

Note Méthodologique : Méthodes d'essais et validation des méthodes

Synthèse structurée de la démarche et des étapes de réalisation de la mission.

Point clé : L'effort de validation/vérification doit être proportionné au risque. ISO 17025:2017 §7.2 exige l'examen de l'aptitude des méthodes avant emploi et la conservation des preuves.

Contexte & finalité de la méthodologie

- La maîtrise des méthodes d'essai et leur validation renforcent confiance, conformité et décisions opérationnelles.
 - Dispositif de gouvernance, d'essais comparatifs et d'analyses statistiques; pas seulement un dossier documentaire.
 - Applicable à tout type d'essai (physico-chimique, microbiologique, CND, SST).
 - Finalité : démontrer l'aptitude à l'usage prévu et surveiller le maintien sous contrôle.
 - Repères : ISO 17025:2017 §7.2; JCGM 100:2008; approche calibrée par le risque.
-

Objectifs de la mission

- Définir des critères d'acceptation mesurables et justifiés.
 - Concevoir un plan d'essais couvrant la variabilité réelle (opérateurs, équipements, lots, matrices).
 - Produire des analyses statistiques traçables; caractériser justesse, fidélité, linéarité, LOD/LOQ.
 - Estimer l'incertitude et documenter le domaine valide et les limites.
 - Prévoir la surveillance et les revalidations ciblées.
-

Périmètre / livrables attendus

- Rapport de validation ou de vérification avec conclusion exploitable.
 - Cahier des charges et critères d'acceptation justifiés; domaine d'application.
 - Protocole et plan d'essais; description des matrices et facteurs de variabilité.
 - Données brutes, traitements statistiques (courbes, ANOVA), synthèses graphiques.
 - Caractéristiques de performance (justesse, fidélité, linéarité, LOD/LOQ) et estimation d'incertitude.
 - Fiche de domaine valide, limites et déclencheurs de revalidation.
 - Plan de surveillance (contrôles périodiques, cartes de contrôle).
 - Preuves métrologiques et compétences (certificats d'étalonnage, habilitations).
-

Démarche méthodologique (étapes)

Étape	Activités clés	Livrables / résultats
1. Cadrage	Aligner usage, domaine, risques; définir critères SMART	Cahier des charges de performance
2. Plan d'essais	Couvrir la variabilité; niveaux, réplicats; contrôles intégrés	Protocole + stratégie statistique (ANOVA, LOD/LOQ, courbes)
3. Exécution	Procédure stricte; maîtrise métrologique; vérifications quotidiennes	Enregistrements complets et tracés
4. Analyse	Nettoyer données; modèles adaptés; estimer incertitudes	Analyses et interprétation statistique
5. Conclusion	Statuer; préciser domaine valide; plan de surveillance	Rapport, fiche domaine, plan de surveillance
6. Transfert	Vérification locale; essais de concordance; formation	Rapport de vérification post-transfert

Étape 1 – Cadrage du besoin et critères d'acceptation

- Aligner usage prévu, domaine d'application et risques (ateliers de cadrage).
- Définir des critères SMART (biais max, incertitude cible, temps d'analyse).
- Sortie : cahier des charges de performance.

Étape 2 – Plan d'essais et choix statistiques

- Couvrir opérateurs, équipements, lots, matrices; définir niveaux et réplicats.
- Intégrer contrôles qualité (blancs, étalons, échantillons fortifiés); ordre aléatoire.
- Sortie : protocole et traitements prévus (ANOVA, courbe, LOD/LOQ).

Étape 3 – Exécution contrôlée et maîtrise métrologique

- Appliquer la procédure; enregistrements complets; vérifications quotidiennes.
- Assurer étalonnages, calibrations, suivi des dérives; gérer les déviations.
- Sortie : jeux d'essais tracés et auditables.

Étape 4 – Analyse statistique et incertitude

- Structurer/nettoyer les données; éprouver linéarité, biais, fidélité.
- Estimer incertitude combinée/élargie; vérifier hypothèses (résidus, normalité).
- Sortie : analyses documentées et décisions fondées.

Étape 5 – Conclusion, domaine valide et surveillance

- Statuer sur acceptation/rejet; préciser conditions et limites de validité.
- Définir surveillance (fréquences, cartes de contrôle) et déclencheurs de revalidation.
- Sorties : rapport, matrice des risques résiduels, plan de surveillance.

Étape 6 – Transfert, vérification sur site et capitalisation

- Conduire essais de concordance/robustesse; vérifier performances dans le nouveau contexte.
- Former opérateurs; mettre à jour fiches de poste et documents.

- Sortie : rapport de vérification post-transfert et leçons apprises.
-

Prérequis & données nécessaires (inputs)

- Expression de besoin, usage prévu et critères d'acceptation justifiés.
 - Matrices représentatives; stratégie d'échantillonnage; niveaux et réplicats.
 - Contrôles qualité intégrés (blancs, étalons, échantillons fortifiés); traçabilité des jeux d'essais.
 - Équipements étalonnés/calibrés; certificats et suivi des dérives.
 - Habilitations/compétences des opérateurs; logistique d'échantillonnage.
 - Données brutes structurées; modèles/statistiques appropriés et hypothèses documentées.
 - Références : ISO 17025:2017, ISO 5725-2:2019, JCGM 100:2008, ICH Q2(R1).
-

Modalités de pilotage & qualité (comités, validations, risques)

- Gouvernance claire : qui définit les critères, qui exécute, qui analyse et qui approuve.
 - Traçabilité des validations/vérifications et maîtrise des changements (ISO 17025:2017 §7.2.2).
 - Assurer la validité des résultats (ISO 17025:2017 §7.7) via contrôles, cartes, revues périodiques.
 - Gestion des non-conformités et déviations avec analyse d'impact (ISO 17025:2017 §7.10).
 - Approche proportionnée au risque; éviter la sur-validation; arbitrages documentés.
 - Déclencheurs de revalidation : équipements/consommables, nouvelles matrices, extensions de plage.
 - Suivi d'indicateurs : stabilité des étalonnages, taux de reprises, dérives de biais, capacité, compétences.
 - Transferts maîtrisés : protocoles de vérification locale, essais de concordance inter-opérateurs/équipements.
-