

RAPPORT D'APPLICATION

ANALYSE DE LABORATOIRE & ANALYSE EN CONTINU
ASSURANCE DE LA QUALITE ANALYTIQUE



Assurance de la qualité analytique pour des résultats reconnus

Assurance qualité et analyses sont étroitement liées. Le type de → *procédé d'analyse* (analyses traditionnelles/industrielles), mais également la minutie lors des différentes étapes à suivre et les mesures appliquées pour → *garantir la qualité* déterminent la précision des résultats de mesure. Une grande partie des mesures d'assurance qualité est déjà intégrée aux tests en cuve LANGE par le fabricant.

Les → *certificats de qualité et de lots correspondants* sont disponibles en permanence, par exemple sur Internet à l'adresse suivante : www.hach-lange.com. L'utilisateur dispose également d'une assistance pour la mise en place des mesures de contrôle de la qualité : les solutions → *ADDISTA* permettent de couvrir les points essentiels de l'AQA.

Auteure :
Petra Pütz

- Ingénieure diplômée en chimie
- Utilisation des produits de laboratoire HACH LANGE



LANGE

Nécessité de contrôles qualité lors de travaux d'analyse

Aujourd'hui, la qualité des produits et des services est devenue un facteur essentiel pour le client. L'acheteur et l'utilisateur attendent de la part du fournisseur ou du fabricant un niveau de qualité élevé. C'est pourquoi la qualité des produits et des services offerts est contrôlée à plusieurs reprises et consignée par écrit (conformément à la norme ISO 9001:2000, par exemple). Les résultats d'analyse sont également, au sens figuré, des produits devant présenter une qualité irréprochable pour être exploitables et comparables. La responsabilité des données obtenues incombe au « producteur », c'est-à-dire à l'utilisateur-même ou à son supérieur. Tous deux sont également responsables d'éventuelles erreurs d'interprétation et des mauvaises décisions dues à des résultats d'analyse inexacts. Des

Qualité des produits
+ Qualité des applications
+ Mesures d'assurance
qualité
= Qualité des résultats

contrôles qualité effectués aux moments opportuns du processus d'analyse garantissent la fiabilité de l'analyse et réduisent les risques.

Assurance qualité dans les laboratoires industriels

Différentes normes nationales et internationales, telles que l'EN 45001, l'ISO CD 13530 ou les fiches de travail

LAWA et DWA A 704 pour l'Allemagne, sont dédiées à la mise en place et à l'application de mesures d'assurance de la qualité analytique en laboratoire.

Les points essentiels sont les suivants :

- Détermination des mesures à appliquer
- Mesures d'assurance qualité internes et externes
- Système d'analyse (contrôle et entretien)
- Personnel de laboratoire (qualification et perfectionnement)
- Rapport écrit sur les mesures appliquées

L'objectif principal est de définir les exigences en termes de qualité pour les résultats d'analyses industrielles. Il s'agit avant tout d'exigences concernant les méthodes industrielles, les fabricants d'appareils et de réactifs, ainsi que les utilisateurs, qui s'appliquent aux stations d'épuration et aux installations de purification industrielles.

Composants des contrôles qualité

L'AQA se divise en deux domaines :

1. Assurance qualité interne

Garantie par l'utilisateur sur site.

2. Assurance qualité externe

Obtenue par exemple par une collaboration entre l'utilisateur et le fabricant ou entre différents laboratoires.

Les décisions à l'échelle de l'entreprise (mise en place de mesures, fréquence et objectifs des contrôles qualité) ont pour objectif d'ajuster les différentes mesures en fonction des activités de chaque entreprise.

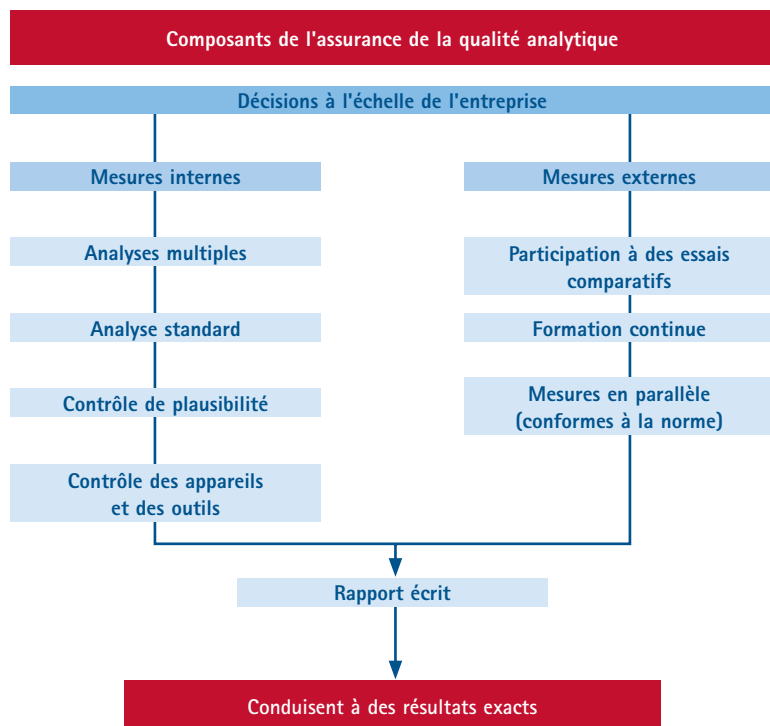


Fig. 1 : mesures d'assurance qualité internes et externes



Fig. 2 : les différentes mesures d'assurance qualité et leurs avantages

ADDISTA

HACH LANGE a réuni chaque composant de l'assurance de la qualité analytique dans un système adapté à la pratique des analyses industrielles. Les solutions ADDISTA permettent en effet d'appliquer les mesures essentielles pour l'assurance de la qualité analytique. Pour les tests en cuve LANGE, ADDISTA comprend une solution de référence, ainsi que deux solutions d'essais comparatifs. Concernant l'analyse des éléments nutritifs, ADDISTA offre une solution de référence et une solution d'essais comparatifs.

Analyse standard

L'analyse standard d'une solution de référence crée la structure de base de chaque assurance de qualité analytique.

Pour ce faire, des solutions dont la composition est connue sont analysées et les valeurs de mesure sont consignées sur une carte de contrôle standard.

Si les valeurs de mesure obtenues se situent dans une zone de confiance prédéterminée (écart autorisé par rapport à la valeur de consigne), c'est la preuve que l'équipement utilisé, tel que le photomètre, le test en cuve, les pipettes, etc., fonctionne normalement et que l'analyse a été effectuée correctement.

Contrôle de plausibilité

Malgré une méthode de travail et un équipement adaptés, il se peut que les échantillons contiennent des substances faussant l'analyse (par exemple des valeurs de DCO élevées lors de la détermination de la teneur en nitrates).

Celles-ci peuvent être détectées par une dilution ou une concentration de l'échantillon.

Dilution

L'échantillon est par exemple dilué à 1/10 (c'est-à-dire 1 ml d'échantillon + 9 ml d'eau distillée), puis analysé conformément aux consignes d'utilisation. Le résultat obtenu doit être comparable au résultat de mesure de l'échantillon original, après prise en compte du facteur de dilution. Les limites des plages de mesure définies doivent être respectées lors du choix du niveau de dilution. Si le résultat de la mesure de l'échantillon original se situe déjà dans la plage de mesure inférieure du test en cuve, une concentration de l'échantillon doit être réalisée.

Essais comparatifs : plus de 20 ans d'expérience



ADDISTA pour les analyses en laboratoire, avec solutions d'essais comparatifs A+B et solution de référence



ADDISTA pour les appareils de mesure AMTAX, NITRATAX et PHOSPHAX

Concentration

L'échantillon est mélangé avec la solution de concentration, puis mesuré à l'aide du test en cuve correspondant (E1). L'échantillon est mesuré en parallèle sans ajout de solution de concentration (E2). Le taux de concentration se calcule comme suit :

$$\text{Taux de concentration} = E1 - E2/2$$

Le taux de concentration ainsi obtenu doit se situer dans une zone de confiance prédéterminée (indiquée au dos de chaque emballage de solution ADDISTA). Si la valeur est en dehors de la zone prescrite, l'échantillon contient des ions parasites. Une préparation appropriée de l'échantillon (dilution, préparation, etc.), en fonction du type d'échantillon) doit être réalisée. Une manière simple d'éviter toute interférence consiste souvent à diluer l'échantillon car la concentration en substances parasites est également réduite.

Participation à des essais comparatifs

Le test comparatif constitue un élément important de l'assurance qualité externe. Le principe repose sur l'analyse d'échantillons identiques par plusieurs participants indépendants dans des conditions comparables. Les résultats individuels permettent d'évaluer le travail des différents participants. Ils fournissent en outre des informations sur la précision et l'exactitude du procédé d'analyse. Pour les laboratoires reconnus par l'Etat, la participation régulière à des essais comparatifs est obligatoire pour contrôler la qualité des laboratoires autorisés. Elle est également souvent nécessaire pour faire reconnaître l'équivalence de procédés analytiques industriels. Tout participant

qui réussit un essai comparatif HACH LANGE reçoit une évaluation complète de son essai ainsi qu'un certificat.

Analyses multiples

Les analyses multiples d'un échantillon et la répétition d'étapes d'analyse (par exemple, le prélèvement d'échantillon) améliorent la fiabilité du résultat de mesure. Les analyses multiples permettent de reconnaître immédiatement les résultats aberrants. La précision du résultat est également sensiblement améliorée grâce au calcul de la moyenne. Les analyses doubles font partie du quotidien des laboratoires quel que soit le procédé de mesure utilisé.

Mesures en parallèle

Bien que les procédés analytiques industriels donnent pour presque toutes les matrices d'échantillons courantes des résultats comparables aux procédés normalisés, se pose pour l'utilisateur la question de la comparabilité des résultats avec le procédé de référence. C'est



Certificat de participation aux essais comparatifs

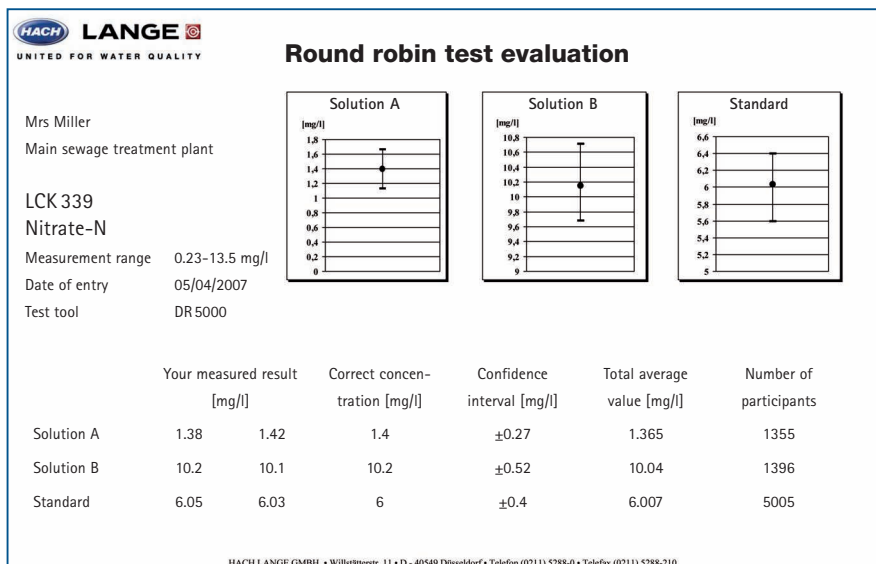


Fig. 3 : évaluation des essais comparatifs pour le paramètre azote des nitrates. Les résultats obtenus par l'utilisateur, la concentration de consigne, la zone de confiance, la moyenne générale, ainsi que le nombre de participants à l'essai comparatif sont indiqués.

pourquoi, lors du contrôle des autorités officielles, il est toujours recommandé de diviser l'échantillon et de l'analyser en parallèle avec le test en cuve compris dans les mesures d'assurance qualité nécessaires.

Formation continue

La participation régulière à des sessions de formation continue (par exemple, une fois par an) permet de maintenir le niveau de connaissances sur les procédés d'analyse et de rappeler, voire d'approfondir, des points techniques. La compréhension des rapports analytiques, la détection de sources d'erreurs possibles et les travaux pratiques en groupe permettent en effet d'optimiser les méthodes d'analyse industrielle et d'évaluer correctement les résultats de mesure.

Contrôle des appareils et des outils

Le photomètre HACH LANGE dispose de jeux de filtres pour contrôler la lumière diffusée et l'exactitude photométrique. L'utilisateur peut ainsi contrôler son matériel rapidement et en toute simplicité. Les données obtenues sont reportées dans un protocole de contrôle.

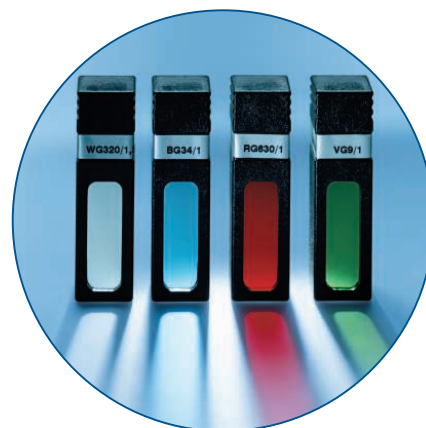
L'utilisation d'un pack service HACH LANGE (anciennement contrat d'entretien) constitue une autre possibilité, externe, de contrôler le photomètre ou l'appareil de mesure. Pour obtenir de plus amples renseignements : www.hach-lange.com.

Le mauvais dosage des volumes, en raison par exemple d'une pipette mal adaptée ou d'une mauvaise manipulation de la pipette, est souvent à l'origine



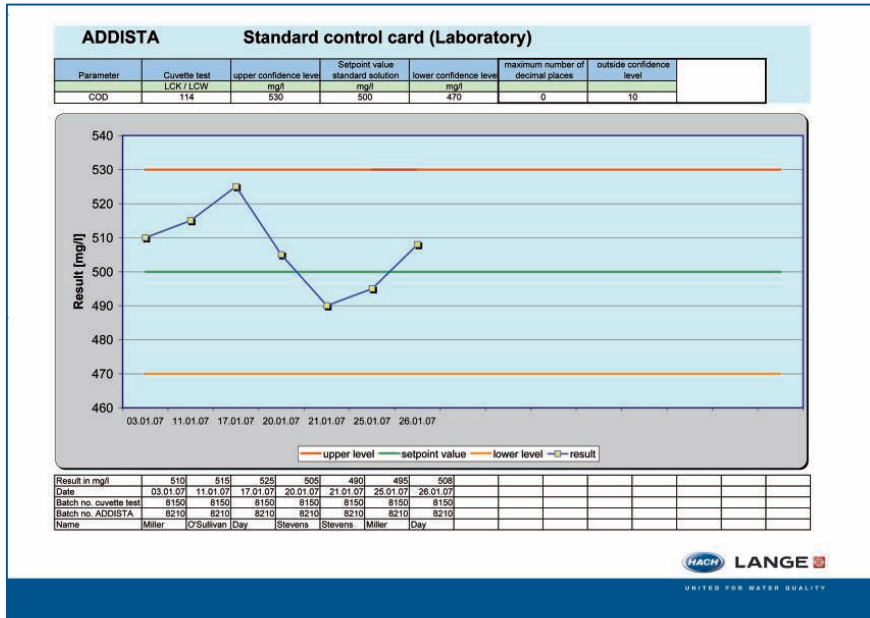
« Notre essai comparatif gratuit continue de faire ses preuves depuis plus de 20 ans en Europe. L'adhésion massive à ce moyen simple et apprécié pour contrôler la qualité de manière externe se retrouve dans le nombre croissant de participants chaque année. Le taux de réussite élevé, supérieur à 85 %, des essais comparatifs effectués prouve la précision du travail d'analyse de l'utilisateur HACH LANGE ».

Sabine Kater, chef de produit,
HACH LANGE Düsseldorf



Jeu de filtres pour le contrôle de l'exactitude photométrique

Consignation correcte des mesures AQA



Laboratoire d'analyse : carte de contrôle standard

d'erreurs. Un contrôle régulier à l'aide du kit de contrôle des pipettes LCA 722 permet de détecter précocement cette source d'erreur et de l'éliminer. La pesée sur la balance de laboratoire n'est pas requise !

Rapport écrit

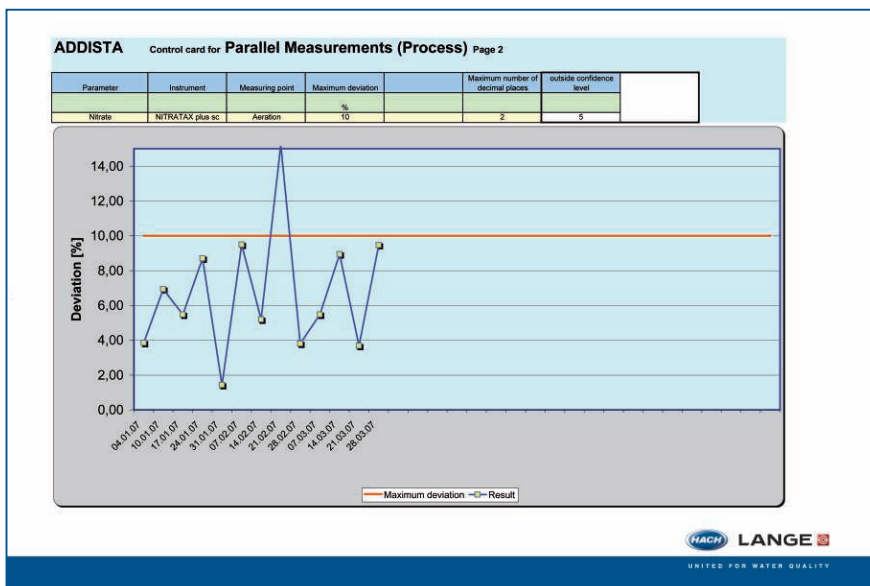
L'assurance de la qualité analytique vient appuyer la vérification et garantir le bon état du système de mesure, ainsi qu'une analyse exempte d'erreurs. Elle commence par le prélèvement d'échantillons avec un protocole et se termine par un rapport d'analyse dans le cahier de laboratoire ou le journal de bord. Le rapport doit être complet et détaillé. Le nom de la personne ayant procédé aux analyses, la date et le type de données mesurées doivent être identifiables !

Cartes de contrôle

Tous les résultats des mesures d'assurance qualité doivent être reportés sur une carte de contrôle (en Allemagne par exemple, les blocs de contrôle qualité HACH LANGE ou la version au format Excel sur CD-Rom). Une zone de confiance est indiquée comme aide à l'évaluation pour chaque test en cuve.

De quoi faut-il s'assurer ?

- Tous les résultats de mesure doivent se situer dans la zone de confiance
- L'amélioration de la méthode de travail par le biais d'une zone de confiance restreinte doit être recherchée
- Les tendances doivent être identifiées



Carte de contrôle process : mesures parallèles en laboratoire

La version au format Excel du bloc

AQA – Recommandations quant à la fréquence et aux objectifs de qualité

MESURE	OBJECTIF	AVANTAGES	FREQUENCE	OBJECTIF DE QUALITE
Analyses multiples	Amélioration de la précision	Détection des résultats aberrants	1 fois par mois, en plus lors de contrôles importants, concerne les personnes et la matrice	Différences $\leq 10\%^*$
Mesure standard	Contrôle interne du système	Fiabilité de la méthode de travail	Tous les 10 échantillons, au moins 1 fois par mois, concerne les personnes	Respect de la zone de confiance
Concentration / dilution	Contrôle de plausibilité	Prévention des erreurs de mesure dues à la matrice	En cas de résultats non plausibles, en cas de modification de la matrice, au moins tous les 3 mois	Divergence $\leq 20\%^*$
Participation aux essais comparatifs	Confirmation externe de la bonne qualité des analyses	Reconnaissance des plages, certificat de participation	Une à deux fois par an, concerne les personnes	Divergence $\leq 20\%^*$
Mesures en parallèle	Fiabilité de la méthode industrielle	Justificatif d'adéquation du test en cuve pour l'échantillon	Une fois par an par test en cuve et en cas de résultats non plausibles (division régulière de l'échantillon lors du contrôle par les autorités compétentes)	Divergence $\leq 20\%^*$
Rapport écrit	Analyses transparentes et justificatif	Traçabilité des activités du laboratoire	Systématique	

Tab. 1 : objectif, avantages et fréquence des différentes mesures AQA

* Les limites en pourcentage comptent pour l'intervalle 20–80 % de la plage de mesure. Avec des concentrations très faibles, il peut être plus judicieux d'indiquer l'objectif de qualité en mg/l.

de contrôle qualité facilite encore l'ensemble du processus. L'utilisateur entre ses données dans l'ordinateur et le programme calcule automatiquement si l'objectif souhaité est atteint (par exemple, si les résultats se situent dans la zone de confiance). En fonction des mesures, les résultats peuvent également être représentés sous forme de graphiques.

En outre, les valeurs empiriques constituent un élément important de l'appréciation des résultats. Les modifications de la concentration des paramètres à mesurer dépendent de divers facteurs tels que la quantité d'eau totale, la durée de stockage dans l'installation, la valeur du pH, etc. Les valeurs d'analyse et les valeurs empiriques doivent concorder !
Exemple : transparence = 50 cm et DCO = 38 mg/l O₂ => non plausible.

En résumé

L'utilisation régulière de l'assurance de la qualité analytique permet de

- Tracer les résultats d'analyse ;
- Vérifier que le système d'analyse fonctionne toujours correctement ;
- Détecter immédiatement les erreurs de manipulation ;
- Comparer les résultats de mesure ;
- Faire reconnaître les résultats d'analyse !



Pour de nombreux paramètres, y compris la turbidité, des solutions de référence multiples ou simples sont disponibles



Rapport continu de la qualité des analyses

Outils de l'AQA

ADDISTA TESTS EN CUVE

LCA 700	LCK238 LATON LCK304 Ammonium LCK311 Chlorure LCK328 Potassium LCK348 Phosphore ortho LCK414 DCO
LCA 701	LCK306 Plomb LCK321 Fer LCK329 Cuivre LCK337 Nickel LCK353 Sulfate LCK360 Zinc
LCA 702	LCK301 Aluminium LCK308 Cadmium LCK313 Chromium (VI), total LCK353 Sulfate
LCA 703	LCK049 Orthophosphate LCK114 DCO LCK303 Ammonium LCK311 Chlorure LCK339 Nitrate LCK350 Phosphore ortho LCK353 Sulfate LCK386 COT
LCA 704	LCK153 sulfate LCK305 Ammonium LCK311 Chlorure LCK314 DCO LCK340 Nitrate LCK349 Phosphore ortho LCK385 COT

ADDISTA TESTS EN CUVE

LCA 705	LCK014 DCO LCK302 Ammonium LCK311 Chlorure LCK387 COT
LCA 706	LCK521 Fer LCK529 Cuivre LCK537 Nickel LCW032 Manganèse
LCA 707	LCK341 Nitrite LCK348 Phosphore total LCK614 DCO
LCA 708	LCK338 LATON LCK350 Phosphore total LCK514 DCO
LCA 709	LCK138 LATON LCK342 Nitrite LCK349 Phosphore total LCK614 DCO
LCA 310*	LCK310 Chlore libre
LCA 333*	LCK333 Agents tensioactifs non ioniques
LCA 390*	LCK390 AOX
LCA 555*	LCK555 DBO
LCA 753**	ADDISTA Process pour Ammonium (AMTAX) Nitrate (NITRATAX) Phosphate (PHOSPHAX)
LCA 754**	ADDISTA Process pour COT (TOCTAX)

* Référence seule sans solution d'essai comparatif

** Solution de référence et d'essai comparatif uniquement

HACH LANGE Services



Une question technique ou commerciale, un conseil ou une information... Nous sommes à votre disposition.



Support sur site par notre équipe de techniciens.



Séminaires et ateliers : formation supplémentaire et échange d'expérience pour l'analyse pratique.



Assurance qualité complète avec solutions d'étalons standards, vérification des instruments et solutions de test.



Maintenance garantie de tous les instruments grâce à des contrats de service et d'entretien flexibles.



www.hach-lange.com
Contenu actualisé et sécurisé, avec téléchargements, informations et achats en ligne.

Outil de contrôle

LZP310	Jeu de filtres pour le contrôle de la lumière diffusée et de l'exactitude photométrique pour CADAS et XION
LZV537	Jeu de filtres pour le contrôle de la lumière diffusée et de l'exactitude photométrique pour DR2800/5000
LCA722	Lot de pipettes pour le contrôle des pipettes à piston HACH LANGE
LZP181	Lot de solutions d'essai pour le contrôle de l'exactitude photométrique
LZV086	Solution de perchlorate d'holmium pour le contrôle de l'exactitude des longueurs d'onde (intégrée à la cuve AQ)

Rapport écrit

DOC082.72.00654	Bloc de contrôle de qualité pour la consignation par écrit des mesures AQA, pour les analyses en laboratoire et les techniques de mesure de process ; version au format Excel sur CD-Rom (en allemand)
-----------------	---

Sous réserve de modifications.