



SERVICES APTILAB

PROTOCOLE DU PROGRAMME D'ESSAIS D'APTITUDE

Services Aptilab*

555, boul. Des Anciens Combattants,
Sainte-Anne-De-Bellevue, QC H9X 3R4

Téléphone : 514-459-3030

Courriel : contact@aptilab.ca

Site web: www.aptilab.ca

* Les services sont rendus par Valacta s.e.c., opérant sous Lactanet.

Aptilab Protocole général

Enregistrement des versions et des modifications

| Version | Date d'activation | DÉTAILS | Autorisé par |
|---------|-------------------|---|--------------------|
| 1 | 2023-01-01 | Création d'un document de protocole général qui donne une vue d'ensemble des politiques et des directives d'Aptilab en matière d'essais d'aptitude, conformément aux exigences de la norme ISO/IEC 17043. | E. Tan |
| 2 | 2023-01-15 | Modification de l'équipe d'organisation. Modification de la fréquence de participation. Mise à jour du nombre de résultats autorisés et mise à jour de la liste des méthodes des valeurs attribuées. | E. Tan |
| 3 | 2023-03-08 | 2.2 : Ajustement de l'information pour le nombre de participants 2.5 : Note sur la demande des autorités 4.1 : Mise à jour sur le calendrier des rapports. 4.5 : Mise à jour sur l'évaluation des valeurs assignées. Précision sur le logiciel ProLAB PLUS et du département d'Assurance Qualité | E. Tan |
| 4 | 2023-11-20 | 3.5 : Ajout d'une liste de sources potentielles d'erreurs 4.3 : Ajout d'information relative aux résidus d'antibiotiques. 5.2 : Ajout d'information relative à l'interprétation de données lors d'un nombre insuffisant de participants. 5.5 : Retrait de QMQ-023 et QMQ-024. Mise à jour des informations des méthodes de référence. 5.8 : Ajout d'information relative à l'interprétation de résultats sans score z | PL. Filiatrault |
| 5 | 2024-11-18 | 3.3 Modification du terme "homogénéité et stabilité" par "intégrité" | PL. Filiatrault |

Notes:

Le présent document a été traduit, la version anglaise demeure la version définitive.

TABLE DES MATIÈRES

| | | |
|----------|--|-----------|
| 1 | INTRODUCTION | 4 |
| 1.1 | Organisateurs | 4 |
| 1.2 | Essais d'aptitude : Portée et objectif..... | 4 |
| 1.3 | Normes de qualité..... | 4 |
| 2 | ORGANISATION DU SYSTÈME..... | 5 |
| 2.1 | Coordination et responsabilités du système..... | 5 |
| 2.2 | Souscription à un programme de test d'aptitudes | 5 |
| 2.3 | Fréquence de participation | 5 |
| 2.4 | Coût de participation..... | 6 |
| 2.5 | Confidentialité..... | 6 |
| 2.6 | Essais et nouveaux produits | 6 |
| 3 | MATÉRIEL D'ESSAI..... | 6 |
| 3.1 | Préparation des matériaux d'essai | 6 |
| 3.3 | Produits non-conformes | 7 |
| 3.4 | Emballage et transport..... | 7 |
| 3.5 | Principales sources potentielles d'erreurs | 7 |
| 4 | LA COMMUNICATION DES RÉSULTATS | 8 |
| 4.1 | Délais de soumission | 8 |
| 4.2 | Choix de la méthodologie | 8 |
| 4.3 | Communiquer vos résultats | 8 |
| 4.4 | Nombre de résultats autorisés | 9 |
| 4.5 | Collusion et falsification des résultats..... | 9 |
| 5 | ANALYSE DES DONNÉES ET ÉVALUATION DES PERFORMANCES..... | 9 |
| 5.1 | Approches de l'analyse des données | 9 |
| 5.2 | Schémas qualitatifs | 9 |
| 5.3 | Régimes quantitatifs | 10 |
| 5.4 | Définition des valeurs assignées | 10 |
| 5.5 | Méthodes pour les valeurs de références..... | 10 |
| 5.6 | Calcul des <i>scores z</i> | 10 |
| 5.7 | Écart-type pour l'évaluation des compétences (SDPA) | 11 |
| 5.8 | Interprétation des résultats..... | 11 |
| 5.9 | Analyse des tendances | 11 |
| 6 | L'INFORMATION DISTRIBUÉE AUX PARTICIPANTS | 11 |
| 6.1 | Rapports..... | 11 |
| 6.2 | Informations sur le renouvellement | 12 |
| 6.3 | Conseils et commentaires | 12 |
| | ANNEXE I - Schéma de fonctionnement du régime..... | 13 |
| | ANNEXE II - Procédure de calcul robuste des statistiques..... | 14 |
| | ANNEXE III - Procédure générale et critères d'évaluation pour un contrôle d'homogénéité | 16 |
| | ANNEXE IV - Incertitude standard estimée de la valeur attribuée..... | 17 |
| | ANNEXE V - Références et sources d'information | 18 |

1 INTRODUCTION

1.1 Organismes

Ce test d'aptitude (EA) est organisé par l'équipe du laboratoire de référence Lactanet - Valacta, dirigée par :

- Josée Bordeleau : Directrice nationale des laboratoires
- Jean-Philippe Angers : Gestionnaire de laboratoire en charge du programme Aptilab et du site web Aptilab Hub.
- Christa Deacon : Chef d'équipe en charge des commandes des clients, de la production des kits, de l'expédition et de la facturation.

En collaboration avec le département de l'assurance qualité :

- Elyna Tan : Directrice assurance qualité et amélioration continue
- Pierre-Luc Filiatrault : Responsable qualité en charge du logiciel ProLab, de la saisie des données, de l'analyse des résultats et de l'émission des rapports et certificats d'analyse.

1.2 Essais d'aptitude : Portée et objectif

Les essais d'aptitude (EA) sont définis comme l'évaluation des performances des participants par rapport à des critères préétablis au moyen de comparaisons inter-laboratoires. L'objectif des essais d'aptitude est de fournir aux laboratoires participants des informations sur leur performances (par exemple : l'exactitude, la répétabilité ou les limites de détection d'une analyse donnée), comme décrit dans la norme ISO/CEI 17025 (2017) "*Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnage et d'essais*"^[1]. En outre, les essais d'aptitude sont essentiels pour démontrer la performance d'un laboratoire à des tiers (par exemple, à des clients, à des organismes d'accréditation ou à d'autres organismes de surveillance).

Les programmes d'essais d'aptitude Aptilab sont composés de divers ensembles d'échantillons d'essai, conçus pour promouvoir l'amélioration de la qualité des mesures dans les analyses chimiques et microbiologiques du lait et des produits laitiers. La participation offre aux laboratoires les moyens d'évaluer la précision de leurs résultats, d'évaluer la comparabilité avec les autres laboratoires laitiers au fil du temps et de fournir des informations sur les questions techniques et les méthodologies.

1.3 Normes de qualité

Les normes internationales qui sont pertinentes pour les essais d'aptitude comprennent l'ISO/CEI 17025 (2017) "*Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*"^[1], ISO/CEI 17043 (2010) "*Évaluation de la conformité - Exigences générales relatives aux essais d'aptitude*"^[2], et ISO 13528 (2015) "*Méthodes statistiques à utiliser dans les essais d'aptitude pour les comparaisons inter laboratoires*"^[3].

Les politiques du système de gestion des essais d'aptitude Aptilab relatives à la qualité sont définies dans un manuel qualité. Lactanet s'engage à l'amélioration continue de la qualité. De plus amples informations concernant notre certification et notre accréditation aux normes internationales de qualité sont disponibles sur le site Web d'Aptilab www.aptilab.ca et sur le site Web du Conseil canadien des normes (CCN) www.scc.ca/fr.

2 ORGANISATION DU SYSTÈME

2.1 Coordination et responsabilités du système

Le fonctionnement général de chaque programme est géré par l'équipe Aptilab et relève de la responsabilité de Lactanet. Cette équipe est responsable du service client ainsi que des fonctions techniques et de diffusion des rapports. Des conseillers externes sont sollicités pour certains programmes afin de fournir l'ensemble des connaissances et de l'expertise nécessaires à un fonctionnement efficace.

La structure typique d'un programme est la suivante :

1. Les participants contactent l'équipe d'Aptilab pour passer une commande.
2. Approvisionnement, préparation, distribution et contrôle de la qualité des trousseaux d'essai.
3. Envoi du matériel de test aux participants.
4. Les participants analysent le matériel de test et communiquent leurs résultats via le site web [d'Aptilab Hub](#), conformément aux instructions, dans les délais impartis.
5. Fermeture de l'entrée des données
6. Les valeurs de référence sont déterminées à l'aide de diverses méthodes de référence spécifiques aux analytes sélectionnés.
7. Une analyse statistique des résultats est effectuée à l'aide d'un logiciel validé et les performances du laboratoire sont évaluées.
8. Les rapports sont compilés et distribués aux participants via le site web [Aptilab Hub](#).
9. Les rondes (ou cycles) sont passées en revue et les exigences pour les rondes suivantes sont identifiées.
10. La planification du prochain cycle est lancée.

Les rapports sont publiés dès que possible après la clôture du cycle. Le délai entre la date de clôture et la publication du rapport final varie d'un programme à l'autre. Un organigramme montrant le déroulement typique d'un cycle de test d'aptitude est fourni à l'annexe I.

2.2 Souscription à un programme de test d'aptitudes

Un formulaire d'inscription est disponible pour tous les programmes, avec des informations sur les termes et conditions, les dates de distribution, le format et la disponibilité du matériel de test.

Pour s'inscrire à un programme, les participants doivent remplir le formulaire d'inscription, en indiquant les matériels de test qu'ils souhaitent recevoir. Notre objectif est d'avoir un minimum de 6 participants. Si le minimum de 6 participants n'a pu être atteint, les valeurs attribuées seront utilisées pour la comparaison basé sur le fait que la méthodologie statistique du *score z* n'est pas applicable. Les abonnés peuvent participer à plus d'un essai d'aptitude pour un même programme. Chaque ensemble d'échantillons sera traité comme une participation distincte. Les participants seront informés en cas de modification de la disponibilité du matériel d'essai au cours de l'année du programme.

2.3 Fréquence de participation

Des tiers, tels que les organismes de réglementation et les organismes d'accréditation, peuvent recommander des niveaux minimaux de participation. Pour être conforme à l'accréditation ISO 17025, la participation à tous les cycles est obligatoire et non modifiable.

2.4 Coût de participation

Les coûts de participation sont revus annuellement par Aptilab. Les prix en vigueur pour chaque programme sont indiqués sur le formulaire d'inscription ou sur la liste de prix correspondante. Les conditions de paiement sont détaillées sur le formulaire d'inscription. Le non-paiement ou le retard de paiement peut entraîner la rétention du matériel d'essai et/ou des rapports.

2.5 Confidentialité

Pour garantir la confidentialité, les participants à tous les programmes se voient attribuer un numéro de référence de laboratoire unique. Ce numéro facilite la communication des résultats sans divulguer l'identité des laboratoires participants. Dans le cas où l'anonymat est suspecté d'avoir été violé, le laboratoire participant peut demander que le numéro de référence du laboratoire soit modifié. Le traitement de cette demande est soumis à la discrétion de d'Aptilab. Pour certains tests, les participants peuvent accepter que leur identité soit communiquée à d'autres personnes, mais cela ne se fera qu'avec la pleine connaissance et l'autorisation du participant.

Dans des circonstances exceptionnelles, lorsqu'une autorité réglementaire exige que les résultats des essais d'aptitude soient directement fournis à l'autorité par le fournisseur d'essais d'aptitude, les participants concernés doivent être informés de cette action par écrit. Sinon, les résultats des essais d'aptitude peuvent être fournis à la partie prenante ou à l'autorité concernée par les participants eux-mêmes.

2.6 Essais et nouveaux produits

Aptilab s'efforce d'améliorer continuellement ses programmes actuels et d'introduire de nouveaux programmes/matériels d'essai/paramètres d'essai lorsque cela est nécessaire. Avant d'être officiellement proposés dans un programme, les nouveaux produits peuvent être introduits à titre d'essai. Si tel est le cas, les participants à l'essai en seront informés.

3 MATÉRIEL D'ESSAI

3.1 Préparation des matériaux d'essai

Les matériaux d'essai sont préparés au sein du laboratoire Lactanet et ont été soigneusement conçus et testés pour répondre à la norme ISO 17043 (2010). Les matériaux d'essai seront aussi similaires que possible aux échantillons testés régulièrement par les laboratoires participants. Cependant, dans certains cas, afin d'atteindre le degré d'homogénéité et de stabilité requis, les matériaux d'essai peuvent se présenter sous la forme d'échantillons simulés ou de solutions de dopage concentrées. La gamme de matériaux d'essai varie généralement d'un tour à l'autre afin de fournir des tests plus réalistes et plus stimulants.

3.2 Contrôle de la qualité

Les facteurs utilisés pour déterminer les essais de contrôle de la qualité requis pour chaque type de matériau d'essai comprennent le degré d'homogénéité naturelle, la stabilité du matériau d'essai et l'utilisation du contrôle du processus pendant la production. L'évaluation de l'homogénéité est effectuée sur la base d'une procédure décrite dans la norme ISO 13528 (2015) "*Méthodes statistiques à utiliser dans les essais d'aptitude pour comparaison inter laboratoire*"^[3], le cas échéant. D'autres détails concernant les essais d'homogénéité sont inclus dans les descriptions et/ou les rapports du programme.

Le test d'homogénéité peut ne pas être effectué lorsqu'il a été prouvé que le processus fournit des échantillons homogènes. Dans ces cas, les résultats des participants sont utilisés pour

évaluer l'homogénéité des échantillons et tout problème sera traité comme décrit ci-dessous pour les produits non conformes.

3.3 Produits non-conformes

Si l'intégrité des matériaux de test sont jugées inacceptables, les matériaux de test seront retirés avant leur distribution aux participants. Il peut arriver que des problèmes liés aux matériaux de test ne soient identifiés qu'après leur distribution. Dans ce cas, ils seront pris en considération lors de l'évaluation des résultats du participant et pourront donner lieu à la communication des scores de performance à titre d'information uniquement, ou à la fourniture de matériel de test de remplacement. Dans ces cas, tous les détails seront fournis aux participants.

3.4 Emballage et transport

Les matériaux d'essai sont expédiés dans un emballage approprié, dans des conditions définies, destinées à maintenir l'intégrité des matériaux d'essai pendant le transport. Une fois livrés, Aptilab ne peut être tenu responsable s'ils ne parviennent pas au personnel concerné ou s'ils ne sont pas stockés dans les conditions recommandées.

Les participants sont invités à vérifier le contenu de l'emballage dès sa réception et à contacter Aptilab sans délai à l'adresse contact@aptilab.ca en cas de problème avec la documentation d'accompagnement ou l'état du matériel d'essai (flacons endommagés, lait et/ou fromage avarié, etc.). Dans la mesure du possible, Aptilab remplacera tout matériel d'essai défectueux. Dans le cas d'un colis mal manipulé ou d'une négligence, les frais d'expédition du kit de remplacement seront facturés au participant.

Si des colis sont reçus endommagés, des preuves photographiques doivent être fournies pour faciliter le processus d'enquête. Un remboursement ou un crédit peut être accordé au participant si l'enquête montre que Aptilab était en faute. Le rapport d'enquête émis par Aptilab peut être partagé avec le demandeur sur demande. De plus amples informations seront spécifiées sur le formulaire d'instruction qui est fourni avec l'envoi.

3.5 Principales sources potentielles d'erreurs

Aptilab a identifié différentes sources potentielles de risques pouvant affecter ses services et a développé un plan de contingence pour pallier les impacts possibles de manquements à ses activités sur les participants.

Ci-dessous, une liste non-exhaustive :

- Le fournisseur d'essais d'aptitude ne peut pas assurer l'impartialité.
 - o Lactanet-Valacta, ni aucun de ses employés au laboratoire, n'est associé directement avec la vente ou la promotion de lait cru. Des ententes d'impartialités sont requises pour tous les employés travaillant sur ou en lien avec les Services Aptilab. Des situations plus spécifiques peuvent être investiguées par un 3^e groupe impartial (AQ, RH).
- Le fournisseur d'essais d'aptitude ne peut pas assurer la confidentialité.
 - o L'information relative aux participants, à la préparation des échantillons, à la documentation d'envoi ou encore aux inscriptions est limitée à un personnel spécifique. Les accès physiques et électroniques sont limités au personnel autorisé uniquement.
- Le fournisseur d'essais d'aptitude ne prend pas de précautions raisonnables pour prévenir la collusion ou la falsification de résultats.
 - o Les Services Aptilab sont séparés sous deux départements distincts. L'organisation, la logistique et les analyses de valeurs assignées sont la

responsabilité de l'équipe du laboratoire de référence. La vérification de l'entrée des données, l'évaluation statistique, la relâche des rapports et des certificats de participation sont gérées par l'équipe d'assurance qualité. Les deux équipes sont sous une administration distincte.

- Les opérations d'Aptilab ne peuvent pas être effectuées au site présent.
 - o Un plan de contingence a été développé pour effectuer la préparation des échantillons dans une localisation distincte. Les valeurs assignées pourront être obtenues via un laboratoire sous-traitant accrédité.
- Bris d'équipement ou d'instruments.
 - o L'utilisation de générateur, de protection contre les surcharges électrique et des batteries de type UPS sont utilisées à travers le laboratoire pour une performance optimale, et ce même sous des conditions de désastre mineur. Plusieurs des appareils utilisés ont des redondances.
- Échec de livraison des trousse par le transporteur ou encore conditions des trousse inadéquates lors de la réception.
 - o Des trousse additionnelles sont préparées pour assurer le remplacement de trousse endommagées ou manquantes. Des transporteurs alternatifs peuvent être utilisés dans des cas spécifiques.

4 LA COMMUNICATION DES RÉSULTATS

4.1 Délais de soumission

Il est important que les délais de soumission des résultats soient strictement respectés. Pour certains paramètres d'essai, il peut y avoir une ou plusieurs dates spécifiées pour lesquelles il est recommandé de commencer et/ou d'achever l'analyse du matériau d'essai. Les résultats reçus après la date limite ne seront pas inclus dans le rapport. Sauf indication contraire, les rapports peuvent être attendus dans les 3 à 4 semaines suivant la date limite de saisie des données. Le rapport sera toujours disponible pour tous les participants, que leurs résultats aient été soumis ou non.

4.2 Choix de la méthodologie

Les participants doivent utiliser une procédure d'essai ou de mesure techniquement appropriée, de leur choix, qui décrit le mieux la méthode qu'ils utilisent. Il est demandé aux participants de traiter les matériaux d'essai comme des échantillons de routine dans la mesure du possible. Des informations sur la méthode d'essai utilisée seront demandées avec les résultats.

4.3 Communiquer vos résultats

Les résultats sont mis à disposition dans [Aptilab Hub](#) sur le site Web d'Aptilab. Pour certains programmes (ou certaines parties d'un programme), d'autres mécanismes de rapport peuvent être prévus, dont les détails seront envoyés par courriel aux participants avant la réception des échantillons.

Il est recommandé de vérifier soigneusement tous les résultats et calculs avant de les communiquer. Il est de la responsabilité du participant de s'assurer de l'adéquation des résultats soumis. Les résultats doivent être présentés clairement, dans le format et l'unité demandés. Une fois les résultats soumis et reçus, ils ne peuvent plus être modifiés, et aucune modification ne peut être apportée après l'émission du rapport. Les résultats peuvent être arrondis à la hausse ou à la baisse pour les besoins du rapport et peuvent donc différer du résultat initial du participant (le total des pourcentages peut ne pas correspondre exactement à 100 %).

En général, les résultats nuls ne doivent pas être rapportés; les résultats doivent être rapportés en fonction de la limite de détection de la méthode utilisée, par exemple, <10. Les résultats nuls et les résultats tronqués, tels que < ou >, ne peuvent pas être inclus dans l'analyse des données et ne peuvent donc pas se voir attribuer un score de performance numérique. Il existe un petit nombre de paramètres pour lesquels il peut, exceptionnellement, être approprié de rapporter un résultat nul, en fonction de l'échelle de mesure utilisée.

Dans le contexte d'analyse de produits n'ayant pas de valeurs de concentrations directes, des valeurs d'association sont plutôt utilisées. Par exemple, pour l'analyse des résidus d'antibiotiques, une valeur de "1" correspond à un résultat négatif (non détecté) et un résultat de "100" correspond à un résultat positif (détecté).

4.4 Nombre de résultats autorisés

Aptilab limite le nombre de résultats que chaque participant peut rapporter à 2 (doublons) par échantillon, par instrument, afin d'éviter tout biais potentiel dans l'ensemble des données.

4.5 Collusion et falsification des résultats

Certaines mesures ont été intégrées au système afin d'éviter toute collusion entre Aptilab et ses participants. Par exemple, les valeurs attribuées seront déterminées une fois que tous les participants auront soumis leurs résultats. En outre, les valeurs attribuées ne seront rendues publiques avant la publication du rapport et aucun résultat ne sera accepté après la publication du rapport. Le logiciel ProLAB Plus sera utilisé pour effectuer les analyses statistiques et générer les rapports. Le service d'Assurance Qualité veillera à l'exactitude des résultats et garantit qu'il ne participera à aucune collusion. Il est de la responsabilité de chaque participant de se comporter de manière professionnelle en gardant ses résultats confidentiels. Les contrevenants seront avertis, et cet avertissement sera consigné.

5 ANALYSE DES DONNÉES ET ÉVALUATION DES PERFORMANCES

5.1 Approches de l'analyse des données

Aptilab organise des programmes qui peuvent inclure des tests qualitatifs, quantitatifs et semi-quantitatifs. De plus amples informations sur les approches statistiques pour des programmes spécifiques sont également fournies dans les descriptions des programmes (annexe II).

Les avantages de l'utilisation d'un score de performance sont que les résultats peuvent être exprimés sous une forme relativement facile à interpréter et à comprendre et sont résumés sous forme de graphique ou de tableau pour décrire la performance globale, ce qui permet aux participants de comparer directement leur propre résultat avec celui des autres. Si des valeurs statistiques cohérentes sont appliquées, un score de performance permet aux participants de suivre les tendances de leur propre performance dans le temps.

Lors de l'examen des résultats, les participants doivent tenir compte des méthodes utilisées pour analyser les données et évaluer les performances, et doivent examiner leurs performances dans leur contexte, en tenant compte des performances de l'ensemble des données.

5.2 Schémas qualitatifs

Pour les tests qualitatifs, les résultats des participants seront comparés au résultat escompté, également appelé valeur attribuée, sur la base d'une évaluation par des experts. Un résultat identique à la valeur assignée est considéré comme satisfaisant. Cette approche est

également utilisée pour les tests quantitatifs lorsque l'analyte cible est absent et pour les tests semi-quantitatifs où la valeur attribuée peut être une fourchette de résultats. Elle peut aussi être utilisée lorsqu'un nombre de participants minimal n'est pas atteint pour effectuer le calcul de score z adéquat.

5.3 Régimes quantitatifs

Pour les données quantitatives, les participants sont évalués sur la différence entre leur résultat et la valeur assignée (voir 5.4) ; cette différence étant représentée par un score de performance appelé score z ou z' (z prime) (voir également l'annexe II).

5.4 Définition des valeurs assignées

Une valeur assignée est la valeur sélectionnée comme étant la meilleure estimation de la "vraie valeur" pour le paramètre testé. La méthode utilisée pour déterminer la valeur assignée peut varier selon le schéma et le paramètre d'essai, et est détaillée dans la description du schéma concerné, ainsi que les détails de traçabilité dans chaque cas.

Pour les essais quantitatifs, toutes les valeurs assignées sont dérivées conformément à la norme ISO 13528 (2015). Lorsque cela est approprié, réalisable et techniquement faisable, la valeur assignée sera dérivée par formulation (ou occasionnellement en utilisant un matériau de référence certifié) afin de fournir une traçabilité métrologique ; l'incertitude associée de la valeur peut donc être estimée. Toutes les valeurs assignées sont dérivées conformément à la norme ISO 17025 (2017). L'incertitude de la valeur assignée est spécifiée par la méthode analytique correspondante.

5.5 Méthodes pour les valeurs de références

Les valeurs de référence, lorsqu'applicable, sont déterminées sur la base des méthodes suivantes :

- QMR-001: Determination of Fat - Rose Gottlieb Method (modified ISO 1211 and modified ISO 23318)
- QMR-002: Determination of Nitrogen Content by Kjeldahl Method and Calculation of Protein Equivalent (modified ISO 8968-1/IDF 20-1, ISO 8968-4/FIL 20-4, ISO 17997-2/IDF 29-2)
- QMR-003: Determination of Lactose by HPLC (ISO 22662/IDF 198)
- QMR-004: Determination of the solids content or moisture content in milk and dairy products (modified AOAC 990.20 and ISO 6731/IDF 21)
- QMR-045: Determination of b-hydroxybutyric acid in milk by Continuous Flow Analyzer (Skalar 388-301)
- QMR-059: Determination of Urea Content in Milk by Continuous Flow Analyzer (Skalar 612-322)
- ISO 16958 / IDF 231 Milk, milk products, infant formula and adult nutritionals - Determination of fatty acids composition - Capillary gas chromatographic method

5.6 Calcul des scores z

$$\text{score } z = \frac{(x_i - x_{pt})}{\sigma_{pt}}$$

où ; x_i = le résultat rapporté par le participant
 x_{pt} = la valeur assignée
 σ_{pt} = écart-type pour l'évaluation des compétences

Le score z exprime la performance par rapport à une variation acceptable entre les résultats du participant et la valeur assignée. Un score z de 2 représente un résultat qui s'écarte de 2

x σ_{pt} de la valeur assignée.

Les résultats retournés sont arrondis au nombre requis de décimales spécifié dans les descriptions des schémas. Les calculs statistiques sont effectués sur des données non arrondies et affichées comme étant arrondies au nombre requis de décimales dans le rapport.

5.7 Écart-type pour l'évaluation des compétences (SDPA)

La méthode utilisée pour déterminer le SDPA peut varier selon le schéma et le paramètre de test et est dérivée conformément à la norme ISO 13528 (2015). Lorsque le SDPA est déterminé à partir de la dispersion des résultats des participants, des méthodes statistiques robustes sont utilisées pour l'écart-type tel que calculé par notre logiciel. Le cas échéant, la valeur SDPA est indiquée dans la description du programme et/ou le rapport.

5.8 Interprétation des résultats

Pour les résultats qualitatifs et semi-quantitatifs, les laboratoires rapportant le résultat ou la gamme de résultats assignés seront considérés comme corrects, et auront donc une performance satisfaisante.

Pour les examens quantitatifs, l'interprétation suivante est appliquée aux résultats du *score z*.

| | |
|-----------------------|---------------------------|
| $ z \leq 2.000$ | Résultat satisfaisant |
| $2.000 < z < 3.000$ | Résultat discutable |
| $ z \geq 3.000$ | Résultat non satisfaisant |

Pour les analytes qui utilisent une formulation ou une valeur de référence comme valeur assignée, et un ajustement fixe aux fins de la SDPA (voir 5.6), des *scores z* seront fournis. Pour les ensembles de données avec des résultats très limités ou avec une grande dispersion des résultats, les *scores z* peuvent ne pas être fournis.

L'interprétation des résultats sans *scores z* peut être effectuée en faisant la comparaison entre la valeur soumise et la valeur de référence à atteindre. La variabilité acceptée par la méthode d'analyse devient alors l'écart acceptable entre les deux valeurs pour considérer si le résultat est satisfaisant ou non.

5.9 Analyse des tendances

Un seul résultat de test reflète simplement la performance du laboratoire le jour où le test a été effectué, et ne fournit donc que des informations limitées. La participation fréquente à des programmes d'EA au fil du temps peut donner un meilleur aperçu de la performance à long terme et peut aider à identifier l'incidence du biais interne. Il est donc conseillé aux participants de suivre leurs résultats de PT dans le temps. Pour de plus amples informations, consultez le « *Protocole international harmonisé pour les essais d'aptitude des laboratoires de chimie analytique* » de l'UICPA^[4] et l'ISO 13528 (2015).

6 L'INFORMATION DISTRIBUÉE AUX PARTICIPANTS

6.1 Rapports

Les rapports sont disponibles sous forme électronique. Le contenu des rapports varie d'un programme à l'autre mais comprend des détails sur la composition des matériaux d'essai, les valeurs attribuées et des représentations tabulaires et/ou graphiques des résultats et des performances des participants. Aptilab détient les droits d'auteur de tous les rapports, mais les participants sont autorisés à en faire des copies pour leur propre usage interne (à des fins de contrôle de qualité et de réglementation). Aucune autre copie ne peut être faite sans

l'autorisation écrite préalable de Aptilab.

Aptilab ne peut en aucun cas être tenu responsable de tout problème lié aux résultats des essais d'aptitude d'un laboratoire participant, étant donné que ces résultats sont saisis dans Aptilab Hub par le laboratoire participant.

6.2 Informations sur le renouvellement

Les informations relatives au renouvellement sont envoyées aux participants quelques mois avant le début de la nouvelle année du programme. Ces informations fournissent des détails sur les modalités de renouvellement, y compris la disponibilité des échantillons, et les changements par rapport à l'année précédente. Les participants doivent prendre connaissance des informations relatives au programme de la nouvelle année et renvoyer leur commande à Aptilab, via le site web d'Aptilab ou en utilisant le formulaire d'inscription.

6.3 Conseils et commentaires

La communication avec les participants se fera par le biais de la documentation relative au programme d'essais d'aptitudes envoyée par courrier électronique.

Une partie du défi que représente la participation à un programme d'essais d'aptitude consiste à mener des enquêtes et des actions appropriées en réponse à des résultats insatisfaisants ou douteux.

Les commentaires sur tout aspect du programme d'essais d'aptitude sont les bienvenus, par courriel ou par téléphone. Toute plainte fera l'objet d'une enquête approfondie conformément au système de qualité d'Aptilab, afin de déterminer la cause sous-jacente et de décider d'un plan d'action. Les résultats de cette enquête seront communiqués aux participants concernés.

Les personnes suivantes ont la charge de répondre à toutes les questions concernant les programmes d'essais d'aptitude, comme le statut des échantillons, l'expédition, la saisie des données, l'établissement de rapports, etc. :

Jean-Philippe Angers :

Gestionnaire de laboratoire en charge du programme Aptilab et du site web Aptilab Hub.

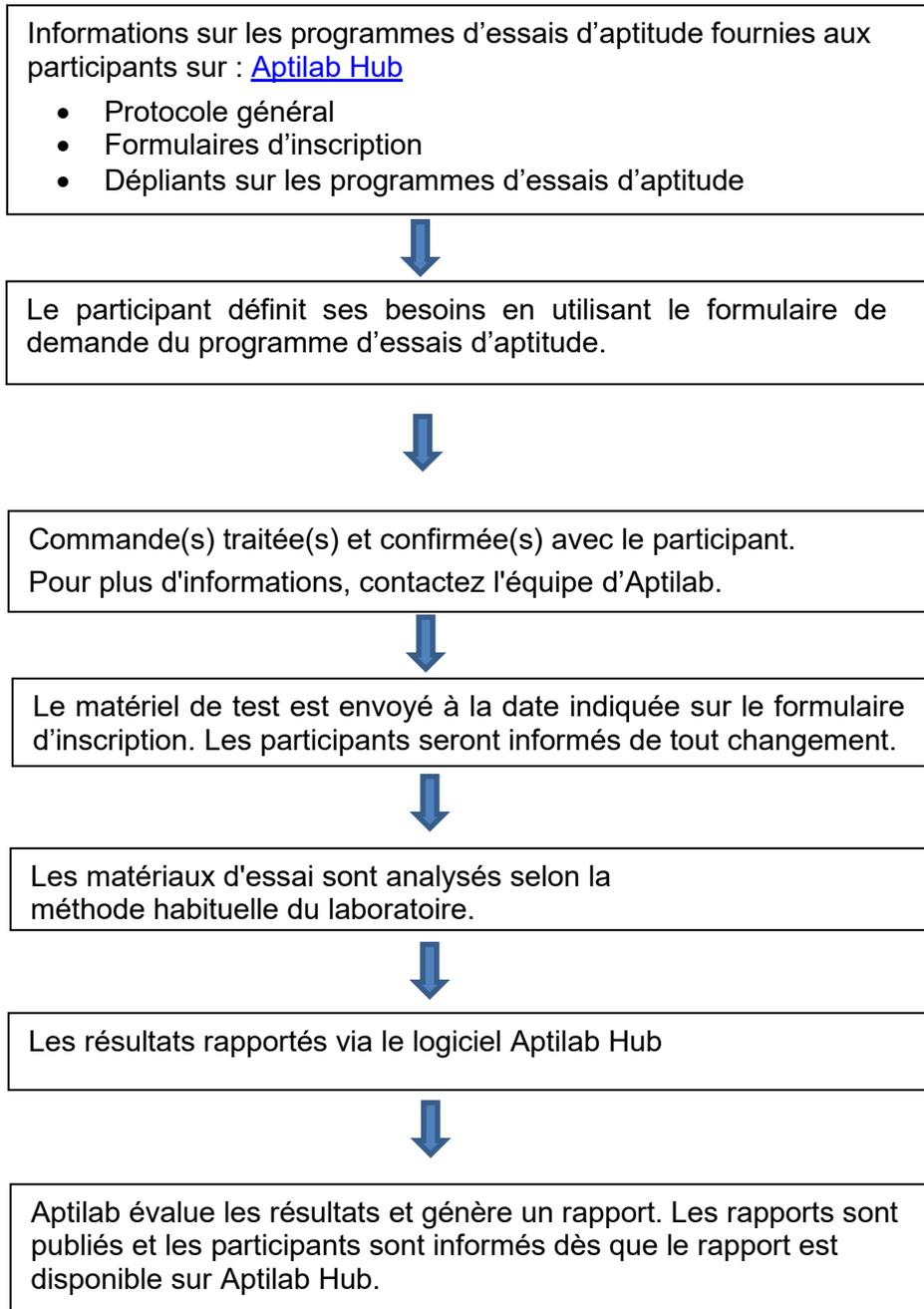
Christa Deacon :

Chef d'équipe chargée des commandes des clients, de la production des kits, de l'expédition et de la facturation.

En utilisant les informations de contact suivantes :

- Courriel : contact@aptilab.ca
- Numéro de téléphone : 514-459-3030 Ext. 7717
- Coordonner les commentaires, les plaintes et les appels de résultats avec vos superviseurs/votre personnel et les soumettre à contact@aptilab.ca.

ANNEXE I - Schéma de fonctionnement du régime



ANNEXE II - Procédure de calcul robuste des statistiques.

Robuste Moyenne (médiane)

La valeur de consensus peut être calculée en utilisant la moyenne robuste de tous les résultats des participants.

Pour les régimes de EA, la moyenne robuste utilisée est la médiane. Lorsqu'il y a un nombre impair de résultats, si les données sont classées par ordre de grandeur (x_1, x_2, \dots, x_n), la médiane est le membre central de la série, c'est-à-dire qu'il y a un nombre égal d'observations plus petites et plus grandes que la médiane. Lorsqu'il y a un nombre pair de résultats, la médiane est la moyenne de la paire de chiffres du milieu de la série. Dans le cas d'une distribution normale, la moyenne et la médiane ont la même valeur. La médiane est plus robuste, en ce sens qu'elle n'est pratiquement pas affectée par les valeurs extrêmes.

Écart-type robuste

Les programmes d'essais d'aptitude où la médiane normalisée des écarts absolus (MADE) par rapport à la médiane de l'échantillon est utilisée comme un écart type robuste.

MAD = médiane $\{ |x_i - X| \}_{i=1,2,\dots,n}$ où n = nombre de résultats

Par exemple :

| | | | | | | | |
|-------------------|-----|-----|-----|------------|-----|-----|-----|
| Données (g) | 5-6 | 5-4 | 5-5 | 5-4 | 5-6 | 5-3 | 5-2 |
| Données ordonnées | 5-2 | 5-3 | 5-4 | 5-4 | 5-5 | 5-6 | 5-6 |

Médiane de l'échantillon = 5,4

| | | | | | | | |
|---------------------|-----|-----|-----|------------|-----|-----|-----|
| $ x_i - X $ | 0-2 | 0-1 | 0-0 | 0-0 | 0-1 | 0-2 | 0-2 |
| Différence ordonnée | 0-0 | 0-0 | 0-1 | 0-1 | 0-2 | 0-2 | 0-2 |

Par conséquent, MAD = 0,1

Le MAD est ensuite mis à l'échelle par un facteur de 1,483 pour le rendre équivalent à une déviation normale (MADE).

Donc MADE = 1,483 x MAD = 0,1483

Si MADE est égal à zéro, SMAD doit être calculé :

SMAD = moyenne $\{ |x_i - X| \}_{i=1,2,\dots,n}$ x 1.2531

L'écart-type robuste peut être utilisé comme l'écart-type pour l'évaluation de la compétence (SDPA) pour le calcul des *z scores*. D'autres méthodes statistiques pour le calcul des estimateurs robustes sont disponibles.

Suppression des erreurs et des méprises

Bien que des estimateurs robustes soient utilisés pour minimiser l'influence des résultats aberrants, les résultats extrêmes ou ceux qui sont manifestement invalides ne doivent pas être inclus dans l'analyse statistique des données. Par exemple, il peut s'agir de résultats causés par des erreurs de calcul ou l'utilisation d'unités incorrectes. Cependant, de tels

Aptilab Protocole général

résultats peuvent être difficiles à identifier par l'organisateur du programme d'essais d'aptitude. Pour cette raison, la moyenne robuste et l'écart-type seront calculés comme ci-dessus, mais les résultats qui sont en dehors de la plage de la valeur assignée $\pm 5 \times \text{SDPA}$ seront exclus, et la moyenne robuste et l'écart-type seront alors recalculés. Ces valeurs recalculées seront utilisées pour l'analyse statistique. Tous les résultats, y compris les résultats exclus, recevront des scores de performance.

ANNEXE III - Procédure générale et critères d'évaluation pour un contrôle d'homogénéité

L'homogénéité des matériaux d'essai est évaluée à l'aide des procédures décrites dans l'annexe B de la norme ISO 13528 (2015)^[3]. Une brève description de la procédure est fournie ci-dessous :

- a) Choisissez une propriété (ou des propriétés) dont l'homogénéité doit être évaluée.
- b) Choisissez un laboratoire pour effectuer le contrôle d'homogénéité et la méthode de mesure à utiliser. La méthode doit avoir un écart-type de répétabilité (s_r) suffisamment faible pour que toute inhomogénéité significative puisse être détectée. Si possible, s_r doit être inférieur à $0,5 \times \sigma_{pt}$ (l'écart-type pour l'évaluation des compétences).
- c) Préparer et emballer les matériaux du test d'aptitude pour un tour du programme en s'assurant qu'il y a suffisamment de matériaux pour les participants et le contrôle d'homogénéité.
- d) Sélectionner un nombre g de matériaux d'essai d'aptitude dans leur emballage final, en utilisant un processus de sélection aléatoire approprié, où $g \geq 10$. Ce nombre peut être réduit si des données appropriées sont disponibles à partir de contrôles d'homogénéité précédents sur des matériaux d'essai d'aptitude similaires préparés par les mêmes procédures.
- e) Préparer $m \geq 2$ portions d'essai de chaque matériel d'essai d'aptitude en utilisant des techniques appropriées pour minimiser les différences entre les portions d'essai.
- f) En prenant les portions de test $g \times m$ dans un ordre aléatoire, obtenir un résultat de mesure sur chacune d'elles, en complétant toute la série de mesures dans des conditions de répétabilité.
- g) Calculez la moyenne générale \bar{x} , l'écart-type intra-échantillon s_w et l'écart-type inter-échantillon ss .
NOTE Lorsqu'il n'est pas possible d'effectuer des mesures répétées, par exemple dans le cas d'essais destructifs, l'écart-type des résultats peut être utilisé comme ss .
- h) Examinez les résultats pour rechercher d'éventuelles tendances dans l'ordre d'analyse ou de production et pour comparer les différences entre les réplicats.
- i) Comparez l'écart-type entre échantillons ss avec l'écart-type pour l'évaluation des compétences σ_{pt} . Les matériaux du test d'aptitude peuvent être considérés comme suffisamment homogènes si $ss \leq 0,3\sigma_{pt}$.
NOTE Lorsque le critère ci-dessus est respecté, l'écart-type entre échantillons contribue à moins de 10% de la variance pour l'évaluation de la performance.
- j) Calculez la variance d'échantillonnage autorisée $\sigma_{allow}^2 = (0,3 \times \sigma_{pt})^2$
- k) Calculez $c = F_1 \sigma_{allow}^2 + F_2 s_w^2$, où s_w est l'écart-type à l'intérieur de l'échantillon et F_1 et F_2 proviennent de tableaux statistiques standard, comme indiqué ci-dessous :

| | | | | | | | | |
|-----------------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| <i>m</i> | 20 | 19 | 18 | 17 | 16 | 15 | 14 | 13 |
| F1 | 1.59 | 1.60 | 1.62 | 1.64 | 1.67 | 1.69 | 1.72 | 1.75 |
| F2 | 0.57 | 0.59 | 0.62 | 0.64 | 0.68 | 0.71 | 0.75 | 0.80 |

| | | | | | | | | |
|-----------------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| <i>m</i> | 12 | 11 | 10 | 9 | 8 | 7 | 6 | 5 |
| F1 | 1.79 | 1.83 | 1.88 | 1.94 | 2.01 | 2.10 | 2.21 | 2.37 |
| F2 | 0.86 | 0.93 | 1.01 | 1.11 | 1.25 | 1.43 | 1.69 | 2.10 |

Si $ss > \sqrt{c}$, il y a lieu de penser que le lot de matériaux d'essais d'aptitude n'est pas suffisamment homogène.

ANNEXE IV - Incertitude standard estimée de la valeur attribuée

La valeur assignée (x_{pt}) a une incertitude standard ($u(x_{pt})$) qui dépend de la méthode utilisée pour dériver la valeur assignée. Lorsque la valeur assignée est déterminée par le consensus des résultats des participants, l'incertitude-type estimée de la valeur assignée peut être calculée par :

$$u(x_{pt}) = 1,25 \times \text{écart type robuste} / \sqrt{n} \text{ (où } n = \text{ nombre de résultats)}$$

Lorsque la valeur assignée est déterminée par formulation, l'incertitude-type est estimée par la combinaison des incertitudes de toutes les sources d'erreur, telles que les mesures gravimétriques et volumétriques.

Si $u(x_{pt})$ est $\leq 0,3 \times \text{SDPA}$, alors l'incertitude de la valeur attribuée peut être considérée comme négligeable et inutile à prendre en compte dans l'interprétation des résultats.

Si $u(x_{pt})$ est $> 0,3 \times \text{SDPA}$, alors l'incertitude de la valeur assignée n'est pas négligeable par rapport à la SDPA et donc les scores z' (z prime), qui incluent l'incertitude de la valeur assignée dans leur calcul, seront rapportés à la place des scores z .

Les scores z' sont calculés comme suit :

$$z' = \frac{(x_i - x_{pt})}{\sqrt{\sigma_{pt}^2 + u(x_{pt})^2}}$$

Où :

x_{pt} = valeur assignée
 x_i = résultat du participant
 σ_{pt} = écart-type pour l'évaluation de la compétence u
 $u(x_{pt})$ = incertitude standard de la valeur assignée x_{pt}

$$\text{SDPA étendu} = \sqrt{\sigma_{pt}^2 + u(x_{pt})^2}$$

La magnitude des scores ' z ' doit être interprétée de la même manière que les scores ' z' '.

L'incertitude standard estimée a été évaluée pour toutes les méthodes concernées de Lactanet accréditées sous ISO/IEC 17025 (2017).

ANNEXE V - Références et sources d'information

- [1] ISO/CEI 17025 (2017) "Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'essais et d'étalonnage".
- [2] ISO/IEC 17043 (2010) "Évaluation de la conformité - Exigences générales pour les essais d'aptitude".
- [3] ISO 13528 (2015) "Méthodes statistiques à utiliser dans les essais d'aptitude par comparaison inter laboratoire".
- [4] M Thompson, S L R Ellison, R Wood, 'International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories', Pure Appl. Chem. 2006, 78, 145-196.