

Rôle et importance des circuits d'essais d'aptitude dans la maîtrise de la qualité des analyses

Oléagineux, Corps Gras, Lipides. Volume 10, Numéro 4, 260-3, JUILLET-AOÛT 2003, Méthodologie

Auteur(s) : Marie LAFARGUE, Bureau Interprofessionnel d'Etudes Analytiques (Bipea)
6\14 avenue Louis Roche 92230 Gennevilliers, France. Tel : 01 47 33 91 66 Fax : 01 40 86 92 59
E-mail : mlafarguebipea.org Site internet : www.bipea.org .

Author(s) : Marie LAFARGUE

Résumé : Le Bureau Interprofessionnel d'Etudes Analytiques (Bipea) organise des circuits d'essais d'aptitude destinés aux laboratoires du domaine de l'agriculture, de l'agroalimentaire et de l'environnement afin de les aider dans leur contrôle qualité. Les essais d'aptitude sont un moyen pour les laboratoires d'assurer la qualité et la validité de leurs résultats avec le contrôle de la justesse de leurs résultats d'analyses. Le Bipea a notamment mis en place en 1970 un circuit « Oléagineux » et en 1993 un circuit « Corps gras ». La participation des laboratoires à ces circuits d'intercomparaisons est un moyen de validation externe de la qualité des analyses et peut être complétée par l'utilisation de matériaux de référence.

Summary : The Bureau Interprofessionnel d'Etudes Analytiques (Bipea) is a proficiency testing schemes (PTS) organiser for agricultural, agro-food and environmental domains. PTS is one of the essential elements ensuring laboratory quality assurance and validity of the results with the control of the accuracy of the analysis results. The Bipea developed an "Oilseeds" PTS in 1970 and a "Fats and oils" PTS in 1993. Participating to PTS is a way of external validation of the analysis quality which can be completed with the use of reference materials.

Mots-clés : essai d'aptitude pour les laboratoires, justesse des résultats d'analyses, autocontrôle

Keywords : proficiency testing for laboratories, accuracy of analysis results

ARTICLE

Auteur(s) : Marie LAFARGUE

Bureau Interprofessionnel d'Etudes Analytiques (Bipea) 6/14 avenue Louis Roche 92230
Gennevilliers, France.

Tel : 01 47 33 91 66

Fax : 01 40 86 92 59

E-mail : mlafargue@bipea.org

Site internet : www.bipea.org

La société moderne, à travers les consommateurs et les prescripteurs d'analyses, exige de plus en plus des réponses fiables des laboratoires d'analyses qui doivent se doter de systèmes d'assurance

qualité reconnus. De simples résultats, sans aucune information sur leur qualité et leur traçabilité, ne sont pas suffisants, et les laboratoires doivent donc démontrer la fiabilité de leurs mesures, depuis la phase d'échantillonnage jusqu'au résultat final figurant sur le rapport d'analyse. En effet, la fiabilité des mesures est essentielle lors de transactions commerciales pour s'assurer de la conformité de la marchandise, lors du contrôle qualité de produits pour vérifier qu'ils répondent à la réglementation en vigueur ou qu'ils sont conformes aux spécifications du cahier des charges. La qualité des résultats d'analyse doit être garantie par les laboratoires, un résultat erroné pouvant avoir des conséquences graves sur le plan de la santé publique, environnementale ou économique. Les laboratoires ont à leur disposition deux outils majeurs pour évaluer et prouver la qualité de leur travail : l'utilisation de matériaux de référence et la participation à des essais d'aptitude. Ces derniers, gérés par des organisateurs tels que le Bureau Interprofessionnel d'Etudes Analytiques (Bipea), sont basés sur l'envoi d'échantillons aux laboratoires et la comparaison des résultats obtenus via un traitement statistique.

Dans un premier temps, le principe et l'organisation d'un essai d'aptitude seront abordés puis l'utilisation des résultats par les laboratoires, sachant que la participation à de tels essais est obligatoire pour les laboratoires accrédités. Pour finir, le Bipea et ses circuits d'essais d'aptitude, notamment les circuits « Oléagineux » et « Corps gras », seront présentés.

Principe et organisation d'un essai d'aptitude

Selon le guide ISO 43 [1], un essai d'aptitude est défini comme étant l'évaluation des performances d'un laboratoire en matière d'essais, au moyen de comparaisons inter-laboratoires, qui sont : l'organisation, l'exécution et l'évaluation d'essais sur des objets soumis à l'essai par au moins deux laboratoires différents dans des conditions prédéterminées. Un essai est quant à lui une opération technique qui consiste à déterminer une ou plusieurs caractéristiques d'un produit, processus ou service donné, selon un mode opératoire spécifié. L'objectif d'un essai d'aptitude est de permettre aux laboratoires d'analyses de contrôler la justesse de leurs résultats d'analyse, c'est-à-dire de comparer leurs résultats à ceux des autres laboratoires et d'évaluer si les écarts observés entre leurs résultats et des valeurs dites « assignées » sont acceptables. La justesse est définie comme étant l'étroitesse de l'accord entre une mesure ou la moyenne des mesures et la valeur de référence acceptée (ou valeur conventionnellement vraie) [2]. La mesure de la justesse est généralement exprimée en terme de biais, le biais étant la différence entre la moyenne des résultats d'essai et une valeur de référence acceptée. Une erreur de justesse, c'est-à-dire un écart entre le résultat d'analyse et la valeur vraie (par exemple la valeur de référence certifiée d'un matériau de référence) correspond à l'erreur systématique par opposition à l'erreur aléatoire. Un essai d'aptitude implique l'analyse par chaque laboratoire d'un même échantillon pour la détermination de critères analytiques donnés. Les essais d'aptitude sont organisés de façon régulière (tous les mois par exemple) de façon à permettre un suivi régulier de la justesse. Un essai d'aptitude est organisé en 4 étapes principales impliquant des échanges entre l'organisateur de l'essai d'aptitude et les laboratoires participants.

Préparation et expédition d'échantillons homogènes par l'organisateur

La première étape consiste à préparer des échantillons homogènes à partir d'un lot de matière première. Il s'agit d'une succession d'opérations plus ou moins complexes comprenant des étapes

d'homogénéisation et de division permettant d'aboutir à la préparation de N échantillons. Des procédures de préparation doivent être définies pour chaque type de produit avec utilisation d'équipements validés et vérifiés régulièrement. L'important pour un essai d'aptitude est l'obtention de N échantillons homogènes avec le moins de dégradation possible des propriétés de la matière première initiale, ces échantillons devant être le plus proche possible des échantillons analysés en routine dans les laboratoires. Dans certains cas, il n'est pas possible d'envoyer le produit sous sa forme initiale, par exemple dans le cas d'un lot de grains pour l'analyse des mycotoxines, le broyage est nécessaire pour aboutir à des échantillons homogènes compte tenu de la répartition discontinue des grains contaminés par les mycotoxines.

Analyses dans les laboratoires

Les laboratoires réalisent la détermination des critères analytiques demandés sur les échantillons en utilisant les méthodes d'analyse qu'ils souhaitent évaluer et en respectant des délais de réponse. Les échantillons d'un essai d'aptitude doivent être analysés comme des échantillons de routine et la quantité fournie ne doit pas permettre de multiplier le nombre d'analyses pour un même critère. Le même nombre de répétitions que celui réalisé pour une analyse de routine doit être effectué conformément aux méthodes d'analyse et un seul résultat doit être fourni. Il s'agit d'évaluer l'aptitude des laboratoires à donner un résultat « juste », le jugement incluant la traçabilité (nécessité de reporter la référence de l'échantillon reçu), la phase de préparation, la phase d'analyse et le rendu de résultat dans un délai imposé. Un essai d'aptitude reproduit les exigences d'un client demandant une analyse au laboratoire : un délai de réponse, la traçabilité et un résultat unique le plus juste possible.

Traitement statistique réalisé par l'organisateur

Le traitement statistique que doit effectuer un organisateur d'essais d'aptitude est décrit dans le projet de norme ISO 13528 [3]. Il consiste à déterminer pour chaque critère une valeur assignée et un écart toléré à la valeur assignée. La valeur assignée est définie comme étant la valeur attribuée à une grandeur particulière et reconnue, dite conventionnellement vraie, estimée selon des procédures statistiques bien définies à partir des résultats des laboratoires. L'utilisation de techniques statistiques robustes est recommandée : il s'agit de techniques visant à minimiser l'influence des résultats extrêmes sur les estimations de la moyenne et des écarts-types. Un rapport comprenant les valeurs assignées, les écarts tolérés, les résultats individuels de chaque laboratoire identifié par un code confidentiel est édité et envoyé à chaque laboratoire.

Contrôle d'homogénéité

Un des points cruciaux lors de l'organisation d'essais d'aptitude est l'homogénéité des échantillons entre eux. En effet, les échantillons, à répartir entre les laboratoires, doivent être homogènes entre eux pour éviter d'interpréter des écarts liés aux échantillons comme des erreurs de justesse de la part des laboratoires. Les procédures de fabrication mises en œuvre au Bipea comportent des étapes d'homogénéisation et de division de façon à obtenir des échantillons homogènes entre eux. L'homogénéité est définie par Pierre Gy [4] comme étant l'état d'un lot de matière dont tous les éléments sont (ou plutôt seraient) rigoureusement identiques entre eux, par opposition à l'hétérogénéité qui est l'état d'un lot de matière dont tous les éléments ne sont pas rigoureusement identiques entre eux. Les termes homogène et hétérogène sont ambigus si l'échelle d'observation

n'est pas précisée (échelle macroscopique ou atomique ?). L'homogénéité parfaite n'existe pas dans la nature et lors d'un contrôle d'homogénéité, c'est l'hétérogénéité qui est évaluée, l'homogénéité pouvant être considérée comme le « zéro ». La *figure 1* illustre la préparation de N échantillons homogènes entre eux à partir d'une matière première de distribution hétérogène. Dans le cadre d'un contrôle d'homogénéité, il s'agit donc de vérifier que la même distribution est retrouvée dans chaque échantillon : la variabilité inter-échantillons doit être estimée par opposition à la variabilité intra-échantillon. Il est de coutume d'entendre qu'un échantillon est hétérogène. En fait les notions d'homogénéité inter-échantillons et intra-échantillon sont souvent confondues : chaque échantillon est de constitution hétérogène mais la même distribution est observée entre chaque échantillon. Par exemple, un laboratoire peut recevoir un échantillon de colza contenant 5 % de graines de tournesol, l'hétérogénéité intra-échantillon est réelle mais si l'organisateur de l'essai d'aptitude a bien travaillé, c'est-à-dire s'il a préparé N échantillons identiques, chaque laboratoire doit recevoir un échantillon avec 5 % de tournesol.

Interprétation et utilisation des résultats par les laboratoires

À partir de ses résultats obtenus dans les essais d'aptitude, chaque laboratoire peut se situer par rapport aux autres laboratoires en comparant ses résultats aux valeurs assignées et en contrôlant si les écarts observés sont inférieurs aux écarts tolérés. Le contrôle de la justesse d'une méthode ne doit pas être réalisé de façon ponctuelle ou uniquement lors de sa validation mais de façon régulière. Une dérive expérimentale pouvant engendrer une erreur systématique peut en effet apparaître au cours du temps. Pour suivre la justesse dans le temps, des cartes de suivi sont construites pour chaque critère à suivre. Le principe de ces cartes est le suivant :

- valeur cible égale à zéro et valeurs limites supérieures et inférieures égales à 2,
- report mensuel du résultat (moyenne des 10 résultats) centré par la valeur assignée et réduit par l'écart toléré à la valeur assignée. Le centrage des résultats permet de s'affranchir du niveau de la teneur en analyte. Un exemple de carte de suivi de la détermination de la teneur en huile dans le tournesol (selon la méthode NF EN ISO 659) est présenté dans la *figure 2*. Sur cette carte, les points se répartissent de façon aléatoire au-dessus et en dessous de la valeur cible et ne sortent jamais des limites : les résultats sont justes et aucun biais n'est détecté. Ce type de carte est intéressant car il peut permettre de détecter et d'identifier la nature des biais :

- surestimation systématique (tous les points reportés sont systématiquement au-dessus de la valeur cible),

- sous-estimation systématique (tous les points reportés sont systématiquement au dessous de la valeur cible),

- dérive du système d'analyse (augmentation ou diminution linéaire des points reportés).

Pour se faire reconnaître et prouver qu'ils maîtrisent la qualité de leurs résultats d'analyses, les laboratoires travaillent sous assurance qualité, souvent dans le but d'obtenir une accréditation. Le référentiel utilisé par les organismes d'accréditation qui reconnaissent la compétence des laboratoires, tel le Comité Français d'Accréditation (Cofrac), est la norme NF EN ISO/CEI 17025 [5]. Cette norme contient toutes les exigences auxquelles doivent satisfaire les laboratoires s'ils veulent apporter la preuve qu'ils gèrent un système qualité, qu'ils sont techniquement compétents et qu'ils sont capables de produire des résultats techniquement fiables. Dans le chapitre « Assurer la qualité des résultats d'essais et d'étalonnages » de la norme, il est mentionné que le laboratoire doit

participer à des programmes de comparaisons entre laboratoires ou essais d'aptitude. La participation aux essais d'aptitude est donc obligatoire pour les laboratoires accrédités. De la même façon, les organisateurs d'essais d'aptitude doivent à leur tour prouver qu'ils sont compétents pour l'organisation d'essais d'aptitude. Un référentiel Cofrac [6] spécifiquement destiné à l'accréditation des organisateurs d'essais d'aptitude, a récemment été publié. Il s'adresse aux organismes qui souhaitent démontrer leurs compétences à des fins d'accréditation en respectant un ensemble d'exigences en matière de planification et de mise en place de programmes de comparaisons inter-laboratoires. Cette accréditation vise à s'assurer que les comparaisons inter-laboratoires sont correctement mises en place, en accord avec des exigences définies.

Le Bipea

Le Bipea organise des circuits d'essais d'aptitude destinés aux laboratoires du domaine de l'agriculture, de l'agroalimentaire et de l'environnement afin de les aider dans leur contrôle qualité. C'est une structure associative, à but non lucratif, indépendante et dont les adhérents sont des laboratoires privés et publics situés en France et à l'étranger. Il a été créé en 1970 à l'initiative de la « filière céréales » française pour notamment aider à régler des litiges commerciaux liés à des écarts entre des résultats d'analyse. La participation aux essais d'aptitude était donc au départ une démarche d'autocontrôle volontaire dans les laboratoires. Plus tard, la participation est devenue obligatoire avec le développement de l'assurance qualité et l'accréditation, ce qui a permis au Bipea de se développer d'une part en nombre de laboratoires adhérents (près de 1000 laboratoires aujourd'hui répartis dans 40 pays) et en nombre de circuits d'essais d'aptitude organisés d'autre part (43 circuits d'essais d'aptitude). Les activités du Bipea se sont étendues à d'autres filières que celle des céréales et concernent aujourd'hui l'alimentation animale, l'agroalimentaire et l'environnement. Chaque création d'un circuit d'essais d'aptitude répond à un besoin, par exemple le circuit « OGM » a été créé en 2000 après la sortie d'une nouvelle réglementation. La liste des circuits d'essais d'aptitude organisés par le Bipea est présentée dans le *tableau 1*.

Tableau 1. *Circuits d'essais d'aptitude proposés par le Bipea.*

Blé tendre
Farine : Alvéographe
Farine : Farinographe
Farine : Rhéofermentomètre
Panification
Test européen
Electrophorèse des gliadines (blé tendre)
Blé dur
Semoule

Recherche des impuretés

Dosage de l'eau

Orge de brasserie

Orge de brasserie (pureté variétale)

Filth test

OLÉAGINEUX ET CORPS GRAS

Oléagineux

Corps gras

ALIMENTATION ANIMALE

Aliments des animaux

Fourrages

Ensilages

Mélasses

Premix

ENVIRONNEMENT

Analyse de terre

Eaux : physico-chimie

Eaux : microbiologie

Eaux : micropolluants

Boues et sédiments

Matières fertilisantes organiques

Matières fertilisantes minérales

CONTAMINANTS DANS PRODUITS AGRICOLES ET AGROALIMENTAIRES

Eléments traces

Mycotoxines
PCB – HAP
Dosage de la patuline
Pesticides
AGROALIMENTAIRE ET DIVERS
Vins
Spiritueux
Cidres
Vins de liqueurs
Produits diététiques et de régime
Jus de fruits
Miels
Acides aminés
OGM
Purée de tomates

Le fonctionnement de chaque circuit d'essais d'aptitude du Bipea est basé sur une Commission, regroupant l'ensemble des laboratoires participants avec un Président élu par ses pairs. Cette Commission se réunit environ une fois par an pour examiner les résultats des essais d'aptitude précédents, discuter des problèmes méthodologiques rencontrés, chercher à expliquer la dispersion observée entre les résultats des laboratoires etc. Elle prépare également les prochains essais en définissant les matrices, les critères analytiques, les valeurs de tolérance et peut décider de mener des enquêtes méthodologiques. Ainsi les essais d'aptitude organisés par le Bipea permettent aux laboratoires de suivre la justesse de leurs résultats d'analyse pour s'autocontrôler et répondre aux exigences qualité. Ils permettent également de progresser avec des travaux sur les méthodes pour essayer d'expliquer et tenter de diminuer les écarts entre les laboratoires.

Circuits essais d'aptitude « Oléagineux » et « Corps gras »

Le Bipea a mis en place en 1970 un circuit « Oléagineux » et en 1993 un circuit « Corps gras ». Les critères analytiques demandés dans chacun de ces deux circuits sont détaillés dans le *tableau 2*.

Tableau 2. Critères analytiques demandés dans le cadre des circuits d'essais d'aptitude « Oléagineux » et « Corps gras ».

Critères	
« Oléagineux »	Teneur en impuretés, teneur en eau et matières volatiles, teneur en huile, acidité de l'huile, acide érucique, acide oléique, acide linoléique, acide linoléique, glucosinolates
« Corps Gras »	Indice de peroxyde, rancimat, tocophérols, eau et matières volatiles, impuretés, acidité oléique, acidité palmitique, acidité laurique, indice d'iode, indice de saponification, insaponifiable, acide butyrique, indice de para-anisidine, demande d'adultération, stérols totaux, composés polaires, antioxydants, fer, cuivre, hexane, phosphore, couleur Lovibond, point de fusion, teneur en solides RMN, stigmastadiènes, cires, acides gras, stérols, triglycérides

Dans le cadre du circuit « Oléagineux », les laboratoires reçoivent chaque mois un échantillon de colza et un échantillon de tournesol auxquels se rajoutent une fois par an un échantillon de soja et un échantillon de lin. Les analyses qui leur sont demandées sont d'une part la détermination de critères chimiques comme par exemple la teneur en eau et matières volatiles ou la teneur en huile, et d'autre part la teneur en impuretés. En plus des échantillons cités plus haut, des solutions d'esters méthyliques de colza érucique et de tournesol oléique sont envoyées également pour tester les performances chromatographiques pour le dosage des acides érucique, oléique et linoléique. Dans le cadre du circuit « Corps gras », une grande variété de produits est proposée aux participants avec des corps d'origine végétale comme de l'huile d'olive ou de l'huile de noix ainsi que des corps gras d'origine animale comme de la graisse ou du saindoux. Les critères analytiques sont très nombreux et varient en fonction du produit analysé avec tous les critères classiques tels que l'indice de peroxyde, la teneur en eau, l'indice d'iode et l'indice de saponification mais également l'adultération, les acides gras, les stérols, les triglycérides. Au fur et à mesure des années, il a pu être observé une diminution de la dispersion des résultats des laboratoires pour certains critères grâce à une harmonisation des pratiques. A travers le circuit, il est de plus possible de comparer les méthodes de référence aux méthodes alternatives et de détecter d'éventuels effets méthodes. La participation des laboratoires à ces circuits d'intercomparaisons est un moyen de validation externe de la qualité des analyses et peut être complétée par l'utilisation de matériaux de référence certifiés ou externes.

Conclusion

Les essais d'aptitude sont un outil d'autocontrôle permettant l'amélioration des performances des laboratoires d'analyses. La participation des laboratoires à des essais d'aptitude, devenue obligatoire

avec la mise en place de l'accréditation, est un moyen de validation externe de la justesse des méthodes d'analyse. Cette participation peut être complétée par l'utilisation de matériaux de référence certifiés ou externes matériau de référence dont les valeurs de consensus ont été déterminées à la suite d'étude inter-laboratoires comme les essais d'inter-comparaisons.

RÉFÉRENCES

- 1.** ISO – guide 43-1. Essais d'aptitude des laboratoires par intercomparaison. Partie 1 : Développement et mise en œuvre de systèmes d'essais d'aptitude, ISO, Genève 1997.
- 2.** FEINBERG M. *La validation des méthodes d'analyse*, Masson, Paris 1996.
- 3.** ISO/DIS 13528. Méthodes statistiques utilisées dans les essais d'aptitude par comparaisons interlaboratoires, ISO Genève 2002.
- 4.** GY P. *Hétérogénéité – Échantillonnage – Homogénéisation*. Masson, Paris 1988.
- 5.** NF EN ISO/CEI 17025. Prescription générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais, AFNOR Paris La Défense 2000.
- 6.** COFRAC LAB CIL O2. Organismes de comparaisons interlaboratoires Exigences pour l'accréditation, COFRAC, Paris 2002. n

Circuit

CÉREALES ET DÉRIVÉS AUTRES GRAINS ET GRAINES

Illustrations

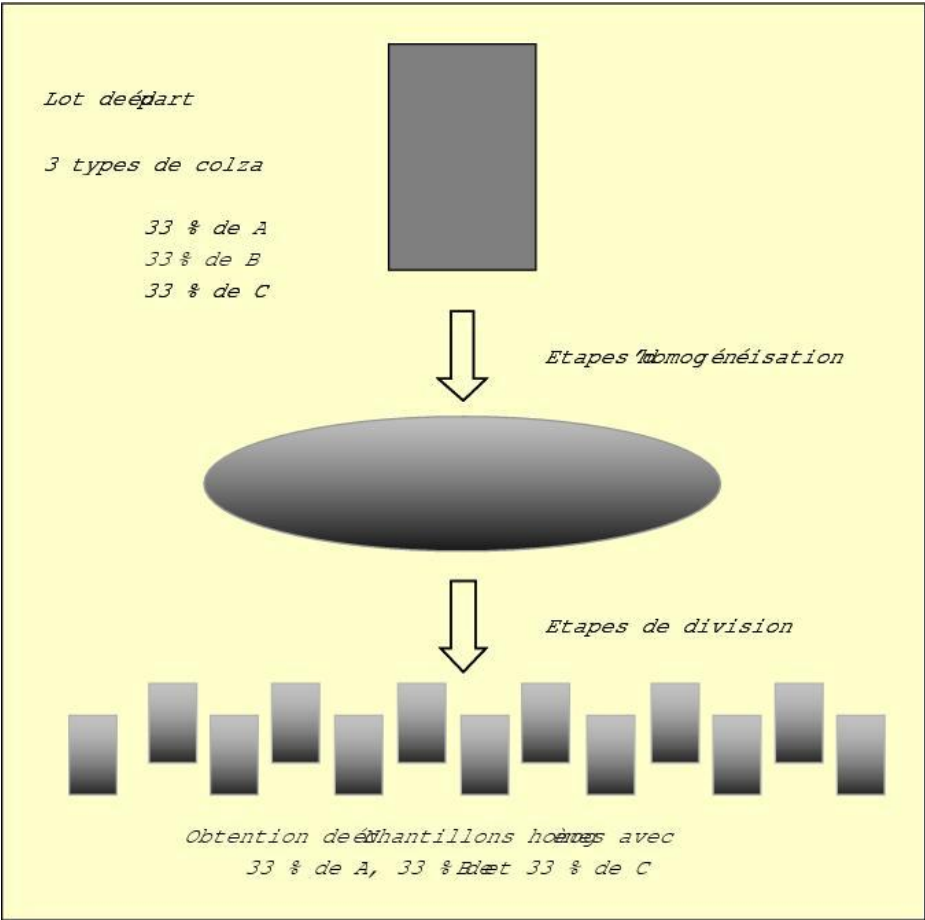


Figure 1. Schéma de la fabrication d'échantillons homogènes.

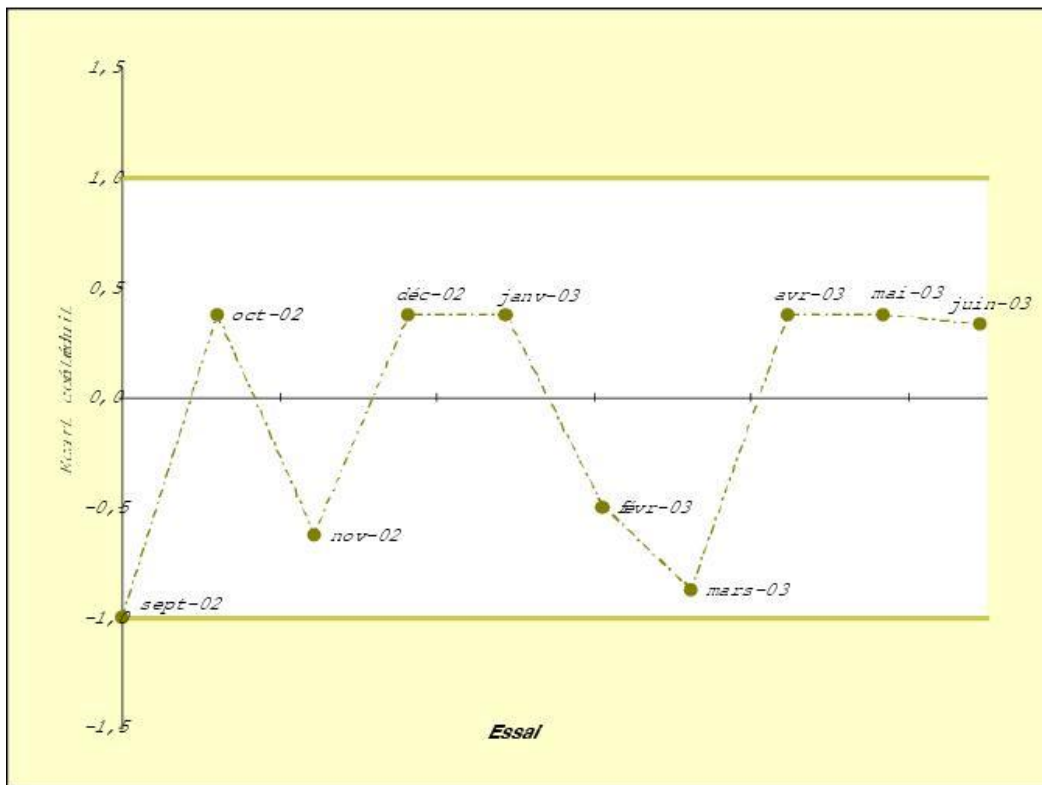


Figure 2. Exemple de carte de suivi pour la teneur en huile déterminée dans des échantillons de tournesol dans le cadre d'un essai d'aptitude.