

Analyses d'éléments traces métalliques minéraux et leurs espèces chimiques dans les IMME IF ANTIdenrées alimentaires destinées à l'homme ou aux



SOMMAIRE

1.	OB	3JET	3
2.	RE	FERENCES ET DEFINITIONS	3
2	2.1.	References	3
2	2.2.	ABREVIATIONS ET DEFINITIONS	3
3.	DO	MAINE D'APPLICATION	4
4.	MO	DDALITES D'APPLICATION	5
5.	MO	DDIFICATIONS APPORTEES A L'EDITION PRECEDENTE	5
6.	EX	PRESSION DES PORTEES	5
7.		JIDE DE LECTURE DES EXIGENCES NORMATIVES ET RECOMMANDATIONS	
7	7 .1.	PERSONNEL	5
7	7.2.	INSTALLATIONS ET CONDITIONS AMBIANTES	6
7	7.3.	EQUIPEMENTS ET TRAÇABILITE METROLOGIQUE	7
7	7 .4.	PRODUITS ET SERVICES FOURNIS PAR DES PRESTATAIRES EXTERNES	8
7	7 .5.	REVUE DES DEMANDES, APPELS D'OFFRES ET CONTRATS	8
7	7.6.	SELECTION, VERIFICATION ET VALIDATION DES METHODES	
	7.6.	.1. Vérification des méthodes reconnues	9
	7.6.	2.2. Validation des méthodes non reconnues	9
		3.3. Recommandations à suivre dans le cadre de vérification / validation de méthode	
		.4. Vérification / validation des mèthodes de spéciation	
7	7.7.	MANUTENTION DES OBJETS D'ESSAI	
		7.1. Réception des échantillons	
_		7.2. Préparation des échantillons	
	7.8.	EVALUATION DE L'INCERTITUDE DE MESURE	
′	7.9.	ASSURER LA VALIDITE DES RESULTATS	
		2.2. Contrôles qualités externes	
-	'.10.	y	
8.		BLIOGRAPHIE	
o. 9.		NEXE I : FAMILLES / MATRICES	
		INEXE II : PRINCIPES DES METHODES	1 7 17

1. OBJET

La norme NF EN ISO/IEC 17025 définit les exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais.

Au regard de certains documents internationaux (par exemple, EA-4/02, ILAC P9 etc.) le Cofrac s'attache à développer dans des guides techniques d'accréditation (GTA) qu'il publie, des recommandations spécifiques au(x) domaine(s) technique(s) considéré(s), en vue de guider les organismes dans la mise en œuvre des exigences du référentiel d'accréditation et en vue d'harmoniser les approches.

Ce document vise à établir des recommandations issues des bonnes pratiques admises dans le domaine et de la normalisation en vigueur. Il constitue un guide de lecture des exigences de ladite norme pour les analyses d'éléments traces métalliques (ETM) et minéraux et leurs formes chimiques (spéciation mercure, spéciation arsenic, ...) dans les denrées alimentaires destinées à l'homme ou aux animaux, tenant compte notamment de l'environnement de travail et de la règlementation spécifique au domaine.

Ce guide ne se substitue pas aux exigences réglementaires et/ou aux normes applicables au sein du laboratoire. Les recommandations qu'il contient et que le laboratoire est libre d'appliquer sont celles reconnues comme étant les plus appropriées par le Cofrac pour répondre aux exigences de la norme NF EN ISO/IEC 17025 et notamment du document LAB REF 02. Dans tous les cas, il appartient au laboratoire de démontrer que les dispositions qu'il prend permettent de satisfaire pleinement les exigences de la norme citée ci-dessus.

2. REFERENCES ET DEFINITIONS

La liste des documents ci-dessous constitue une base de données non exhaustive. Il appartient au laboratoire d'assurer la veille documentaire.

2.1. Références

Ce document s'applique en complèment des documents suivants :

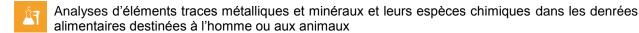
- **NF EN ISO/IEC 17025** : 2017. Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais.
- LAB REF 02: Exigences pour l'accréditation des laboratoires selon la norme NF EN ISO/IEC 17025 : 2017 ;
- LAB REF 05 Règlement d'accréditation ;
- LABREF 08: Expression et évaluation des portées d'accréditation;
- **GEN REF 10** : Traçabilité des résultats de mesure Politique du Cofrac et modalités d'évaluation ;
- **GEN REF 11** : Règles générales pour la référence à l'accréditation et aux accords de reconnaissance internationaux :
- LAB GTA 95 : Etalonnage d'instruments de pesage à fonctionnement non automatique.

2.2. Abréviations et définitions

Les abréviations suivantes sont utilisées :

- COFRAC : COmité FRançais d'ACcréditation (www.cofrac.fr)
- EA: European Co-operation for Accreditation (<u>www.european-accreditation.org</u>)

LAB GTA 45 – Révision 02 3/17



- EIL: Essais Inter-Laboratoires
- ETM : Eléments Traces Métalliques et Minéraux
- GC: Chromatographie en Phase Gazeuse
- ICP-AES ou ICP-OES : Spectrométrie d'Emission Atomique par Plasma à Couplage Inductif (détecteur optique)
- ICP-MS: Spectrométrie de Masse par Plasma à Couplage Inductif
- ILAC: International Laboratory Accreditation Cooperation (www.ilac.org)
- ISO: International Standardization Organization (www.iso.org)
- LC: Chromatographie en Phase Liquide
- LD : Limite de Détection
- LMR : Limites Maximales de Résidus
- LQ: Limite de Quantification
- MRC : Matériau de Référence Certifié
- MRE : Matériau de Référence Externe
- MRI : Matériau de Référence Interne
- SAA : Spectrométrie d'Absorption Atomique
- SI : Système International d'unités

Définition de l'encart :

Pistes de réflexion

Certains paragraphes du présent document sont accompagnés de questions pratiques ou pistes de réflexion pour aider le laboratoire dans sa démarche de mise en œuvre des exigences d'accréditation, en s'appuyant notamment sur une approche basée sur l'analyse de risques.

Ces pistes ne sont pas exhaustives, elles sont données à titre informatif pour guider les laboratoires afin de se mettre en conformité vis-à-vis de l'ensemble des exigences du référentiel.

3. DOMAINE D'APPLICATION

Ce guide technique d'accréditation s'adresse aux :

- laboratoires d'essais accrédités ou candidats à l'accréditation selon la norme NF EN ISO/IEC 17025 pour le domaine cité en objet;
- évaluateurs du Cofrac, pour lesquels il constitue une base d'harmonisation pour l'évaluation ;
- membres des instances décisionnelles du Cofrac : Comité de Section Laboratoires, Commission d'Accréditation Biologie Agro – Alimentaire, Structure permanente ;
- clients des laboratoires d'essais accrédités sur ce domaine ;
- instances officielles concernées par ce domaine.

LAB GTA 45 – Révision 02 4/17

4. MODALITES D'APPLICATION

Ce document est applicable à compter du 1er janvier 2022.

Ce document contient à la fois des exigences et des recommandations.

Le terme « **doit** » est utilisé pour exprimer une exigence. Les exigences correspondent à la retranscription des exigences de la norme d'accréditation, du prescripteur ou de la réglementation, ou relèvent des règles d'évaluation et d'accréditation du Cofrac. Ainsi, dès lors que le texte reprend des exigences, elles sont surlignées en gris.

5. MODIFICATIONS APPORTEES A L'EDITION PRECEDENTE

Du fait de la refonte du document et par souci de lisibilité, les modifications n'y sont pas reperées. Les principaux changements concernent :

- l'alignement du contenu de ce guide aux exigences de la nouvelle version 2017 de la norme NF EN ISO/IEC 17025 ;
- la reformulation des recommandations en pistes de réflexion ;
- la mise à jour des références du document ;
- la suppression des exemples d'expression de portées d'accreditation décrits dans le document LAB REF 08.

6. EXPRESSION DES PORTEES

La portée d'accréditation demandée est définie par le laboratoire suivant les principes du document LAB REF 08.

Pour établir sa portée, le laboratoire se reportera aux annexes I et II qui listent les matrices et les principes de méthode.

7. GUIDE DE LECTURE DES EXIGENCES NORMATIVES ET RECOMMANDATIONS

7.1. Personnel

NF EN ISO/IEC 17025 § 6.2 LAB REF 02

Le laboratoire doit disposer de personnel compétent pour exécuter les essais dans le cadre des analyses d'éléments traces métalliques et minéraux et leur espèces chimiques dans les denrées alimentaires.

Pistes de réflexion

Quels sont les moyens mis en œuvre par le laboratoire pour autoriser son personnel à exécuter des tâches spécifiques ?

- les essais en double ;
- la supervision ;
- l'utilisation de matériaux de référence, d'échantillons dopés ;

LAB GTA 45 – Révision 02 5/17



Analyses d'éléments traces métalliques et minéraux et leurs espèces chimiques dans les denrées alimentaires destinées à l'homme ou aux animaux

la formation externe.

Quelles sont les tâches pour lesquelles une compétence particulière est requise ?

- le retraitement des données ;
- la validation de méthode.

Quelles sont les particularités prises en compte dans le processus d'habilitation du personnel ?

- la diversité des techniques analytiques ;
- les spécificités des différentes techniques d'analyse : analyse mono et multi-élémentaires, analyse de spéciation, gestion des interférences, etc.;
- le niveau de flexibilité de la portée d'accréditation.

Il n'est pas imposé d'habiliter une personne pour l'ensemble d'une méthode, l'habilitation peut être prononcé pour une ou certaines étapes d'une méthode (exemple : étape d'extraction minéralisation, analyse, retraitement des données, ...).

7.2. Installations et conditions ambiantes

NF EN ISO/IEC 17025 § 6.3

La disposition des locaux et l'organisation des flux doivent permettre d'éviter toutes les contaminations croisées.

Pistes de réflexion

Pour maitriser les risques de contaminations croisées des échantillons et des standards analytiques liés à l'organisation des flux, le laboratoire tient-il compte des éléments suivants ?

- l'organisation des zones affectant les activités de laboratoire :
 - salle de réception et de stockage des échantillons ;
 - salle de préparation des échantillons ;
 - salle de réalisation des analyses ;
 - salle de décontamination et de nettoyage des matériels et laverie.
- la séparation effective, spatiale ou temporelle, entre les zones où sont exercées des activités incompatibles ou pouvant interférer ou influencer les résultats (exemple : cas des analyses autres que les éléments traces métalliques et minéraux réalisées dans la même zone);
- les plans de nettoyage / décontamination ;
- le programme de contrôle des conditions ambiantes (adaptation de la fréquence, formalisation des dispositions relatives à la décontamination en cas de contamination accidentelle, etc.).

LAB GTA 45 – Révision 02 6/17



7.3. Equipements et traçabilité métrologique

NF EN ISO/IEC 17025 § 6.4 et 6.5 LAB REF 02 et GEN REF 10

Les équipements ayant un impact sur les résultats doivent faire l'objet d'un raccordement métrologique conformément aux dispositions décrites dans la norme NF EN ISO/IEC 17025.

La vérification des appareils listés ci-dessous (liste non exhaustive) peut se faire par l'utilisation de matériaux de référence (MRC, MRE, MRI, supplémentation) :

- · système de minéralisation,
- équipements de chromatographie (liquide ou gazeuse),
- spectrométrie d'absorption atomique (SAA),
- spectrométrie d'émission atomique (ICP),
- système de dilution automatique.

La performance de l'équipement complet est contrôlée, au moins, avant et après chaque série de mesures d'échantillons selon un protocole défini.

Par ailleurs, le laboratoire suit certaines préconisations pour :

- <u>Les unités de minéralisation multiposte</u>: elles sont vérifiées en chaque point lors de la mise en service puis à des fréquences définies via le suivi de la fiabilité de la minéralisation. Cette dernière peut se vérifier par rapport à des matériaux de référence (MRC, MRE, MRI ou supplémentation) en alternant la position du témoin de façon à tester l'ensemble des postes sur une période donnée.
- <u>Les instruments volumétriques à piston (micropipettes)</u>: un certificat d'étalonnage avec logotype Cofrac (ou de tout autre organisme signataire des accords de reconnaissance multilatéraux d'EA Etalonnage) permet d'assurer un raccordement au SI. Un raccordement interne au SI par pesée suivant une procédure détaillée est possible. De plus, une vérification régulière de ce matériel est fortement recommandée (fréquence à déterminer en fonction du niveau de risque établi au regard de son utilisation).
- <u>La verrerie jaugée de classe A (fioles, pipettes)</u>: un contrôle métrologique n'est pas nécessaire mais peut être envisage en cas de dérive analytique.
- Les tubes de minéralisation en polypropylène (ou autre matériel équivalent): s'ils sont utilisés à la place de fioles jaugées, le volume de ces tubes sera vérifié périodiquement par le laboratoire. Si cette vérification n'est pas réalisée à chaque lot, le laboratoire justifiera de la fiabilité des produits utilisés (par exemple, vérification initiale sur au moins 10 lots et contrôle au moins une fois par an).
- Les enceintes thermostatiques: le contrôle de la température des enceintes de stockage des échantillons, des étalons et des consommables est nécessaire. Même si l'enregistrement en continu des températures reste une solution optimale, la stratégie consistant en un suivi mini/maxi peut toutefois être considérée comme adaptée. Chaque laboratoire définit la criticité des produits contenus dans ses enceintes et adapte les contrôles à mettre en place pour assurer la qualité des résultats. Dans tous les cas, le dispositif de mesure de température utilisé pour le suivi est à raccorder au SI.
- <u>Les balances</u>: le guide technique d'accréditation LAB GTA 95 « Etalonnage d'instruments de pesage à fonctionnement non-automatique » précise des recommandations de bonnes pratiques relatives à l'étalonnage des instruments de pesage à fonctionnement non automatique. Ce document peut servir de guide aux laboratoires pour mettre en place une procédure adaptée à leur utilisation.

LAB GTA 45 – Révision 02 7/17

7.4. Produits et services fournis par des prestataires externes

NF EN ISO/IEC 17025 § 6.6 LAB REF 02

Les solutions de standards analytiques font l'objet avant toute utilisation, d'une vérification selon une procédure définie.

La réalisation d'un blanc de minéralisation ou d'extraction à chaque série analytique avec un niveau de contamination aussi bas que possible est recommandée.

Pistes de réflexion

Pour définir et argumenter la fréquence de contrôle des consommables et réactifs avant utilisation, le laboratoire peut s'appuyer sur une analyse de risque en s'interrogeant sur :

- l'historique des fournisseurs ;
- la conformité des certificats aux exigences établies par l'organisme (cas des solutions de standard analytiques, etc.);
- les dispositions relatives aux contrôles internes.

7.5. Revue des demandes, appels d'offres et contrats

NF EN ISO/IEC 17025 § 7.1 LAB REF 02

Les modalités des calculs liées à l'expression des résultats sont précisées avec le client lors de la revue de contrat.

Si les teneurs en matière sèche entrent dans le calcul des résultats analytiques et que leur protocole de détermination n'est pas inclus dans la méthode, ces paramètres doivent être réalisés sous accréditation pour que le résultat final soit couvert par l'accréditation et le client en est informé.

Les calculs sont évalués comme étant une compétence à exploiter des résultats au même titre que des avis et interprétations (Cf. \$7.8.7 LAB REF 02). Ils sont rendus sous couvert de l'accréditation si toutes les déterminations intermédiaires entrant dans ce calcul sont couvertes par l'accréditation (exemples: chlorure de sodium, oxyde de zinc, ...).

LAB GTA 45 - Révision 02 8/17

İŦ

7.6. Sélection, vérification et validation des méthodes

NF EN ISO/IEC 17025 § 7.2 LAB REF 02 LAB REF 08

7.6.1. Vérification des méthodes reconnues

La **vérification** de méthode consiste à s'assurer de la capacité du laboratoire à appliquer la méthode retenue avant de la mettre en œuvre.

Pistes de réflexion

Le laboratoire possède-t-il une procédure de vérification de la mise en œuvre d'une méthode? Le laboratoire a-t-il identifié les critères de performances associés à la méthode (réglementaire, client, etc.)?

Quels sont les moyens mis en œuvre pour les atteindre ?

- la linéarité (excepté si le domaine d'étalonnage est précisé dans la méthode reconnue);
- la limite de détection (LD);
- la limite de quantification (LQ);
- les données de fidélité (répétabilité et reproductibilité) «
- les données de justesse (exemple : essais d'aptitude, MRC, MRE, MRI) ;
- l'évaluation de l'incertitude de mesure.

7.6.2. Validation des méthodes non reconnues

NF EN ISO/IEC 17025 § 7.2 LAB REF 02 LAB REF 08

Pour toute méthode reconnue ayant fait l'objet d'une adaptation et toute méthode développée en interne, le laboratoire deit être à même de présenter à l'appui un dossier de validation conformément aux exigences de la norme NF EN ISO/IEC 17025 et du document LAB REF 08.

Pistes de réflexion

Le laboratoire possède-t-il une procédure relative à la conception et la validation des méthodes ? Le laboratoire a-t-il défini les critères de performances de la méthode revendiquée (réglementaire, client, etc.) ?

Quels sont les moyens mis en œuvre pour les atteindre ?

- la linéarité;
- la limite de détection (LD);
- la limite de quantification (LQ);
- les données de fidélité (répétabilité et reproductibilité);
- les données de justesse (exemple : essais d'aptitude, MRC, MRE, MRI) ;

• la spécificité (maitrise des interférence et/ou des effets matrices) :

LAB GTA 45 – Révision 02 9/17



l'évaluation de l'incertitude de mesure.

Le laboratoire a-t-il précisé le(s) isotope(s) considéré(s) pour la mesure et le calcul de concentration ainsi que le(s)étalon(s) interne(s) associé(s), le cas échéant.

Recommandations à suivre dans le cadre de vérification / validation de 7.6.3. méthode

Afin de limiter les travaux de validation / vérification, les principaux objets soumis à analyse ont été regroupés en fonction de leurs spécificités analytiques. Une liste des groupes de matrices retenus est donnée en Annexe I.

Dans le dossier de vérification / validation, le laboratoire justifie ces choix de matrices représentatives de son domaine d'application selon le principe défini ci-dessous.

Pour vérifier / valider une méthode, le bon fonctionnement du processus analytique est démontré sur au moins 3 matrices d'une même famille si une seule famille est couverte.

Si plusieurs familles sont couvertes, le processus analytique est démontré sur au moins 5 matrices de familles différentes pour couvrir le domaine d'application.

Par ailleurs, les autres familles ou matrices non couvertes par la vérification validation de la méthode feront l'objet d'une étude de spécificité au niveau de la LQ (afin de vérifier la LQ si possible dans la matrice concernée) et à un niveau supérieur du domaine de linéarité ou par l'exploitation de données interlaboratoires (EIL avec un Zscore ≤ 121).

Dans tous les cas, il appartiendra au laboratoire de s'interroger sur un éventuel effet de matrice pour déterminer le nombre de matrices à tester.

Note 1 : Dans le cas de performances fixées règlementairement, le dossier de vérification / validation comporte les éléments définis dans la réglementation.

Note 2 : La détermination de la limite de quantification suit au moins toutes les étapes du protocole analytique et dans la mesure du possible la limite de quantification est vérifiée sur une matrice réelle et à défaut à partir de l'étude de l'écant type de la moyenne des essais à blanc n ≥ 20 sur différents jours et sur la base de différents étalonnages.

Note 3 : Pour chaque niveau d'ajout, la moyenne des taux de récupération, corrigée des étalons internes, est comprise entre 70% et 130% ou satisfait les critères de performance fixés par la réglementation.

Pour toutes modifications apportées à une méthode sans modification de principe (changement de détecteur, types de préparation et séparation, etc.), une étude d'impact sur les performances de la méthode est réalisée afin de statuer sur la nécessité de revérifier / revalider la méthode.

Vérification / validation des méthodes de spéciation

La validation est effectuée au moins sur trois matrices différentes par famille représentative du domaine d'application du laboratoire (Cf Annexe I).

Dans tous les cas, il appartiendra au laboratoire de s'interroger sur un éventuel effet de matrice pour déterminer le nombre de matrices à tester (si possible à l'aide de matériaux de référence certifiés).

La vérification / validation des trois matrices différentes par famille est réalisée selon les pistes de réflexion des § 7.6.1 et § 7.6.2 de ce guide.

LAB GTA 45 - Révision 02 10/17

7.7. Manutention des objets d'essai

NF EN ISO/IEC 17025 § 7.4

Dans le cas des contrôles officiels, le laboratoire prendra en considération les éventuelles dispositions réglementaires relatives à la taille et la préparation de l'échantillon.

7.7.1. Réception des échantillons

Les conditions de transport et de conservation doivent maintenir l'intégrité de l'échantillon et ne pas porter préjudice aux résultats.

Le laboratoire doit définir des critères d'acceptabilité des échantillons à réception (en particulier la masse d'échantillon, les sources de contamination). Le contrôle de la conformité de l'échantillon à réception vis-à-vis des critères définis par le laboratoire est tracé.

7.7.2. Préparation des échantillons

Des précautions doivent être prises pour éviter la détérioration, la contamination des échantillons lors de leur préparation.

Il convient de veiller à ce que les contaminants à doser ne soient pas adsorbés sur la vaisselle utilisée (vaisselle dédiée ou à usage unique) et de s'assurer de l'absence de contamination croisée.

La totalité de l'échantillon reçu par le laboratoire est utilisée pour la préparation de l'échantillon dans la mesure du possible (masse critique à définir par le laboratoire). Seuls des échantillons bien homogénéisés permettent d'obtenir des résultats reproductibles.

Pour l'évaluation de la conformité d'un échantillon aux limites maximales réglementaires, le laboratoire doit suivre les dispositions prévues dans la règlementation quand celles-ci existent.

Pistes de réflexion

Le laboratoire a-t-il identifié les éléments à prendre en compte pour maitriser les étapes de broyage et d'homogénéisation ?

Exemples d'éléments à considérer :

- le type de matrice
- les modalités de sous-échantillonnage et quantité d'échantillon traité, lorsque ce n'est pas la totalité;
- la technique de broyage et d'homogénéisation retenue ;
- da thérmolabilité des analytes recherchés ;
- le type d'équipement utilisé ;
- la procédure de nettoyage des équipements et vérification de l'efficacité du nettoyage.

7.8. Evaluation de l'incertitude de mesure

NF EN ISO/IEC 17025 § 7.6 LAB REF 02

L'incertitude de mesure doit obligatoirement être évaluée par le laboratoire pour chaque essai de sa portée d'accréditation, en prenant en compte les paramètres d'influence.

LAB GTA 45 – Révision 02 11/17

7.9. Assurer la validité des résultats

NF EN ISO/IEC 17025 § 7.7 LAB REF 02

Tels que précisés dans les chapitres 7.7.1 et 7.7.2 de la norme NF EN ISO/IEC 17025, le laboratoire doit surveiller d'une part, la validité de ses résultats par l'intermédiaire des contrôles « internes » qu'il a mis en place et d'autre part sa performance via des contrôles « externes ».

La mise en œuvre de ces contrôles « internes et externes » doit être planifiée et revue par le laboratoire.

7.9.1. Contrôles qualités internes

La qualité des résultats est assurée par le biais de contrôles qualités internes pour vérifier la dérive instrumentale, la sensibilité, l'étalonnage, la justesse, la stabilité, etc.

Il appartient au laboratoire de définir les critères d'acceptabilité du blanc et leurs exploitations pour l'expression des résultats.

Il convient de démontrer que le système analytique permet d'atteindre les limités de quantification de la méthode à chaque série analytique.

Il convient d'analyser des matériaux de référence (MRC > MRE > MRI) pendant chaque série analytique. La réalisation de cartes de contrôle est à privilégier. Ces matériaux peuvent être utilisés de la LQ à 2-10 LQ et /ou LMR ou tous autres niveaux pertinents.

Le laboratoire s'assure de l'absence d'interférences de façon régulière (exemple : cohérence des résultats entre les isotopes et les longueurs d'onde).

De manière générale, le laboratoire vérifie ses critères de performances initialement établis de façon périodique.

Dans le cadre de contrôles officiels et des analyses dont les critères sont réglementés, s'il existe des performances fixées règlementairement, celles-ci devront être suivies (exemple : Règlement (CE) N°333/2007).

7.9.2. Contrôles qualités externes

Le laboratoire doit participer à des essais d'aptitude pour les paramètres objets de l'accréditation quand de tels circuits existent et sont appropriés. L'exploitation de ces résultats doit être réalisée conformément aux exigences de la NF EN ISO/IEC 17025.

7.10. Rapport sur les résultats

NF EN ISO/IEC 17025 § 7.8 LAB REF 02

Les résultats doivent être exprimés dans les mêmes unités que les teneurs maximales fixées par la réglementation.

Le nombre de chiffres significatifs est défini par le laboratoire sauf si des dispositions réglementaires l'imposent. Il est attendu que le nombre de chiffres significatifs soit en cohérence avec les performances de la méthode.

Pour chaque caractéristique recherchée, lorsque la teneur dans l'échantillon est inférieure à la LQ, la limite de quantification est mentionnée sur le rapport d'essai.

Concernant le taux de récupération, si le laboratoire est amené à reporter son résultat sous forme corrigé, il doit le mentionner dans le rapport d'analyse.

LAB GTA 45 – Révision 02 12/17



8. BIBLIOGRAPHIE

La liste ci-dessous est non exhaustive.

Règlement (CE) N° 1881/2006¹ de la Commission du 19 décembre 2006 portant fixation de teneurs maximales pour certains contaminants dans les denrées alimentaires.

Règlement (CE) N° 333/2007¹ de la Commission du 28 mars 2007 portant fixation des modes de prélèvement d'échantillons et des méthodes d'analyse pour le contrôle officiel des teneurs en plomb, en cadmium, en mercure, en étain inorganique, en 3-MCPD et en benzo(a)pyrène dans les denrées alimentaires.

NF EN 13804² : Produits alimentaires – Détermination des éléments et de leurs espèces chimiques – Considération générales et exigences spécifiques.

NF EN 13805²: Produits alimentaires – Dosage des éléments traces – Digestion sous pression.

NF V03-110²: Analyse des produits agricoles et alimentaires – Protocole de caractérisation en vue de la validation d'une méthode d'analyse quantitative par construction du profil d'exactitude.

XP V03-111²: Analyse des produits agricoles et alimentaires – Protocole d'évaluation intralaboratoire d'une méthode alternative d'analyse qualitative par rapport à une méthode de référence.

NF T 90-210²: Qualité de l'eau - Protocole d'évaluation initiale des performances d'une méthode dans un laboratoire.

LAB GTA 45 – Révision 02 13/17

¹ Disponible en version originale française sous eur-lex.europa.eu

² Disponible en version originale française sous www.afnor.org

Ť

9. ANNEXE I: FAMILLES / MATRICES

I-1 ALIMENTATION HUMAINE : familles et matrices représentatives du domaine LAB GTA 45

Familles	Matrices*
Produits céréaliers	Céréale (blé, maïs,) Légumineuse et légume à cosse Produit de mouture (farine, semoule,) Pain Biscuit Barre céréale Pâtisserie Viennoiserie (et autres à définir)
Produits gras	Graine oléagineuse Fruit à coque Huile et graisse Margarine Matière grasse allégée Mayonnaise Vinaigrette (et autres à définir)
Ovoproduits	Œuf et dérivé (et autres à définir)
Produits laitiers	Lait liquide Poudre de lait Beurre et crème Lait fermenté et yaourt Fromage et fromage fondu Lactosérum et caséine (et autres à définir)
Produits carnes	Viande Abats Charcuterie et salaison (et autres à définir)
Produits de la pêche	Poisson Crustacé Mollusque, Céphalopode (et autres à définir)
Fruits et légumes	Fruit séché Fruit frais Légume sec Légume frais Produit dérivé des fruits et des légumes (compote, soupe, purée,) (et autres à définir)

LAB GTA 45 – Révision 02 14/17

Familles	Matrices*
Produits sucrés et édulcorés	Sucre Edulcorant Confiserie Confiture et gelée Chocolat Miel Mélasse Vinasse (et autres à définir)
Boissons non alcoolisées	Jus de fruit Jus de légume Sirop et concentré Soda Café Thé (et autres à définir)
Boissons alcoolisées	Vin Spiritueux Bière Cidre (et autres à définir)
Epices et condiments Plantes aromatiques et médicinales	Poivre Sel Piment Safran Moutarde Café Thé Infusion (et autres à définir)
Aliments diététiques Aliments de régime Alimentation particulière	Substitut de repas Poudre hyperprotéinée Complément alimentaire (et autres à définir)
Aliments composés	Plat cuisiné Sandwich Pizza (et autres à définir)
Alimentation infantile	Compote bébé, Petit pot bébé, Lait 1 ^{er} à 3 ^{ème} âge (et autres à définir)

^{*} Liste non exhaustive

LAB GTA 45 – Révision 02 15/17

Ė

I-2 ALIMENTATION ANIMALE : familles et matrices représentatives du domaine LAB GTA 45

Familles	Matrices*
Matières premières	Produit céréalier Produit oléagineux (graine et tourteaux,) Produit oléoprotéagineux Tubercule Fourrage Ensilage Corps gras Farine animale Mélasse (et autres à définir)
Prémélanges	Support minéral (minéraux, vitamine, médicament,) Support végétal (minéraux, vitamine, médicament,) (et autres à définir)
Aliments composés complets ou complémentaires	Aliment bovin Aliment ovin Aliment porc Aliment d'allaitement Aliment volaille Aliment poisson Aliment animaux de compagnie (et autres à définir)

^{*} Liste non exhaustive

I-3 PRODUITS COSMETIQUES ET D'HYGIENE: familles et matrices représentatives du domaine LAB GTA 45

Familles	Matrices*
Produits cosmétiques et produits d'hygiène	Crème Poudre Vernis Sel de bain (et autres à définir)

^{*} Liste non exhaustive

I-4 VEGETAUX : familles et matrices représentatives du domaine LAB GTA 45

Familles	Matrices*
Végétaux	Arbre Herbe Grain Tige Feuilles (et autres à définir)

^{*} Liste non exhaustive

LAB GTA 45 – Révision 02 16/17



10. ANNEXE II: PRINCIPES DES METHODES

Préparation*	Détection et quantification*
Voie sèche	Spectrométrie d'absorption atomique - Flamme (SAA - Flamme)
Voie humide par système ouvert	Spectrométrie d'absorption atomique - Four graphite (SAA - Four graphite ou SAA - Electrothermique)
Voie humide par micro-ondes sous pression	Spectrométrie d'absorption atomique - Vapeurs froides (SAA - Vapeurs froides)
Extraction solide / liquide à froid	Spectrométrie d'absorption atomique - Hydrures (SAA - Hydrures)
Extraction liquide / liquide	Analyseur de mercure direct (SAA)
	Plasma à couplage inductif couplé à la spectrométrie d'émission atomique ou optique (ICP-AES ou ICP-OES)
	Plasma à couplage inductif couplé à la spectrométrie de masse (ICP-MS)
	Chromatographie liquide couplée à un ICP-MS (LC-ICP-MS)
	Chromatographie gazeuse couplée à un ICP-MS (GC-ICP-MS)
	Spectromètrie de Fluorescence X
	Spectrométrie de fluorescence atomique
	Potentiométrie (Electrode spécifique)
* Liste non exhaustive	

^{*} Liste non exhaustive

LAB GTA 45 - Révision 02 17/17