

VALIDATION DES MÉTHODES D'ESSAI ET D'ETALONNAGE

Les bases

Les définitions et les exigences pour la sélection, vérification et validation des méthodes sont données dans les paragraphes 3.8, 3.9 et 7.2 de l'ISO/CEI 17025 : 2017.

Vérification :

Les méthodes normalisées nécessitent une vérification pour assurer que le laboratoire est capable de mettre en œuvre les activités spécifiées. La vérification est la démonstration que le laboratoire est capable de reproduire avec un niveau de performance acceptable, une méthode normalisée. La vérification dans les conditions d'utilisation (de routine), est démontrée en répondant aux spécifications d'aptitude établies pour la méthode, qui doivent être aussi performantes que l'exactitude ou autres paramètres pour ce type de méthode.

Voir JCGM200 :2012 - §2.44 pour plus de détails et exemples

Validation :

ISO/CEI 17025 : 2017 – paragraphe 7.2.2.1 : « Le laboratoire doit valider les méthodes non normalisées, les méthodes développées par le laboratoire et les méthodes normalisées employées en dehors de leur domaine d'application prévu ou autrement modifiées..»

Voir JCGM200 : 2012 - §2.45 pour plus de détails et exemples

Les facteurs à considérer

Sélection :

Le client peut spécifier la méthode à utiliser, dans le cas contraire, le laboratoire peut sélectionner une méthode appropriée et informer le client.

L'acceptation du client est généralement donnée par écrit ; l'accord peut faire partie du contrat. Lorsque nous avons un écart par rapport à la méthode convenue celui-ci doit être notifié au client sauf si une déclaration spécifique a déjà été incluse dans le contrat.

Un écart par rapport à une méthode normalisée implique une validation de méthode.

Vérification :

Une vérification doit être documentée afin de donner la preuve que le laboratoire est capable d'atteindre les caractéristiques de performance requises pour la méthode ; ceci peut inclure :

- Une estimation de la répétabilité et de la reproductibilité
- Les caractéristiques de l'équipement
- La qualification des utilisateurs (apprentissage (tutorat ?), expérience, compétences,
- Les conditions environnementales
- Les matériels et réactifs
- Tout autre caractéristique qui peut avoir une influence sur le résultat

Les cas généraux sont énumérés ci-dessous :

- Les méthodes issues de normes nationales ou internationales doivent être considérées comme validées. Néanmoins, il est nécessaire de vérifier que toutes les conditions requises sont remplies lorsque les laboratoires les appliquent. Cela inclut l'incertitude déclarée. Si l'incertitude du résultat n'est pas mentionnée ou déclarée dans la norme nationale ou internationale, une réflexion sur ce point devrait être menée par le laboratoire utilisateur.
- Méthodes utilisées occasionnellement. Quand une méthode est utilisée occasionnellement, le maintien de la compétence du personnel ou l'aptitude de l'équipement peut être mise en doute. Dans ce cas, il doit être tenu compte par exemple l'expérience et la formation du personnel sur des méthodes connexes ou de la simplicité de la méthode

Exemple : Dans le cas d'essais de résistance et de déformations de conteneurs de 24 pieds une fois tous les deux ans, pour la validation on devrait se demander si le personnel possède une formation approfondie en mécanique ou en mécanique des solides, et si d'autres essais mécaniques à grande échelle sont régulièrement effectués au laboratoire.

Validation :

Lorsque l'on planifie une validation, beaucoup de travail peut être épargné en sollicitant des experts et en utilisant une approche systématique. Un des objectifs est de juger quels sont les facteurs prépondérants et méritant le plus d'attention.

Trois grandes étapes peuvent être mises en oeuvre:

- Distinguer : méthode d'essai, préparation des objets soumis à essais et échantillonnage
- Considérer les facteurs directement liés aux essais et à la mesure (équipement, étalonnage, manipulation des échantillons, procédure d'essai ou de mesure, analyse et mise en forme des résultats) ;
- Tenir compte d'autres facteurs de variations (environnement, formation et expérience de l'opérateur, la fréquence d'utilisation de la méthode, etc).

La documentation doit décrire clairement les facteurs influents et, pourquoi et comment ils ont été traités lors de la validation. Les conditions et restrictions doivent être décrites.

Note: Il est important de considérer que la méthode peut être valable, mais pas nécessairement pertinente, c'est à dire que le résultat est juste, mais n'apporte pas l'information recherchée. De nombreux exemples peuvent être trouvés dans les normes anciennes mais toujours utilisées pour des essais de produits.

Les deux principes les plus importants pour la validation

La validation peut être obtenue en utilisant les principes suivants, souvent combinés.

- Utiliser la connaissance scientifique et l'expérience reconnue pour décrire et démontrer la validité des facteurs pris en compte

Exemple : La durée pour l'obtention de l'équilibre thermodynamique dans une chambre climatique peut être évaluée soit par le calcul d'un bilan thermique, soit par la connaissance acquise à partir des mesures dans des situations similaires.

- Utiliser, si possible, des comparaisons interlaboratoires, des essais d'aptitude ou des matériaux de référence pour démontrer que la chaîne complète de test ou analyse donne le résultat attendu, y compris l'incertitude, dans l'intervalle considéré.

Exemple : Des analyses chimiques faites par un équipement considéré comme une « boîte noire » peuvent être validées par des matériaux de références et des tests d'aptitude.

Différents types de méthodes

La procédure de validation devrait être choisie en fonction du type de méthode.

Les extensions de méthode ou les adaptations de méthodologies sont très importantes pour répondre aux attentes des branches innovantes de l'industrie. Pour que l'accréditation en portée flexible soit valable, la validation est cruciale. Il est recommandé d'utiliser la connaissance ou l'expérience scientifique. Une bonne compétence du personnel du laboratoire est essentielle.

Exemple : Les Essais CEM sont réalisés dans des gammes de fréquences de plus en plus étendues. Cela exige à la fois une bonne base scientifique et de l'expérience de la chambre anéchoïque afin de déterminer le nombre nécessaire de géométries et configurations d'antenne pour atteindre l'incertitude requise.

Les méthodes internes doivent être validées par le laboratoire, mais en tenant compte d'une approche coûts-bénéfice et en accord avec les utilisateurs finaux. Souvent la méthode est une extension ou une simple combinaison de méthodes connues.

Exemple : Le couple nécessaire pour ouvrir le couvercle d'une boîte de conserve peut être testé de manière simple avec une incertitude de, disons 3 %, mais il peut être très difficile de parvenir à une incertitude de 1 %. Si la variation du couple entre les boîtes de conserve est typiquement de 10 %, et que le but est de vérifier la possibilité pour les personnes âgées d'ouvrir les boîtes de conserve, 3 % est évidemment suffisant.

La validation est une notion relative et l'ampleur doit toujours être choisie en tenant compte de l'utilisation prévue des résultats. Cela est implicite dans le paragraphe 7.2.2 précité.

Nouvelle méthode

Comme nous avons vu précédemment, chaque nouvelle méthode doit être validée ou vérifiée avant sa mise en œuvre. Chaque validation et/ou vérification doit être documentée et approuvée.

Une Incertitude adaptée à l'objectif, l'un des buts de la démarche de validation

L'évaluation de l'incertitude peut sembler compliquée et il y a une vaste littérature sur le sujet. Il y a des façons plus simples souvent d'obtenir des évaluations fiables de l'incertitude. Une liste

actualisée en permanence des documents utiles est disponible sur le site Web EUROLAB (www.eurolab.org). (utiliser le GUM comme référence).

Si possible, la définition de l'incertitude instrumentale et l'incertitude cible pourraient être incluses pour l'évaluation (les concepts sont décrits dans le VIM).

Quelques règles de base peuvent être les suivantes :

- Il faut toujours faire la distinction entre la dispersion dans les objets analysés (la représentativité d'un échantillon), et la dispersion (l'incertitude) de la méthode d'essai ;
- Les évaluations de type A et de type B devraient être entreprises selon la qualité de leur apport;
- Si les estimations de type B doivent être utilisées et combinées, il est important de trouver celles qui contribuent le plus. Les autres (moins de 5% de la plus élevée) peuvent normalement être négligées.

Par exemple pour des analyses chimiques, une mesure de l'incertitude locale, la répétabilité, est utilisée pour contrôler la stabilité des processus de production etc, lesquels peuvent contenir des biais, erreur systématique contribuant à l'incertitude globale. Dans d'autres domaines, par exemple pour les produits destinés à des applications critiques pour la sécurité, il est nécessaire d'utiliser l'incertitude globale, liant les résultats à la valeur vraie.

Un concept lié à cela est la reproductibilité qui décrit, pour généralement un certain nombre de laboratoires et opérateurs, la capacité de produire des résultats similaires au fil du temps en appliquant la méthode.

Note : La norme ISO / CEI 17025 mentionne un certain nombre de caractéristiques d'une méthode d'essai, comme la robustesse, la sensibilité, la limite de détection, etc. Ces termes sont utilisés dans des domaines particuliers et doivent être considérés si nécessaire, leurs définitions étant données par le VIM.

*Ce document est la traduction française des Cook Book du TCQA Eurolab aisbl
(traduction assurée par le GTMQ d'EUROLAB France)*