

**SERVICES D'ACCREDITATION**

**Exigences et lignes  
directrices du CCN –  
Vérification et validation des  
méthodes dans les  
laboratoires d'essais (ELD-  
VVMLE)**

2021-05-24

Conseil canadien des normes  
55, rue Metcalfe, bureau 600  
Ottawa (Ontario) K1P 6L5

Téléphone : 1 613 238-3222  
Télécopieur : 1 613 569-7808  
[accreditation@ccn.ca](mailto:accreditation@ccn.ca)  
[www.ccn.ca](http://www.ccn.ca)

## Autorisation de reproduction

À moins d'indication contraire, l'information contenue dans la présente publication peut être reproduite, en partie ou en entier et par quelque moyen que ce soit, sans frais et sans autorisation supplémentaire du Conseil canadien des normes, pourvu que toutes les précautions raisonnables soient prises pour assurer l'exactitude de l'information reproduite; que le Conseil canadien des normes soit mentionné comme la source de la publication; et que la reproduction ne soit présentée ni comme une version officielle ni comme une version ayant été faite en association avec le Conseil canadien des normes ou avec son aval.

Pour obtenir l'autorisation de reproduire l'information contenue dans cette publication à des fins commerciales, écrire à [info@ccn.ca](mailto:info@ccn.ca).

© Conseil canadien des normes, 2021

Also available in English under the title *SCC Requirements and Guidance for Method Verification and Validation in Testing Laboratories*.

# Table des matières

Présentation.....	4
1. Portée.....	4
2. Références normatives.....	4
3. Références informatives.....	5
4. Définitions.....	5
5. Choix des méthodes d'essai.....	7
6. Vérification des méthodes d'essais.....	7
7. Processus de validation.....	8
7.1. Portée de la validation.....	8
7.2. Caractéristiques et critères de performance d'une méthode d'essai.....	9
7.3. Approches utilisées en validation.....	10
7.4. Évaluation de l'incertitude.....	11
8. Documentation.....	11
Annexe A : Caractéristiques (paramètres) de performance dont le laboratoire doit tenir compte dans l'élaboration ou la validation de méthodes.....	13
Annexe B : Lignes directrices pour la validation de méthodes d'essai – Intrants agricoles, aliments, santé des animaux et protection des végétaux (DSP-AAAV).....	15

# Présentation

Le Conseil canadien des normes (CCN) reconnaît l'importance de la validation des méthodes, une exigence clé visant à garantir la validité et la fiabilité des résultats. Ce processus comporte plusieurs étapes de sélection des méthodes et procédures appropriées pour l'ensemble des activités en laboratoire, suivies par une vérification ou une validation, selon la catégorie de la méthode.

Le présent document établit, à l'intention des laboratoires candidats et accrédités, les exigences et lignes directrices concernant l'interprétation des exigences de validation de l'ensemble des méthodes d'essai décrites à l'article 7.2 (« Sélection, vérification et validation des méthodes ») de la norme ISO/IEC 17025:2017.

## 1. Portée

Ces lignes directrices générales s'appliquent à tout type d'activités en laboratoire (y compris l'échantillonnage), peu importe le domaine, et concernent l'interprétation des exigences de validation et de vérification des méthodes d'essai et des exigences additionnelles qui s'appliquent aux types d'essai les plus courants. D'autres exigences concernant la validation propres à des programmes ou à des secteurs présentés dans certains documents de domaine de spécialité de programme (DSP) s'appliquent également.

## 2. Références normatives

- ISO/IEC 17025:2017, *Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*.
- Guide ISO/IEC 99, *Vocabulaire international de métrologie – Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM)*.
- *Vocabulaire international de métrologie – Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM)*, JCGM 200:2012, GUM 2008 avec des corrections mineures.
- *Exigences et lignes directrices du CCN – Accréditation des laboratoires d'essais*
- *Exigences et lignes directrices du CCN – Accréditation des laboratoires procédant à l'élaboration de méthodes d'essai et à la réalisation d'essais spéciaux*.
- *Exigences et lignes directrices du CCN – Accréditation des laboratoires judiciaires*.
- *Lignes directrices du CCN – Présentation des portées d'accréditation des laboratoires*.
- Guide Eurachem/CITAC, *The Fitness for Purpose of Analytical Methods. A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics*. 2<sup>e</sup> édition, 2014.
- Guide Eurachem/CITAC, *Quality Assurance for Research and Development and Non-routine Analysis*, 1<sup>re</sup> édition, 1998.
- Guide CG4 Eurachem/CITAC, *Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement*, 3<sup>e</sup> édition, 2012.

- *Évaluation des données de mesure – Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure*, Comité commun pour les guides en métrologie, JCGM 100:2008, GUM 1995 avec des corrections mineures.
- IUPAC, « Harmonized Guidelines for Single Laboratory Validations of Methods of analysis ». *Pure Appl. Chem.* vol. 74, n° 5, 2002, p 835-855.
- Santé Canada, *Compendium de méthodes d'analyse chimique des aliments* et *Compendium de méthodes d'analyse microbiologiques des aliments*, <https://www.canada.ca/fr/sante-canada/services/aliments-nutrition/programmes-recherche-methodes-analyse.html>.
- *Journal officiel de l'Union européenne*, « Décision de la Commission du 12 août 2002 portant modalités d'application de la directive 96/23/CE du Conseil en ce qui concerne les performances des méthodes d'analyse et l'interprétation des résultats ». *Journal officiel de l'Union européenne*, n° C(2002) 3044.

### 3. Références informatives

- Supplément au guide Eurachem *The Fitness for Purpose of Analytical Methods, Planning and Reporting Method Validation Studies*, 1<sup>re</sup> édition, 2019.
- Guide Eurachem/CITAC, *Setting and Using Target Uncertainty in Chemical Measurement*, 1<sup>re</sup> édition, 2015.
- ILAC G19:08/2014, *Modules in a Forensic Science Process*.
- AOAC INTERNATIONAL, « Methods Committee Guidelines for Validation of Qualitative and Quantitative Food Microbiological Official Methods of Analysis ». *Journal of AOAC INTERNATIONAL*, vol. 85, n° 5, 2002, p 1187-1200.
- « Protocol for the design, conduct and interpretation of collaborative studies ». *Pure Appl. Chem*, vol. 60, n° 6, 1988, p 855-864.

### 4. Définitions

**Méthode** : Semblable au terme « procédure de mesure » défini dans le Guide ISO/IEC 99.

**Procédure de mesure** : Ensemble d'opérations décrites en détail utilisées pour effectuer des mesures particulières selon une méthode donnée. Habituellement consignée dans un document parfois homonyme (ou appelé **méthode de mesure**), la procédure est « documentée avec assez de détails pour permettre à un opérateur d'effectuer un mesurage » (Guide ISO/IEC 99).

**Procédure de mesure** (JCGM 200, article 2.6) : Description détaillée d'un mesurage conformément à un ou plusieurs principes de mesure et à une méthode de mesure donnée, fondée sur un modèle de mesure et incluant tout calcul destiné à obtenir un résultat de mesure  
NOTE 1 : Une procédure de mesure est habituellement documentée avec assez de détails pour permettre à un opérateur d'effectuer un mesurage.

NOTE 2 : Une procédure de mesure peut inclure une assertion concernant une incertitude cible.

NOTE 3 : Une procédure de mesure est quelquefois appelée en anglais *standard operating procedure* (SOP).

**Vérification (appelée vérification de la méthode) :** Confirmation de la capacité du laboratoire d'appliquer une méthode validée qui répond aux exigences en la matière et aux besoins du laboratoire.

**Validation (appelée validation de la méthode) :** Confirmation de la conformité des capacités et des caractéristiques de performance d'une méthode aux exigences spécifiées, et de son adéquation à l'usage et à l'application prévus.

**Aptitude à l'emploi** (IUPAC, « Harmonized Guidelines for Single Laboratory Validations of Methods of analysis ») : Mesure dans laquelle la performance d'une méthode répond aux critères, convenus entre l'analyste et l'utilisateur final des données, qui décrivent les besoins de l'utilisateur final. Les critères d'aptitude à l'emploi s'expriment ultimement sous la forme d'une incertitude composée acceptable.

**Méthode normalisée publiée :** Norme internationale, régionale ou nationale, ou publiée par une organisation technique de renom (édition la plus récente), ou dans un texte ou une revue scientifique spécialisé, ou spécifiée par le fabricant de l'équipement, sauf s'il n'est pas indiqué ou possible de le faire (ISO/IEC 17025, article 7.2.1.4).

**Méthode modifiée :** Méthode, normalisée ou non, employée en dehors de son domaine d'application prévu ou changée d'une autre façon.

**Méthode interne :** Méthode mise au point par un laboratoire pour son propre usage (ex. : méthode élaborée en laboratoire).

**Critères de performance :** Exigences en matière de caractéristiques de performance à partir desquelles il est possible de juger qu'une méthode d'analyse convient à l'objectif poursuivi et donne des résultats fiables (directive CE, 2002).

## 5. Choix des méthodes d'essai

Souvent, le client spécifie la méthode à utiliser, qui peut être ou non une méthode normalisée publiée. Si la préférence va aux méthodes normalisées publiées, le laboratoire peut toutefois utiliser celles publiées par des organisations techniques, fournies par des fabricants de matériel, publiées dans des ouvrages scientifiques ou élaborées par ses soins, à condition que le client les accepte et que ces méthodes non normalisées aient été validées avant d'être utilisées. Le degré de validation exigé sera examiné à l'article 7.

Selon les exigences énoncées à l'article 7.2.2 de la norme ISO/IEC 17025, les méthodes normalisées publiées n'ont pas à être validées.

Pour pouvoir répondre aux besoins de la clientèle et s'adapter aux technologies changeantes, il va de soi que les laboratoires doivent mettre en œuvre de nouvelles méthodes ou modifier régulièrement celles qui sont en place. Se reporter aux documents suivants qui traitent de ce sujet dans deux domaines de spécialité de programmes :

- *Exigences et lignes directrices du CCN – Accréditation des laboratoires procédant à l'élaboration de méthodes d'essai et à la réalisation d'essais spéciaux*
- *Exigences et lignes directrices du CCN – Accréditation des laboratoires judiciaires*

## 6. Vérification des méthodes d'essais

Une méthode modifiée peut résulter de la modification d'une méthode de référence normalisée ou d'une procédure prescriptive destinée à une utilisation courante. Si le laboratoire peut prouver qu'il s'agit de modifications mineures, il faudra entreprendre une vérification conformément à l'article 7.2.1 de la norme ISO/IEC 17025.

Avant de mettre en œuvre une méthode, le laboratoire est tenu de vérifier qu'il peut l'appliquer correctement en confirmant qu'il obtient les caractéristiques de performance publiées conformément à l'article 7.2.1.5 de la norme ISO/IEC 17025.

Lorsqu'une méthode normalisée publiée est adoptée par un laboratoire sans modification importante, une vérification est parfois exigée, notamment dans les cas suivants :

- Confirmation de l'aptitude à l'emploi de la mise en œuvre de la méthode normalisée publiée (ex. : précision, biais, linéarité, interférences, robustesse, mise à la terre, raccordements électriques, stabilité physique conformes à ceux publiés dans la méthode de référence);
- Estimation des principaux paramètres de performance – limite de détection de la méthode, limite de déclaration, rapport signal sur bruit des matrices représentatives, etc. – ou types d'échantillons à l'essai (on trouvera des exemples des paramètres de performance à l'annexe A);
- Évaluation de l'incertitude de mesure;

- Confirmation de la fiabilité et de l'exactitude de la méthode avec les échantillons habituellement analysés (ex. : récupération acceptable des échantillons enrichis ou comparaison avec une référence indépendante ou une autre méthode d'essai validée);
- Confirmation de la validité de toute règle de décision associée à la méthode par rapport à la mise en œuvre du laboratoire.

Si les lignes directrices d'un DSP comportent des exigences de vérification particulières, ces dernières devront également être suivies.

## 7. Processus de validation

### 7.1. Portée de la validation

Conformément à l'article 7.2.2.1 de la norme ISO/IEC 17025, il faut valider les catégories de méthodes suivantes :

- les méthodes non normalisées (internes);
- les méthodes élaborées par des laboratoires (internes);
- les méthodes normalisées employées en dehors de leur domaine d'application prévu (modifiées);
- les méthodes normalisées ayant subi des modifications importantes qui pourraient nuire à la fiabilité des résultats (modifiées).

La validation a pour objet de confirmer l'aptitude à l'emploi des méthodes. L'article 7.2.2. prévoit également que :

*« La validation doit être aussi étendue que l'impose la réponse aux besoins pour l'application ou le domaine d'application donné. »*

Le tableau résume les exigences de vérification ou de validation des catégories de méthodes d'essai suivantes couramment employées dans les laboratoires d'essai.

Catégorie de méthode d'essai	Exigences – validation ou vérification
Méthode normalisée publiée	Vérification de la conformité des caractéristiques de performance publiées aux exigences énoncées à l'article 7.2.1.5 de la norme ISO/IEC 17025.
Méthode normalisée publiée modifiée par un laboratoire ou une autre entité  (ex. : changement de matrices, de plages de concentration, d'analytes, de conditions d'essai)	Validation exigée; la portée varie en fonction des risques associés à l'analyse menée.



Méthode élaborée à l'interne	Validation.
Méthode publiée dans un ouvrage scientifique, accompagnée ou non de données sur la performance	Validation.
Méthode déjà validée, dont la mise en œuvre a été modifiée (ex. : changement d'équipement, de réactifs, de conditions d'essai en laboratoire ou de personnel)	Vérification suffisante; la portée doit varier de manière à prouver que les changements n'ont pas d'incidence majeure sur les caractéristiques de performance.
Méthode normalisée publiée et archivée ou méthode déjà validée qui est remise en service	Vérification des caractéristiques de performance antérieures.
Analyse ponctuelle ou spéciale	Portée de la validation limitée par les circonstances.
Trousse d'essai commerciale – testée en collaboration, évaluation par un tiers (p. ex. AOAC)	Vérification des caractéristiques de performances publiées; validation possiblement requise en cas de changements.
Trousse d'essai commerciale – données inexistantes, incomplètes ou inapplicables sur la performance pour la matrice à l'essai	Validation.
Méthode d'un fabricant d'instrument non publiée dans une revue scientifique	Vérification de la disponibilité et de l'exhaustivité des critères de la méthode du fabricant.  Validation si absence de critères ou critères incomplets.

## 7.2. Caractéristiques et critères de performance d'une méthode d'essai

On trouvera à l'annexe A du présent document la liste des paramètres applicables (caractéristiques). La validation doit également évaluer l'échantillonnage, le sous-échantillonnage et le transport des échantillons vers le laboratoire si ces éléments ont une incidence sur les résultats de la méthode ou s'il y a des critères d'acceptation des échantillons et que le laboratoire est responsable de ces activités. Il est également recommandé de tenir compte de l'interprétation des résultats relatifs à l'ensemble de la population, en intégrant des statistiques au besoin. Si le laboratoire est responsable de l'échantillonnage ou du sous-échantillonnage, la validation doit prévenir les conséquences négatives sur les résultats relatifs à l'ensemble de la population. Des statistiques peuvent être utilisées au besoin. La terminologie utilisée pour décrire les caractéristiques de performance varie d'une discipline à l'autre et

devrait être suffisamment bien définie par le laboratoire pour être claire (voir les exemples à l'annexe A).

Outre les paramètres (caractéristiques) pertinents, un sommaire de validation devrait contenir :

- la référence (ex. : indiquer les enregistrements techniques pour plus de détails);
- le mesurande;
- le type d'échantillons (ex. : description des matrices analysées);
- le type de mesure (ex. : qualitative, semi-quantitative, quantitative, de détermination);
- le statut de la méthode (courante ou spéciale);
- une description de l'utilisation prévue (p. ex., législation, réglementation, convenue avec le client [dépistage, confirmation, exploration, contrôle de processus, etc.]).

Dans certaines disciplines, les lignes directrices disponibles pour la communauté des essais de laboratoire sont nombreuses. Il revient donc au laboratoire, avec la participation de ses clients, de chercher les caractéristiques pertinentes à évaluer compte tenu de la situation du laboratoire et des besoins du client. Le laboratoire doit se donner un plan de validation, général ou appliqué à un projet ou à un client en particulier. Les caractéristiques de performance de la méthode d'essai à évaluer varient selon le type et la visée des essais. Il faut appliquer les critères de performance propres à une discipline ou à un client pour prouver l'aptitude à l'emploi.

### 7.3. Approches utilisées en validation

La validation doit évaluer la fiabilité (ou répétabilité) et la reproductibilité d'une méthode d'essai ainsi que sa capacité de produire des résultats corrects, ce qui se rattache à l'exactitude ou à la justesse des résultats. Pour prouver l'exactitude, il faut établir une comparaison avec une valeur de référence indépendante connue, et obtenir des résultats cohérents et maintenir la traçabilité métrologique.

Les matériaux servant à évaluer la performance d'une méthode d'essai doivent être représentatifs de ceux qu'elle sert habituellement à analyser. Il convient d'évaluer la justesse de la méthode avec des matériaux de référence certifiés, le cas échéant. Des échantillons déjà analysés dans le cadre d'essais d'aptitude (des exercices, par exemple) peuvent servir à évaluer les biais. Il arrive toutefois que les matériaux de référence ne présentent pas l'ensemble des variations constatées dans les échantillons d'essai. Le recours à des échantillons naturellement contaminés ou d'origine naturelle devrait donc être considéré. Il est possible de comparer la méthode à valider à une méthode normalisée établie et de déterminer le biais entre les deux méthodes. Il est souvent impossible d'avoir accès à des matériaux de référence ou à une méthode normalisée. Des études de récupération sont menées par l'ajout de quantités connues d'analytes ou d'organismes à des blancs de terrain, qui doivent être représentatifs des échantillons types reçus pour les essais; les validations pourraient donc devoir être menées sur différents blancs obtenus de plusieurs sources. Dans plusieurs systèmes biologiques, des expériences sont menées pour générer des matériaux d'origine naturelle.

## 7.4. Évaluation de l'incertitude

Dans le cadre de la validation, les laboratoires doivent produire une estimation robuste de l'incertitude. Certaines méthodes normalisées comportent des incertitudes déjà publiées qui peuvent servir de point de départ. Veuillez consulter l'article 7.6 des *Exigences et lignes directrices du CCN – Accréditation des laboratoires d'essais* pour de plus amples renseignements.

Pour plus de détails sur l'évaluation de l'incertitude dans les études de validation, voir les documents suivants :

- Guide Eurachem/CITAC, *Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement*;
- IUPAC, *Harmonized Guidelines for Single-Laboratory Validation of Methods of Analysis* (annexes A14 et B);
- *Évaluation des données de mesure – Guide pour l'expression de l'incertitude de mesure*, JCGM 100:2008, GUM 1995 avec des corrections mineures.

Il importe de reconnaître que certaines sources d'incertitude importantes pourraient ne pas être couvertes dans les validations d'un ou de plusieurs laboratoires. Les essais de robustesse menés pendant l'étude de la validation peuvent donner des renseignements sur les effets de certains paramètres. Le guide Eurachem recommande que la précision soit estimée au fil du temps et comprenne la variation naturelle de l'ensemble des facteurs : données provenant des échantillons de contrôle de la qualité, répétitions, matériau d'essai d'aptitude, etc.

Si les méthodes quantitatives et semi-quantitatives requièrent une estimation de l'incertitude, les méthodes qualitatives nécessitent plutôt l'identification des sources d'incertitudes et des conditions dans lesquelles elles sont contrôlées.

## 8. Documentation

Le laboratoire doit pouvoir fournir un rapport indexé résumant le détail des données liées à la validation ou à la vérification de toutes les méthodes non normalisées, élaborées à l'interne ou résultant de modifications ou d'ajouts à des méthodes normalisées publiées. Voici ce qu'il doit contenir :

- La méthode d'essai, y compris les renseignements sur l'équipement, les réactifs, l'étalonnage, etc.
- La référence à la procédure ou au plan de validation utilisé pour établir les caractéristiques de performance de la méthode.
- Les caractéristiques de la méthode d'essai et la façon dont elles ont été calculées ou définies. Les données brutes doivent pouvoir être examinées.
- Les critères de performances de la méthode d'essai ayant servi à évaluer les caractéristiques et l'aptitude à l'emploi de la méthode.

- Les traces de la révision et de l'autorisation du rapport par une personne compétente autorisée.
- L'utilisation prévue de la méthode ainsi que les matrices pertinentes.
- L'estimation de l'incertitude.

Si le laboratoire utilise couramment une autre méthode qu'une méthode normalisée publiée, il va de soi qu'au fil du temps des modifications ou des améliorations y seront apportées. Il faut les consigner de manière à ce qu'elles puissent être évaluées. Le laboratoire doit examiner les données courantes sur les essais d'aptitude et les contrôles de la qualité pour confirmer l'aptitude de la méthode. Les renseignements concernant la validation doivent être conservés comme le prévoit l'échéancier établi par le laboratoire conformément aux exigences de l'article 8.4.2 de la norme ISO 17025.

# Annexe A : Caractéristiques (paramètres) de performance à prendre en compte par le laboratoire dans l'élaboration ou la validation de méthodes

Cette liste est un guide des caractéristiques ou des paramètres dont un laboratoire doit tenir compte lorsqu'il élabore et valide une méthode d'essai. Les caractéristiques (paramètres) de performance et les critères d'acceptation utilisés pour les évaluer doivent tenir compte :

- de l'utilisation prévue de la méthode d'essai et des besoins du client : « la portée de la validation, et les conséquences en temps et en coûts sont l'une des principales questions sur lesquelles l'analyste et le client doivent s'entendre dans le cadre de l'élaboration d'une méthode. » (Guide Eurachem/CITAC, *Quality Assurance for Research and Development and Non-routine Analysis*, section 6.8.5.4)
- de la discipline : certaines caractéristiques, comme les définitions, varient en fonction de la discipline ou du type d'essai.
- du type d'essai (qualitatif, quantitatif) et de son but (dépistage, confirmation).

Voici des exemples de critères et de caractéristiques à considérer :

- Biais de mesure
- Confirmation
- Contrôle d'essais (y compris les populations de référence)
- Efficacité
- Étalonnage (voir linéarité, portée)
- Étendue (voir étalonnage, linéarité)
- Exactitude
- Incertitude de mesure
- Limite de déclaration
- Limite de détection (capacité de détection, limite de décision, niveau de détection)
- Limite de détermination (limite de quantification)
- Linéarité (étalonnage, portée)
- Niveau d'intervention (pour les analyses réglementaires)
- Organismes cibles
- Précision
- Probabilité de détection (études non jumelées)
- Récupération
- Répétabilité
- Reproductibilité
- Robustesse
- Sélectivité du diagnostic\*, sensibilité du diagnostic\*
- Sélectivité\*, sensibilité\*, spécificité\*
- Sensibilité relative, spécificité relative
- Seuils
- Spécificité analytique\* (sélectivité, exclusivité, inclusivité)
- Stabilité (des analytes, des organismes, des sous-échantillons, des extraits)

- Suppression d'ions pour un essai de LC-MS ou de LC-MS/MS
- Taux de faux positifs, taux de faux négatifs (études jumelées)
- Valeur prédictive

*\* Les définitions de certains termes peuvent varier d'une discipline à l'autre. Par exemple, le terme « sélectivité » est recommandé en chimie analytique au lieu du terme « spécificité » (voir la définition de l'IUPAC). Certaines définitions, comme celles de « spécificité analytique », de « sélectivité du diagnostic » et de « sensibilité du diagnostic », s'appliquent aux essais biologiques.*

# Annexe B : Lignes directrices pour la validation de méthodes d'essai – Intrants agricoles, aliments, santé des animaux et protection des végétaux (DSP-AAAV)

Dans certains secteurs, par validation, on entend généralement des études interlaboratoires comme celles que mènent des organisations techniques spécialisées. Une méthode d'essai est évaluée par des analystes de plusieurs laboratoires qui utilisent habituellement divers équipements et matériaux. À titre d'exemple, AOAC International organise des études collaboratives sur l'analyse de produits alimentaires. La validation interlaboratoire est exigée dans certains domaines de l'analyse réglementaire. L'IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry) a publié le *Protocol for the design, conduct and interpretation of collaborative studies*, un protocole que 27 organisations participantes ont accepté d'intégrer aux exigences minimales des études collaboratives. Cependant, en raison du manque de temps ou de ressources et de l'émergence de nouveaux problèmes, les méthodes s'appliquant aux nouveaux risques ou aux nouveaux produits ne sont pas toujours soumises à une validation interlaboratoire en bonne et due forme. De plus, dans certains domaines d'essai spécialisés, il est difficile de recruter assez de participants.

Le document « Harmonized Guidelines for Single-Laboratory Validation of Methods of Analysis » de l'IUPAC fournit des lignes directrices générales sur la portée des études de validation dans un seul laboratoire.

Pour les laboratoires du DSP-AAAV qui font de la microbiologie alimentaire selon la législation appliquée par l'Agence canadienne d'inspection des aliments (ACIA), les méthodes du Compendium de méthodes de Santé Canada sont validées et considérées comme des méthodes de référence normalisées. Ces méthodes, en vigueur et mises à jour par un comité mixte de Santé Canada et de l'ACIA, sont activement utilisées dans le cadre d'essais réglementaires. Le Compendium de méthodes comporte des méthodes de référence prêtes à l'emploi par la Direction générale des produits de santé et des aliments (DGPSA) de Santé Canada dans les domaines de l'analyse chimique des aliments. Les méthodes officielles d'analyse chimique des aliments sont celles de la Direction générale de la protection de la santé; il s'agit de procédures de surveillance utilisées dans le cadre des programmes d'inspection de conformité à la réglementation de Santé Canada et considérées comme validées si elles sont employées à bon escient. Toutes les méthodes décrites s'appliquent à un ensemble de matrices très spécifique. Il faut donc effectuer une validation en bonne et due forme avant de les appliquer à des matrices qui excèdent leur portée d'origine.

Les laboratoires s'aident fréquemment de la pyramide de matrices alimentaires de l'AOAC pour choisir les matrices à utiliser dans leurs études. Basée sur les teneurs relatives en gras, en protéines et en glucides, cette matrice est divisée en neuf secteurs. Il faut donc valider un large éventail d'aliments puisque les étapes subséquentes de préparation, d'extraction et d'essais

peuvent différer entre un échantillon contenant uniquement des glucides et un échantillon à haute teneur en lipides. En prévision des études de validation de la méthode, il faut inclure des échantillons représentatifs de ceux qui sont reçus par les laboratoires, y compris les types dont l'analyse est plus complexe (haute teneur en gras, en protéines, en humidité). Le jugement professionnel d'analystes est requis pour valider certains segments de la pyramide et d'autres facteurs – technique d'extraction, ratio solide-liquide, interférences de matrice – sont à considérer.