d'une étude de spécificité au niveau de la LQ (afin de vérifier la LQ si possible dans la matrice concernée) et à un niveau supérieur du domaine de linéarité ou par l'exploitation de données interlaboratoires (EIL avec un Zscore $\leq |2|$).

Dans tous les cas, il appartiendra au laboratoire de s'interroger sur un éventuel effet de matrice pour déterminer le nombre de matrices à tester.

Note 1 : Dans le cas de performances fixées règlementairement, le dossier de caractérisation / validation comporte les éléments définis dans la réglementation.

Note 2 : La détermination de la limite de quantification suivra *a minima* toutes les étapes du protocole analytique et dans la mesure du possible la limite de quantification sera vérifiée sur une matrice réelle et à défaut à partir de l'étude de l'écart type de la moyenne des essais à blanc $n \geq 20$ sur différents jours et sur la base de différents étalonnages.

Note 3 : Pour chaque niveau d'ajout, la moyenne des taux de récupération est comprise entre 70% et 130% ou satisfait les critères de performance qui auraient pu être fixés par voie réglementaire.

Pour toutes modifications apportées à une méthode sans modification de principe (changement de détecteur, types de préparation et séparation, etc), une étude d'impact sur les performances de la méthode sera réalisée afin de statuer sur la nécessité de recaractériser / revalider la méthode.

Cas particulier : Caractérisation / validation des méthodes de spéciation

Il convient que la validation soit effectuée *a minima* sur trois matrices différentes par famille représentative du domaine d'application du laboratoire (Cf Annexe I).

Dans tous les cas, il appartiendra au laboratoire de s'interroger sur un éventuel effet de matrice pour déterminer le nombre de matrices à tester (si possible à l'aide de matériaux de référence certifiés).

La caractérisation / validation des trois matrices différentes par famille est réalisée selon le tableau 1 ci-dessus.

7.6 Installations et conditions ambiantes

NF EN ISO/CEI 17025 § 5.3

Le laboratoire se référera aux exigences décrites dans les textes de référence du domaine.

La préparation des échantillons est réalisée dans une zone indépendante de la zone d'analyse pour s'assurer de l'absence de contamination des échantillons destinés à l'analyse. La disposition des locaux et l'organisation des flux éviteront ainsi toute contamination croisée.

7.7 Equipements – Traçabilité du mesurage

NF EN ISO/CEI 17025 § 5.6
LAB REF 02 § 9.3

Les équipements de mesure critiques 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 standards de référence ou de matériaux de référence (MRC, MRE ou MRI) :

- Système de minéralisation,
- Equipements de chromatographie (liquide ou gazeuse),
- Spectrométrie d'absorption atomique (SAA),
- Spectrométrie d'émission atomique (ICP),
- Système de dilution automatique.

La performance de l'équipement complet est contrôlée, *a minima*, avant et après chaque série de mesures d'échantillons selon un protocole défini.

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 à des fréquences définies via le suivi de la fiabilité de la minéralisation. Cette dernière 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 instruments volumétriques à piston (micropipettes) : un certificat d'étalonnage avec logotype Cofrac (ou de tout autre organisme signataire des accords de reconnaissance multilatéraux d'EA Etalonnage) permet d'assurer un raccordement au SI. Un raccordement interne au SI par pesée suivant une procédure détaillée est possible. De plus, une vérification régulière de ce matériel est fortement recommandée (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 sera vérifié périodiquement par le laboratoire. Si cette vérification n'est pas réalisée à chaque lot, le laboratoire justifiera 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 : le contrôle de la température des enceintes de stockage des échantillons, des étalons et des consommables est nécessaire. Même si l'enregistrement en continu des températures reste une solution optimale, la stratégie consistant en un suivi mini/maxi peut toutefois être considérée comme adaptée. 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. Dans tous les cas, le dispositif de mesure de température utilisé pour le suivi est à raccorder au SI.
- Les balances : le guide technique d'accréditation LAB GTA 95 « Etalonnage d'instruments de pesage à fonctionnement non-automatique » précise des recommandations de bonnes pratiques relatives à l'étalonnage des instruments de pesage à fonctionnement non automatique. Ce document peut servir de guide aux laboratoires pour mettre en place une procédure adaptée à leur utilisation.

7.8 Qualité des résultats

NF EN ISO/CEI 17025 § 5.9
LAB REF 02 §9.5

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

Dans le cadre de contrôles officiels et des analyses dont les critères sont réglementés, s'il existe des performances fixées règlementairement, celles-ci devront être suivies (exemple : Règlement (CE) N° 333/2007).

La qualité des résultats est assurée par le biais de contrôles qualités internes pour vérifier la dérive instrumentale, la sensibilité, le contrôle de l'étalonnage, la justesse, la stabilité, ...

Il appartient au laboratoire de définir les critères d'acceptabilité du blanc et leurs exploitations pour l'expression des résultats.

Il convient de démontrer que le système analytique permet d'atteindre les limites de quantification de la méthode à chaque série analytique.

Il convient d'utiliser des matériaux de référence (MRC > MRE > MRI) à chaque série analytique. La réalisation de cartes de contrôle est à privilégier. Ces matériaux peuvent être utilisés de la LQ à 2-10 LQ et /ou LMR ou tous autres niveaux pertinents.

Le laboratoire s'assurera de l'absence d'interférence de façon régulière (exemple : cohérence des résultats entre les isotopes et les longueurs d'onde).

De manière générale, le laboratoire vérifiera ses critères de performances initialement établis de façon périodique.

Enfin, le laboratoire participera à des essais interlaboratoires (EIL) pour les paramètres objets de l'accréditation quand de tels circuits existent.

L'exploitation de ces résultats doit être réalisée conformément aux exigences de la norme NF EN ISO/CEI 17025.

7.9 Rapport d'analyse

NF EN ISO/CEI 17025 § 5.10

L'incertitude de mesure est obligatoirement 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. Elle peut être reportée sur le rapport d'essai sous la forme $y \pm U$ (U = incertitude élargie avec un facteur d'élargissement $k=2$ à P 95%) conformément aux dispositions établies dans le LAB REF 02.

Pour chaque caractéristique recherchée, lorsque la teneur dans l'échantillon est inférieure à la LQ, la limite de quantification sera mentionnée sur le rapport d'essai.

Les résultats sont exprimés dans les mêmes unités que les teneurs maximales fixées par la réglementation. Le nombre de chiffres significatifs est de la responsabilité du laboratoire dans le cas de dispositions réglementaires.

Concernant le taux de récupération, si le laboratoire est amené à reporter son résultat sous forme corrigé, il doit le mentionner sur le rapport d'analyse.

8. BIBLIOGRAPHIE

La liste ci-dessous est non exhaustive.

Règlement (CE) N° 1881/2006¹ de la Commission du 19 décembre 2006 portant fixation de teneurs maximales pour certains contaminants dans les denrées alimentaires.

Règlement (CE) N° 333/2007¹ de la Commission du 28 mars 2007 portant fixation des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en plomb, en cadmium, en mercure, en étain inorganique, en 3-MCPD et en benzo(a)pyrène dans les denrées alimentaires.

NF EN 13804² : Produits alimentaires – Détermination des éléments et de leurs espèces chimiques – Considération générales et exigences spécifiques.

NF EN 13805² : Produits alimentaires – Dosage des éléments traces – Digestion sous pression.

NF V03-110² : Analyse des produits agricoles et alimentaires – Protocole de caractérisation en vue de la validation d'une méthode d'analyse quantitative par construction du profil d'exactitude.

XP V03-111² : Analyse des produits agricoles et alimentaires – Protocole d'évaluation intralaboratoire d'une méthode alternative d'analyse qualitative par rapport à une méthode de référence.

NF T 90-210² : Protocole d'évaluation initiale des performances d'une méthode dans un laboratoire.

LA VERSION ELECTRONIQUE FAIT FOI

¹ Disponible en version originale française sous eur-lex.europa.eu

² Disponible en version originale française sous www.afnor.org

Annexe I : FAMILLES / MATRICES

I-1 ALIMENTATION HUMAINE : familles et matrices représentatives du domaine LAB GTA 45

Familles	Matrices*
Produits céréaliers	Céréale (blé, maïs, ...) Légumineuse et légume à cosse Produit de mouture (farine, semoule, ...) Pain Biscuit Barre céréale Pâtisserie Viennoiserie (et autres à définir)
Produits gras	Graine oléagineuse Fruit à coque Huile et graisse Margarine Matière grasse allégée Mayonnaise Vinaigrette (et autres à définir)
Ovoproduits	Œuf et dérivé (et autres à définir)
Produits laitiers	Lait liquide Poudre de lait Beurre et crème Lait fermenté et yaourt Fromage et fromage fondu Lactosérum et caséine (et autres à définir)
Produits carnés	Viande Abats Charcuterie et salaison (et autres à définir)
Produits de la pêche	Poisson Crustacé Mollusque, Céphalopode (et autres à définir)
Fruits et légumes	Fruit séché Fruit frais Légume sec Légume frais Produit dérivé des fruits et des légumes (compote, soupe, purée, ...) (et autres à définir)
Produits sucrés et édulcorés	Sucre Edulcorant Confiserie Confiture et gelée Chocolat Miel Mélasse Vinasse (et autres à définir)

Familles	Matrices*
Boissons non alcoolisées	Jus de fruit Jus de légume Sirop et concentré Soda Café Thé (et autres à définir)
Boissons alcoolisées	Vin Spiritueux Bière Cidre (et autres à définir)
Epices et condiments Plantes aromatiques et médicinales	Poivre Sel Piment Safran Moutarde Café Thé Infusion (et autres à définir)
Aliments diététiques Aliments de régime Alimentation particulière	Substitut de repas Poudre hyperprotéinée Complément alimentaire (et autres à définir)
Aliments composés	Plat cuisiné Sandwich Pizza (et autres à définir)
Alimentation infantile	Compote bébé, Petit pot bébé, Lait 1 ^{er} à 3 ^{ème} âge (et autres à définir)

* Liste non exhaustive

I-2 ALIMENTATION ANIMALE : familles et matrices représentatives du domaine LAB GTA 45

Familles	Matrices*
Matières premières	Produit céréalier Produit oléagineux (graine et tourteaux, ...) Produit oléoprotéagineux Tubercule Fourrage Ensilage Corps gras Farine animale Mélasse (et autres à définir)
Prémélanges	Support minéral (minéraux, vitamine, médicament, ...) Support végétal (minéraux, vitamine, médicament, ...) (et autres à définir)
Aliments composés complets ou complémentaires	Aliment bovin Aliment ovin Aliment porc Aliment d'allaitement Aliment volaille Aliment poisson Aliment animaux de compagnie (et autres à définir)

* Liste non exhaustive

I-3 PRODUITS COSMETIQUES ET D'HYGIENE : familles et matrices représentatives du domaine LAB GTA 45

Familles	Matrices*
Produits cosmétiques et produits d'hygiène	Crème Poudre Vernis Sel de bain (et autres à définir)

* Liste non exhaustive

I-4 VEGETAUX : familles et matrices représentatives du domaine LAB GTA 45

Familles	Matrices*
Végétaux	Arbre Herbe Grain Tige Feuilles (et autres à définir)

* Liste non exhaustive

Annexe II : PRINCIPES DES METHODES

Préparation*	Détection et quantification*
Voie sèche	Spectrométrie d'absorption atomique - Flamme (SAA - Flamme)
Voie humide par système ouvert	Spectrométrie d'absorption atomique - Four graphite (SAA - Four graphite ou SAA - Electrothermique)
Voie humide par micro-ondes sous pression	Spectrométrie d'absorption atomique - Vapeurs froides (SAA - Vapeurs froides)
Extraction solide / liquide à froid	Spectrométrie d'absorption atomique - Hydrures (SAA - Hydrures)
Extraction liquide / liquide	Analyseur de mercure direct (SAA)
	Plasma à couplage inductif couplé à la spectrométrie d'émission atomique ou optique (ICP-AES ou ICP-OES)
	Plasma à couplage inductif couplé à la spectrométrie de masse (ICP-MS)
	Chromatographie liquide couplée à un ICP-MS (LC-ICP-MS)
	Chromatographie gazeuse couplée à un ICP-MS (GC-ICP-MS)
	Spectrométrie de Fluorescence X
	Spectrométrie de fluorescence atomique
	Potentiométrie (Electrode spécifique)

* Liste non exhaustive