NORME INTERNATIONALE

ISO 16140-2

Première édition
2016-06-15

Microbiologie de la chaîne alimentaire — Validation des méthodes —

Partie 2: Protocole pour la validation de méthodes alternatives (commerciales) par rapport à une méthode de référence

Microbiology of the food chain — Method validation —

Part 2: Protocol for the validation of alternative (proprietary) methods against a reference method

Numéro de référence
ISO 16140-2:2016(F)

© ISO 2016



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2016, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos ..... **v**

Introduction ..... **vi**

1 Domaine d'application **1**

2 Références normatives **1**

3 Termes et définitions **1**

4 Principes généraux de la validation des méthodes alternatives **1**

5 Méthodes qualitatives — Protocole technique de validation **2**
5.1 Étude comparative des méthodes 2
5.1.1 Considérations générales 2
5.1.2 Étude de méthodes appariées ou non appariées 2
5.1.3 Étude de sensibilité 3
5.1.4 Étude de niveau relatif de détection 7
5.1.5 Étude d'inclusivité et étude d'exclusivité 9
5.2 Étude interlaboratoires 11
5.2.1 Considérations générales 11
5.2.2 Protocole de mesure 11
5.2.3 Calculs et récapitulatif des données 12
5.2.4 Interprétation des données 15

6 Méthodes quantitatives — Protocole technique de validation **17**
6.1 Étude comparative des méthodes 17
6.1.1 Considérations générales 17
6.1.2 Étude de justesse relative 17
6.1.3 Étude du profil d'exactitude 21
6.1.4 Étude de la limite de quantification 25
6.1.5 Étude d'inclusivité et étude d'exclusivité 26
6.2 Étude interlaboratoires 27
6.2.1 Considérations générales 27
6.2.2 Protocole de mesure 28
6.2.3 Calculs, récapitulatif et interprétation des données 29

Annexe A (informative) **Classification de types d'échantillon et suggestions de combinaisons cibles pour les études de validation** **32**

Annexe B (normative) **Ordre de préférence pour l'utilisation d'échantillons naturellement et artificiellement contaminés dans les études de validation** **48**

Annexe C (informative) **Protocoles généraux de contamination par mélange et de contamination artificielle d'aliments** **49**

Annexe D (informative) **Modèles de calcul de RLOD en utilisant les données provenant de l'étude comparative des méthodes** **52**

Annexe E (normative) **Aspects à prendre en compte lors du choix des souches pour les études d'inclusivité et d'exclusivité** **54**

Annexe F (informative) **Considérations pour les calculs du niveau de détection relatif (RLOD) entre laboratoires effectués dans le cadre d'une étude interlaboratoires** **56**

Annexe G (informative) **Principe du profil d'exactitude pour la validation de modèles quantitatifs** **59**

Annexe H (informative) **Application du profil d'exactitude dans l'étude comparative des méthodes** **61**

Annexe I (informative) **Exemple d'application du profil d'exactitude pour une étude interlaboratoires** **64**

© ISO 2016 – Tous droits réservés

Bibliographie **68**

 © ISO 2016 – Tous droits réservés

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: Avant-propos — Informations supplémentaires.

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 34, *Produits alimentaires*, sous-comité SC 9, *Microbiologie*.

Cette première édition de l'ISO 16140-2, conjointement avec l'ISO 16140-1, annule et remplace l'ISO 16140:2003. Cette édition constitue une révision technique. Elle incorpore également l'Amendement ISO 16140:2003:Amd.1:2011.

L'ISO 16140 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Microbiologie de la chaîne alimentaire — Validation des méthodes*:

— *Partie 1: Vocabulaire*

— *Partie 2: Protocole pour la validation de méthodes alternatives (commerciales) par rapport à une méthode de référence*

Les parties suivantes sont en cours de préparation:

— *Partie 3: Protocole de vérification de méthodes de référence et alternatives validées appliquées dans un laboratoire*

— *Partie 4: Protocole pour la validation de méthodes de laboratoire (internes)*

— *Partie 5: Protocole pour la validation interlaboratoires de méthodes non commerciales par plan factoriel*

— *Partie 6: Protocole pour la validation de méthodes alternatives (commerciales) pour la confirmation microbiologique et le typage*

© ISO 2016 – Tous droits réservés

Introduction

De nombreuses méthodes alternatives, qui sont pour la plupart commerciales, sont actuellement utilisées pour évaluer la qualité microbiologique de matières premières et de produits finis ainsi que l'état microbiologique de l'environnement de production. Ces méthodes sont souvent plus rapides et plus faciles à mettre en œuvre que la méthode normalisée correspondante. Les développeurs, les utilisateurs finaux et les autorités ont besoin d'un protocole commun et fiable permettant de valider ces méthodes alternatives. Les données obtenues fourniront également aux utilisateurs finaux potentiels des données de performance pour une méthode donnée, leur permettant ainsi de faire un choix réfléchi concernant l'adoption d'une méthode particulière. Ces données obtenues peuvent également constituer la base de la certification d'une méthode par un organisme indépendant.

La présente partie de l'ISO 16140:

— vise à fournir un protocole et des lignes directrices spécifiques pour la validation des méthodes commerciales plus rapides et plus faciles à mettre en œuvre que la méthode de référence correspondante,

— peut également être appliquée pour la validation d'autres méthodes non commerciales, utilisées à la place de la méthode de référence,

— vise à remplacer le protocole de validation publié dans la première version de l'ISO 16140 (ISO 16140:2003), et

— est principalement rédigée pour la validation de méthodes permettant de cultiver le micro-organisme cible, mais peut également être appliquée aux méthodes relatives aux micro-organismes non cultivables, notamment les virus (par exemple le norovirus) et les parasites protozoaires (par exemple *Cryptosporidium* ou *Giardia*). Dans ces cas-là, certaines expressions doivent être interprétées pour s'adapter à la situation des organismes non cultivables.

L'application de la présente partie de l'ISO 16140 requiert une expertise des domaines tels que la microbiologie, la réalisation de plans d'expérience et l'analyse statistiques, comme indiqué dans les parties respectives. L'expertise statistique comprend un aperçu de la théorie de l'échantillonnage, des plans d'expériences, des analyses statistiques de données microbiologiques (qualitatives et quantitatives) et un aperçu de concepts statistiques relatifs à l'échantillonnage aléatoire, l'hétérogénéité de l'échantillon, la stabilité de l'échantillon, les plans d'expériences et les composantes de la variance.

Lorsque la présente partie de l'ISO 16140 sera réexaminée, il sera tenu compte de tous les renseignements disponibles à ce moment-là, à savoir dans quelle mesure les lignes directrices auront été suivies et les raisons pour lesquelles il aura été nécessaire d'y déroger dans le cas de produits particuliers.

L'harmonisation des méthodes de validation ne peut pas être immédiate. Pour certains groupes de produits, des Normes internationales et/ou nationales dont les méthodes ne sont pas conformes à la présente partie de l'ISO 16140, peuvent déjà avoir été publiées. Il y a lieu d'espérer que les révisions de ces normes conduiront à leur modification afin d'être en conformité avec l'ISO 16140 et que, dans le futur, les écarts restants par rapport à la présente partie de l'ISO 16140 seront uniquement des écarts justifiés sur le plan technique. Par exemple, l'ISO 16297[3] traite d'une validation très particulière pour un produit donné (l'état hygiénique des échantillons de lait cru) et conservera son statut de norme verticale en parallèle de l'ISO 16140. Si cette validation est nécessaire, la norme verticale prévaut.

 © ISO 2016 – Tous droits réservés

Microbiologie de la chaîne alimentaire — Validation des méthodes —

Partie 2:
Protocole pour la validation de méthodes alternatives (commerciales) par rapport à une méthode de référence

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 16140 établit le principe général ainsi que le protocole technique de validation des méthodes alternatives, qui sont pour la plupart commerciales, dans le domaine de la microbiologie de la chaîne alimentaire. Les études de validation conformément à la présente partie de l'ISO 16140 sont destinées à être effectuées par des organismes impliqués dans la validation de méthode.

La présente partie de l'ISO 16140 est applicable à la validation de méthodes pour l'analyse (détection ou quantification) de micro-organismes présents dans:

— les produits destinés à la consommation humaine,

— les produits destinés à l'alimentation animale,

— les échantillons environnementaux dans le domaine de la production et de la manutention de produits alimentaires, et

— les échantillons au stade de la production primaire.

La présente partie de l'ISO 16140 est notamment applicable aux bactéries et aux champignons. Certains paragraphes de la présente partie de l'ISO 16140 peuvent être applicables à d'autres micro-organismes ou à leurs métabolites au cas par cas. À l'avenir, des préconisations concernant d'autres organismes (par exemple, virus et parasites) seront incluses dans la présente partie ou dans une partie distincte de l'ISO 16140.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités en référence de manière normative, en intégralité ou en partie, dans le présent document et sont indispensables pour son application. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 16140-1, *Microbiologie de la chaîne alimentaire — Validation des méthodes — Partie 2: Vocabulaire*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 16140-1 s'appliquent.

4 Principes généraux de la validation des méthodes alternatives

Le protocole de validation comprend deux étapes:

— une étude comparative de la méthode alternative (commerciale) par rapport à la méthode de référence, réalisée au sein du laboratoire organisateur,

© ISO 2016 – Tous droits réservés