

Qualité et gestion des équipements de mesure et des étalons

Objectifs

Lors de la mise en œuvre de méthodes d'analyse, il est indispensable de garantir la qualité des mesures. En effet, il est nécessaire de pouvoir assurer à tout moment que les résultats sont justement représentatifs de la réalité des échantillons.

Les laboratoires doivent s'assurer que les analyses sont réalisées sur des appareils conformes et que les méthodes donnent des résultats conformes.

Introduction.....	2
Définitions	2
Qualité des équipements	2
Choix des équipements	2
Critères de qualité.....	3
Gestion des équipements.....	3
Mise en service et respect de la conformité.....	4
Mise hors service.....	5
Conditions d'opération des équipements.....	5
Détermination de la fonction d'étalonnage d'un appareil	5
Vérifications et contrôles périodiques.....	5
Gestion des étalons	6
Gestion des valeurs de contrôles	6
Auteurs	7
Historique	7

INTRODUCTION

La mesure des expositions des travailleurs est un réel enjeu pour la prévention du risque chimique. Suite aux prélèvements des échantillons dans les conditions définies par la stratégie de mesurage, la phase d'analyse permet de disposer de la quantification des substances d'intérêts ou simplement de l'information de la présence de substances dans l'atmosphère de travail. A l'heure actuelle, rares sont les substances pour lesquelles les méthodes analytiques permettent de réaliser directement une mesure, il est très souvent nécessaire de passer par une étape de préparation (extraction, désorption, minéralisation,...) avant de pouvoir procéder à la mesure.

Quelques soient les appareils, pour être utilisés, ils doivent donner des mesures les plus justes possibles. Chaque appareil est caractérisé par une étendue sur laquelle il est reconnu précis, juste et fiable. Il convient de définir ces caractéristiques avant de produire des résultats.

Ce document décrit les différentes étapes permettant de garantir la conformité d'un appareil lors de sa mise en service et de son utilisation.

DEFINITIONS

Instrument de mesure : appareil d'analyse permettant de quantifier ou d'identifier des substances, molécules, agents chimiques ou tout paramètre physique ou chimique d'intérêt. Sont également intégrés les dispositifs de métrologie des masses et des températures.

- ◆ Méthode de mesure : ensemble des dispositions mettant en œuvre un ou plusieurs appareils de mesures et permettant de déterminer une valeur quantifiée.
- ◆ Maintenance préventive : ensemble des opérations réalisées sur un appareil en état de marche normale selon une planification définie. Ces opérations ont pour objectif de réduire l'apparition de panne.
- ◆ Maintenance curative : actions engagées sur un appareil ayant un dysfonctionnement. Ces actions ont pour objectif de remettre l'appareil dans des conditions normales d'utilisation.
- ◆ Matériau de référence certifié (MRC) : Matériau accompagné d'un certificat dont les propriétés sont certifiées par une procédure validée avec incertitude à un niveau de confiance connu.
- ◆ Etalonnage : opération qui établit une relation entre les valeurs mesurées et les valeurs des étalons
- ◆ Etalon : matérialisation d'une grandeur donnée dont on connaît la valeur avec une grande exactitude. Peut être un MRC ou issu d'un MRC.

QUALITE DES EQUIPEMENTS

Les appareils analytiques sont donc un des éléments à maîtriser afin de disposer d'un processus de mesure garantissant la qualité des résultats. La maîtrise d'un équipement dont l'utilisation peut avoir une incidence sur la qualité de la mesure, consiste à s'assurer qu'il est en bon état de fonctionnement au moment de son utilisation.

CHOIX DES EQUIPEMENTS

Avant l'utilisation d'un appareil à des fins de mesure, l'utilisateur doit définir précisément le besoin pour lequel il va mettre en œuvre l'appareil. Ce besoin est défini par un domaine d'application (matrice solide ou

gazeuse par exemple), une sensibilité attendue (dosage de traces par exemple) et tout autre critère répondant aux exigences opérationnelles de l'utilisateur : rapidité, encombrement, automatisation, bruit, respect de l'environnement de travail, compatibilité avec un outil informatique, etc.

Ces critères de choix ne doivent pas faire abstraction des performances métrologiques de l'équipement qu'il faut intégrer dans un cahier des charges préalable à tout investissement. Un appareil de qualité ne permet pas de présager de la qualité de l'appareil. En effet, l'appareil retenu doit permettre de disposer de résultats aussi précis, justes et fiables que nécessaire. Cette qualité attendue par l'utilisateur est un pré requis à l'utilisation de l'appareil.

La qualité d'un appareil ne se définit pas uniquement lors de son installation ou lors de sa mise en service. Il est nécessaire de s'assurer que lors de toute analyse ou mesure, quel que soit le moment ou le lieu, un appareil est conforme aux caractéristiques définies par le besoin pour lequel il est utilisé.

Il est conseillé de définir des **critères de réception technique** lors de l'établissement du cahier des charges auprès des fournisseurs. Ces critères sont étroitement liés aux besoins mais devront être vérifiés lors de la mise en service. Par exemple, il peut être utile de fixer la sensibilité à atteindre dans les conditions du laboratoire et sur des échantillons représentatifs de l'activité, pour intégrer les interférents éventuels et les effets de matrice. Il arrive que les performances obtenues lors des tests préliminaires réalisés chez le fabricant, parfois dans des conditions environnementales améliorées, ne soient pas reproductibles dans le laboratoire.

CRITERES DE QUALITE

Les critères de qualité d'un appareil, correspondant pour certains, aux critères de choix, doivent être définis avant la mise en service d'un appareil. Il est possible de noter ces éléments sur un document accompagnant l'appareil, une fiche de vie par exemple, et de préciser la périodicité de la vérification de ces paramètres.

Ces critères ne répondent qu'aux seules exigences de l'utilisateur mais surtout de l'utilisation de l'appareil. L'analyse du besoin est donc primordiale et doit être aussi précise et rigoureuse que possible. Par exemple, l'utilisation d'un équipement pour vérifier la conformité du respect d'une valeur limite d'exposition impose à l'équipement de répondre à des exigences en termes de sensibilité.

Liste non exhaustive de critères de qualité

- ◆ Sensibilité
- ◆ Stabilité
- ◆ Gamme de linéarité
- ◆ Spécificité
- ◆ Précision
- ◆ Encombrement
- ◆ Bruit
- ◆ ...

GESTION DES EQUIPEMENTS

A tout moment dans la vie d'un appareil, les utilisateurs doivent pouvoir disposer des informations garantissant le bon état de fonctionnement et surtout la conformité du dispositif aux besoins. Il est recommandé de tracer l'ensemble des informations (date de mise en service ou de mise hors service, vérifications, contrôles périodique, pannes, réparation...) pertinentes et jugées utiles. Cet ensemble

d'informations est communément appelé « Fiche de vie » et il est conseillé de rendre facilement accessible ces informations. A chaque événement dans la vie d'un appareil, il convient de mettre à jour la fiche de vie.

L'indication de la conformité, par une étiquette par exemple, sur un appareil est un moyen d'identifier clairement son bon état de fonctionnement.

La solution retenue pour la gestion de ses équipements doit répondre aux besoins d'enregistrement, de traçabilité et d'accessibilité des informations. Des solutions informatiques existent et permettent l'enregistrement, le suivi d'un parc analytique et la planification des opérations de maintenance.

Quelle que soit la solution retenue, l'ensemble des documents (physiques ou numériques) doivent être disponibles pour faciliter les maintenances préventives ou curatives : la récurrence de pannes ou d'opérations de maintenances curatives doit alerter l'utilisateur et l'inciter à engager des opérations plus approfondies de recherche des causes.

MISE EN SERVICE ET RESPECT DE LA CONFORMITE

Après l'achat d'un appareil, il est d'usage que le fabricant assure le bon fonctionnement conformément à un protocole qu'il a défini et qu'il applique dans les locaux de ses clients. Cette opération est la première étape de la mise en service et ne garantit en rien la conformité d'un appareil avec le besoin exprimé.

L'utilisateur doit s'assurer que l'équipement est conforme à son besoin :

- ◆ pour avoir la certitude de mettre en œuvre un équipement ayant des performances satisfaisantes,
- ◆ pour éviter tout litige avec son fournisseur,

Une phase de tests sur des échantillons réels, représentatifs de l'activité du laboratoire, doit être entreprise par le client en présence du fournisseur. Cette étape de réception technique de l'appareil est critique et doit être envisagée autant que possible. Il est possible de vérifier les limites de quantification dans des conditions standard selon un protocole défini, de vérifier la spécificité de l'appareil lors de l'analyse d'échantillons complexes, de s'assurer des performances de résolution en situation complexe... Toutes ces vérifications auront fait l'objet de l'établissement d'un protocole clair transmis au fournisseur avant l'établissement de son offre commerciale.

Il est peu envisageable d'imposer au fournisseur la conformité de l'appareil sur l'étendue de son domaine d'application, il convient de choisir les critères de réception techniques les plus pertinents.

La réception technique ne comprend pas uniquement la vérification des performances analytiques par exemple mais peut aussi intégrer le respect de contraintes qui auront été définies lors de la commande de l'appareil (bruit, vibration, encombrement, consommation électrique...).

L'appareil étant opérationnel, il est alors nécessaire de le qualifier spécifiquement pour qu'il réponde à l'ensemble des besoins.

Cette étape met en œuvre des prescriptions définies par des documents de références (normes spécifiques à la validation de méthodes¹ ou normes analytiques spécifiques). Pour être mis en service et déclaré conforme, il est indispensable de vérifier qu'un appareil répond à certains critères dans ces conditions standard d'utilisation (matrice représentative des échantillons qui seront analysés). Pourront être déterminées, les performances :

- ◆ De sensibilité : détermination de la LQ analytique et de la LD analytique
- ◆ De linéarité de l'étalonnage, lorsque la réponse du détecteur est linéaire
- ◆ Du rendement acceptable
- ◆ De précision ou d'exactitude

¹ NF T 90-210, Qualité de l'eau - Protocole d'évaluation initiale des performances d'une méthode dans un laboratoire, 2009

- ◆ Des interférents potentiels
- ◆ D'incertitudes

Quand ces paramètres sont connus, l'appareil peut être jugé conforme et mis en œuvre pour procéder à des mesures, dans le respect des conditions définies par sa mise en service et de ses critères de conformité.

MISE HORS SERVICE

Un appareil jugé non conforme et ne pouvant pas retrouver un état de conformité doit être mis hors service. Il est alors recommandé d'identifier clairement l'état de l'appareil (étiquette, affiche). La consignation de l'appareil ou le retrait du laboratoire reste la solution la plus sûre pour éviter toute utilisation inappropriée.

CONDITIONS D'OPERATION DES EQUIPEMENTS

DETERMINATION DE LA FONCTION D'ETALONNAGE D'UN APPAREIL

Etalonner un appareil revient à établir la relation entre la valeur connue d'un étalon et la valeur mesurée. Il est donc nécessaire de disposer d'un étalon pour chacune des substances ou molécules que l'on souhaite mesurer. L'utilisation d'étalons certifiés (pour lesquels la valeur de référence est connue avec précision y compris l'incertitude) est fortement recommandée.

Conventionnellement, les matériaux de référence certifiés utilisés dans le cadre des étalonnages sont appelés étalons.

Le principe de l'étalonnage consiste à mesurer différentes quantités d'une substance, quantités définies en fonction de la gamme de mesure que l'on souhaite définir. On définira au minimum 4 grandeurs remarquables : le blanc, la limite de quantification, la valeur moyenne d'usage et la limite haute. Il existe des documents normatifs de références définissant les procédures d'étalonnage.

Les étalons doivent être représentatifs des échantillons analysés dans les conditions normales d'opération de l'appareil : la fonction d'étalonnage doit donc être obtenue à partir d'étalons préparés dans une matrice représentative des échantillons analysés et intégrant les conditions de préparation pré analytique des échantillons. L'intérêt d'une telle pratique est d'intégrer dans la fonction d'étalonnage un maximum de biais et d'améliorer ainsi la robustesse de la méthode.

Une difficulté peut provenir de la complexité des matrices à reproduire ou de la préparation d'étalons représentatifs.

VERIFICATIONS ET CONTROLES PERIODIQUES

Dans un fonctionnement normal, il n'est pas nécessaire de déterminer la fonction d'étalonnage d'un appareil à chaque utilisation. Il est par contre indispensable de s'assurer que l'appareil demeure conforme aux performances attendues. La vérification de l'étalonnage doit donc être réalisée aussi souvent que nécessaire.

Cette fréquence de vérification est déterminée soit arbitrairement en fonction du besoin, soit par expérience. Dans tous les cas, la fréquence choisie doit garantir que l'appareil ne dérive pas.

La vérification de la conformité de l'appareil doit se faire sur l'ensemble de la gamme de mesure pour

laquelle l'appareil est utilisé. Ainsi, la vérification se fait dans les conditions d'utilisation et dans la matrice à la valeur mesurable la plus petite (LQ), en différents points de la gamme d'étalonnage (au minimum une valeur sera choisie) et à la valeur haute.

Les étalons de contrôles utilisés doivent être différents des étalons de référence (mis en œuvre pour déterminer la droite d'étalonnage) et donc provenir de MRC différents (lots de production, fabricants...)

GESTION DES ETALONS

Chaque étalon (référence ou contrôle) doit être enregistré et sa traçabilité doit pouvoir être assurée. Il faut veiller particulièrement à ce que les étalons soient liés au système métrique international par un certificat délivré par un organisme de référence. Il est judicieux d'utiliser des étalons de référence représentatifs des matrices rencontrées.

Les étalons utilisés pour déterminer les fonctions d'étalonnage d'un appareil doivent faire l'objet d'une attention particulière pour assurer qu'ils conservent les propriétés définies par leur certificat dans les conditions définies par le fabricant : il faut veiller particulièrement à ce que leurs conditions de conservation soient conformes et à définir une durée de vie garantissant leur stabilité. En effet, ces étalons conditionnent la précision de la fonction d'étalonnage et donc l'utilisation ultérieure de l'appareil.

Les étalons de références secondaires confectionnés à partir des matériaux de référence certifiés, par dilution par exemple, doivent être identifiés et enregistrés. Il est essentiel de définir les dates de début et de fin d'utilisation de ces étalons secondaires ainsi que les conditions de conservation.

Les étalons de contrôle sont gérés de la même façon que les étalons de référence.

Toutes les informations peuvent être enregistrées au plus près de l'appareil pour permettre aux utilisateurs d'en disposer facilement.

GESTION DES VALEURS DE CONTROLES

Les mesures réalisées dans le cadre des vérifications ou des contrôles périodiques sont enregistrées et exploitées pour s'assurer de la justesse de l'appareil. Les documents d'enregistrement sont communément appelés « carte de contrôle ». Les valeurs mesurées pour un niveau sont comparées à la valeur de référence de l'étalon de contrôle permettant de déclarer conforme ou non conforme l'appareil.

Le suivi des valeurs de contrôle permet de s'assurer que l'appareil est d'une justesse acceptable dans le temps et de suivre la variabilité des mesures. La représentation graphique des données représente une dérive éventuelle de la réponse de l'appareil et l'évolution de la variabilité.

Une carte de contrôle peut, par exemple, fixer des bornes de surveillance et de contrôle à des valeurs égales respectivement à 2 écart-types et 3 écart-types d'une série de mesures de l'étalon de contrôle sur une durée déterminée. Tant que les écarts entre les valeurs mesurées et la valeur de référence sont inférieures à 2 écart-types, aucune action n'est nécessaire. Dès que 3 valeurs successives sont dans l'intervalle défini par les bornes de contrôle et de surveillance, l'utilisateur doit engager une démarche préventive pour identifier l'origine de la dérive et la corriger. Au-delà de 3 valeurs entre ces bornes ou une valeur à l'extérieur des bornes, l'utilisateur devra engager des actions correctives comme une maintenance curative. Dès qu'une valeur mesurée est au-delà de la borne de contrôle, l'appareil doit être considéré comme non conforme et faire l'objet d'une maintenance curative. Aucune mesure ne peut être réalisée.

Une carte de contrôle est liée à un étalon de contrôle.

AUTEURS

B. Courrier

INRS, Métrologie des polluants (metropol@inrs.fr)

HISTORIQUE

Version	Date	Modifications
1	Octobre 2015	Création de la fiche